

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«КАМЧАТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ФГБОУ ВО «КамчатГТУ»)

Научно-образовательный центр «Экология и природопользование»
Кафедра «Экология и природопользование»

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель департамента
«Пищевые биотехнологии»

 В.Б. Чмыhalова
«23» 10 2024 г.

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ
по дисциплине

**«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА»**

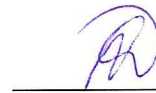
направление подготовки
19.03.04 Технология продукции и организация общественного питания

направленность (профиль):
«Технология продукции и организация общественного питания»

Петропавловск-Камчатский,
2024

Составитель фонда оценочных средств

Доцент кафедры «Экология и природопользование», к.б.н.

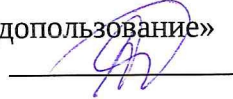


Авдощенко В.Г.

Фонд оценочных средств рассмотрен на заседании кафедры «Экология и природопользование»
«23» 10 2024 г., протокол № 5/1

И.о. заведующего кафедрой «Экология и природопользование»

«23» 10 2024 г.



Авдощенко В.Г.

АКТУАЛЬНО НА

2025/2026 учебный год



(подпись)

Авдощенко В.Г.

2026/2027 учебный год

(подпись)

Авдощенко В.Г.

1. Перечень компетенций с указанием этапов их формирования в процессе освоения образовательной программы

Схема формирования компетенций ОПК-2 в процессе освоения образовательной программы 19.03.04 Технология продукции и организация общественного питания									
Код дисциплины из УП	Наименование дисциплины (в соответствии с УП)	1 семес тр	2 семес тр	3 семес тр	4 семес тр	5 семес тр	6 семес тр	7 семес тр	8 семес тр
ОПК-2 способностью применять основные законы и методы исследований естественных наук для решения задач профессиональной деятельности									
Б1.О.10	Математика	Э	диф з	Э					
Б1.О.11	Физика	диф з	Э						
Б1.О.12	Биология	зачет							
Б1.О.13	Основы общей и неорганической химии	Э	Э						
Б1.О.14	Введение в технологию продуктов питания		диф з						
Б1.О.15	Аналитическая химия и физико-химические методы анализа			зачет	Э				
Б1.О.16	Органическая химия			зачет	Э				
Б1.О.17	Биохимия					Э			
Б1.О.18	Физическая и коллоидная химия					Э	Э		
Б1.О.19	Пищевая химия						диф з		
Б1.О.24	Физико-химические основы и общие принципы переработки продуктов питания				Э				
Б1.О.26	Пищевая микробиология						Э		
Б2.О.01.02(Н)	Научно-исследовательская работа (получение первичных навыков научно-исследовательской работы)				диф з				
Б3.01	Подготовка к процедуре защиты и защита выпускной квалификационной работы								Защита ВКР

Таблица 1 – Паспорт ФОС

Контролируемые разделы (темы) дисциплины	Код контролируемой компетенции или ее части	Наименование оценочного средства
Раздел 1. Общие теоретические основы аналитической химии. Качественный анализ		
Тема 1: Аналитическая химия как наука. Методы анализа	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6

		Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6
Тема 2: Качественный химический анализ	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, У(ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6 Тест: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6
Тема 3: Химическое равновесие. Динамические равновесия в растворах	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, У(ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6 Тест: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6
Тема 4: Протеолитическое равновесие	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, У(ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6 Тест: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6
Тема 5: Буферные системы	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6 Тест: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6
Тема 6: Типы химических реакций. Реакции комплексообразования	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, У(ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6
Тема 7: Окислительно-восстановительные реакции	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6

		Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, У(ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6
Тема 8: Гетерогенные равновесия в аналитической химии	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, У(ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6 Тест: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6
Раздел 2. Количественный анализ		
Тема 9: Методы количественного анализа	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)3, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)7, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)2, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У (ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)8, У (ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)6
Тема 10: Гравиметрический анализ	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)2, З(ОПК-2)3, З(ОПК-2)7, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)6, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)3, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)2, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)8 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)7, У(ОПК-2)8, У(ОПК-2)9, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)2, В(ОПК-2)6
Тема 11: Титриметрический анализ	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)2, З(ОПК-2)3, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)7, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)6, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)3, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5, З(ОПК-2)6, З(ОПК-2)8 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)3, У (ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)7, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)2, В(ОПК-2)4, В(ОПК-2)5, В(ОПК-2)6
Тема 12: Кислотно-основное титрование	ОПК-2	Опрос: З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)2, З(ОПК-2)3, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)7, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)6, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)3, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ З(ОПК-2)1, З(ОПК-2)4, З(ОПК-2)5,

		3(ОПК-2)6, 3(ОПК-2)8 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)3, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)7, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)2, В(ОПК-2)4, В(ОПК-2)5, В(ОПК-2)6
Тема 13: Осадительное титрование. Комплексонометрические методы	ОПК-2	Опрос: 3(ОПК-2)1, 3(ОПК-2)2, 3(ОПК-2)3, 3(ОПК-2)4, 3(ОПК-2)7, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)6, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)3, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ 3(ОПК-2)1, 3(ОПК-2)4, 3(ОПК-2)5, 3(ОПК-2)6, 3(ОПК-2)8 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)3, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)7, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)2, В(ОПК-2)4, В(ОПК-2)5, В(ОПК-2)6
Тема 14: Окислительно-восстановительное титрование	ОПК-2	Опрос: 3(ОПК-2)1, 3(ОПК-2)2, 3(ОПК-2)3, 3(ОПК-2)4, 3(ОПК-2)7, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)6, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)3, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ 3(ОПК-2)1, 3(ОПК-2)4, 3(ОПК-2)5, 3(ОПК-2)6, 3(ОПК-2)8 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)3, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)7, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)2, В(ОПК-2)4, В(ОПК-2)5, В(ОПК-2)6
Раздел 3. Инструментальные методы		
Тема 15: Инструментальные методы	ОПК-2	Опрос: 3(ОПК-2)1, 3(ОПК-2)2, 3(ОПК-2)3, 3(ОПК-2)4, 3(ОПК-2)7, У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)6, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)3, В(ОПК-2)6 Выполнение и защита лаб. работ 3(ОПК-2)1, 3(ОПК-2)4, 3(ОПК-2)5, 3(ОПК-2)6, 3(ОПК-2)8 У(ОПК-2)1, У(ОПК-2)2, У(ОПК-2)3, У(ОПК-2)4, У(ОПК-2)5, У(ОПК-2)7, У(ОПК-2)8, В(ОПК-2)1, В(ОПК-2)2, В(ОПК-2)4, В(ОПК-2)5, В(ОПК-2)6

2. Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания

2.1 Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования

Код компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине	Критерии оценивания результатов обучения*				
		1	2	3	4	5
ОПК2 способностью применять основные законы и	Знать: – основные понятия, термины, формулы, применяемые в аналитической химии; – способы выражения	Не сформированы знания по большей или	Фрагментарные знания по изучаемой дисциплине	Неполные представления о вопросе	Определенные пробелы в знаниях	Сформированы системные представления по

методы исследований естественных наук для решения задач профессиональной деятельности	концентрации растворов; – основные методы титриметрического и гравиметрического анализ – сущность реакций и процессов, используемых в аналитической химии.	наиболее важной части учебного материала;	не			основным вопросам изучаемой дисциплины
	Уметь: – самостоятельно работать с учебной и справочной литературой для решения аналитических задач; – пользоваться основными неорганическими реактивами, растворителями, химической посудой, аналитическими весами; – прогнозировать возможность образования осадков при смешивании растворов с известной концентрацией растворенных веществ; – правильно представлять графический и расчетный материал	Отсутствие умений. Данный результат указывает на несформированность порогового уровня умений	Фрагментарные умения	Несистемное использование знаний	Несистематическое использование умений	Сформированное умение использовать полученные знания
	Владеть: – выполнения экспериментов по аналитической химии; – приготовления растворов заданной концентрации, и их стандартизации; – работы с литературными источниками и справочной литературы по аналитической химии.	Отсутствие навыков	Фрагментарные навыки	В целом успешное, но не систематическое применение навыков.	В целом успешное, но содержащее определенные пробелы применения навыков.	Успешное и систематическое применение навыков.

- *1 - Неудовлетворительная оценка результатов обучения. Отсутствие знаний, умений, навыков. Данный результат указывает на несформированность порогового уровня знаний, умений, навыков.
- 2 - Неудовлетворительная оценка результатов обучения. Фрагментарные знания, умения, навыки.
- 3 - Удовлетворительная оценка результатов обучения. Несистематическое использование знаний, умений, навыков.
- 4 - Удовлетворительная оценка результатов обучения. Определенные пробелы. В целом, успешное использование знаний, умений, навыков.
- 5 - Удовлетворительная оценка результатов обучения. Успешное и систематическое применение знаний, умений, навыков

2.2 Описание шкал оценивания

Формы контроля	Шкала оценивания
устный опрос	<p>Оценка «отлично»: ответы на поставленные вопросы излагаются четко, логично, последовательно и не требуют дополнительных пояснений, делаются обоснованные выводы, демонстрируются глубокие знания теоретических вопросов, соблюдаются нормы литературной речи.</p> <p>Оценка «хорошо»: ответы на поставленные вопросы излагаются систематизировано и последовательно, материал излагается уверенно, демонстрируется умение анализировать материал, однако не все выводы носят аргументированный и доказательный характер, соблюдаются нормы</p>

	<p>литературной речи, обучающийся демонстрирует хороший уровень освоения материала.</p> <p>Оценка «удовлетворительно»: допускаются нарушения в последовательности изложения ответов на поставленные вопросы, демонстрируются поверхностные знания вопроса, имеются затруднения с выводами, допускаются нарушения норм литературной речи.</p> <p>Оценка «неудовлетворительно»: материал излагается непоследовательно, сбивчиво, не представляет определенной системы знаний по дисциплине, имеются заметные нарушения норм литературной речи, обучающийся допускает существенные ошибки в ответах на вопросы, не ориентируется в понятийном аппарате.</p>
<p>индивидуальные устные опросы по разделам дисциплины</p>	<p>Оценка «отлично»: ответы на поставленные вопросы по разделу излагаются четко, логично, последовательно и не требуют дополнительных пояснений, делаются обоснованные выводы, демонстрируются глубокие знания теоретических вопросов, соблюдаются нормы литературной речи.</p> <p>Оценка «хорошо»: ответы на поставленные вопросы по разделу излагаются систематизировано и последовательно, материал излагается уверенно, демонстрируется умение анализировать материал, однако не все выводы носят аргументированный и доказательный характер, соблюдаются нормы литературной речи, обучающийся демонстрирует хороший уровень освоения материала.</p> <p>Оценка «удовлетворительно»: допускаются нарушения в последовательности изложения ответов на поставленные по разделу вопросы, демонстрируются поверхностные знания вопросов, изученных в данном разделе, имеются затруднения с выводами, допускаются нарушения норм литературной речи.</p> <p>Оценка «неудовлетворительно»: материал излагается непоследовательно, сбивчиво, не представляет определенной системы знаний по разделу дисциплины, имеются заметные нарушения норм литературной речи, обучающийся допускает существенные ошибки в ответах на вопросы, не ориентируется в понятийном аппарате.</p>
<p>решение заданий в тестовой форме</p>	<p>Для оценивания результатов тестирования возможно использовать следующие критерии оценивания:</p> <ul style="list-style-type: none"> - правильность ответа или выбора ответа. - скорость прохождения теста. - наличие правильных ответов во всех проверяемых темах (дидактических единицах) теста, <p>Общее количество вопросов принимается за 100%, оценка выставляется по значению соотношения правильных ответов к общему количеству вопросов в процентах.</p> <p>Оценка «отлично» - 85–100% правильных ответов;</p> <p>Оценка «хорошо» - 70–84% правильных ответов;</p> <p>Оценка «удовлетворительно» - 55–69% правильных ответов;</p> <p>Оценка «неудовлетворительно» - 54% и менее правильных ответов;</p>
<p>выполнение практических заданий</p>	<p>Оценка «отлично» выставляется обучающемуся, чей результат анализа ситуации оказался наиболее всесторонним, чье решение или расчет оказался наиболее продуманным, логичным и предусматривающим большее количество альтернативных вариантов решений;</p> <p>Оценка «хорошо» выставляется обучающемуся, использовавшему методику или инструмент анализа с незначительными нарушениями, чей расчет имеет незначительные погрешности;</p> <p>Оценка «удовлетворительно» выставляется каждому обучающемуся, чей расчет имеет нарушения, но в целом задание выполнено, анализ проведен поверхностно, в том числе с нарушением методики его проведения;</p> <p>Оценка «неудовлетворительно» выставляется каждому обучающемуся, если анализ проведен в нарушение методики его проведения, результаты не обоснованы, не сделаны выводы, расчет произведен с грубыми нарушениями и</p>

	не соответствует поставленной задаче.
зачет	<p>Оценка «зачтено» выставляется обучающемуся, который усвоил предусмотренный программный материал; правильно, с применением примеров, показал систематизированные знания по темам дисциплины, способен связать теорию с практикой, тему вопроса с другими темами данного курса, других изучаемых дисциплин.</p> <p>Оценка «не зачтено» выставляется в следующих случаях:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Обучающийся не справился с заданием, не может ответить на вопросы, предложенные (поставленные) преподавателем, не обладает целостным представлением об изучаемой теме и ее взаимосвязях. 2. Ответ на вопрос полностью отсутствует. 3. Отказ от ответа.
экзамен	<p>Оценка «отлично» выставляется, если обучающийся показывает всесторонние и глубокие знания программного материала, знание основной и дополнительной литературы; последовательно и четко отвечает на вопросы билета и дополнительные вопросы; уверенно ориентируется в проблемных ситуациях; демонстрирует способность применять теоретические знания для анализа практических ситуаций, делать правильные выводы, проявляет творческие способности в понимании, изложении и использовании программного материала; подтверждает полное освоение компетенций, предусмотренных программой.</p> <p>Оценка «хорошо» выставляется, если обучающийся показывает полное знание программного материала, основной и дополнительной литературы; дает полные ответы на теоретические вопросы, допуская некоторые неточности; правильно применяет теоретические положения к оценке практических ситуаций; демонстрирует хороший уровень освоения материала и в целом подтверждает освоение компетенций, предусмотренных программой.</p> <p>Оценка «удовлетворительно» выставляется, если обучающийся показывает знание основного материала в объеме, необходимом для предстоящей профессиональной деятельности; при ответе на вопросы не допускает грубых ошибок, но испытывает затруднения в последовательности их изложения; не в полной мере демонстрирует способность применять теоретические знания для анализа практических ситуаций, подтверждает освоение компетенций, предусмотренных программой на минимально допустимом уровне.</p> <p>Оценка «неудовлетворительно» выставляется, если обучающийся имеет существенные пробелы в знаниях основного учебного материала по разделу; не способен аргументировано и последовательно его излагать, допускает грубые ошибки в ответах, неправильно отвечает на задаваемые преподавателем вопросы или затрудняется с ответом; не подтверждает освоение компетенций, предусмотренных программой.</p>

Итоговое оценивание обучающегося по дисциплине «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа»

Для оценки качества подготовки студента по дисциплине в целом составляется рейтинг – интегральная оценка результатов всех видов деятельности студента, осуществляемых в процессе ее изучения.

Промежуточная аттестация проводится по окончании изучения дисциплины во время зачетно-экзаменационной сессии, в соответствии с рабочим учебным планом по направлению подготовки – в форме зачета и экзамена.

Преподаватель на вводной лекции (первом занятии) знакомит обучающихся группы с программой учебной дисциплины, порядком определения количества ЗЕ, графиком, формами и процедурой прохождения текущего контроля, а также примерными вопросами для подготовки к промежуточной аттестации.

Промежуточная аттестация – это форма контроля теоретических знаний, полученных студентом в процессе изучения всей учебной дисциплины или ее части, и умения их применять в

практической деятельности. Он должен учитывать выполнение студентом всех видов работ, предусмотренных программой дисциплины, в том числе самостоятельную работу, участие в семинарах.

Показатели, критерии оценки сформированности компетенции, шкала оценивания результатов освоения компетенций по уровням освоения представлены в таблице.

Уровень освоения	Критерии освоения	Показатели и критерии оценки сформированности компетенции	Шкала оценивания (традиционная оценка)
Продвинутый	<p><i>Компетенции сформированы.</i> Демонстрируется высокий уровень самостоятельности, высокая адаптивность практического навыка</p>	<p>Теоретическое содержание курса освоено полностью, без пробелов необходимые практические навыки работы с освоенным материалом сформированы, все предусмотренные программой обучения учебные задания выполнены, качество их выполнения оценено на «отлично».</p> <p>Обучаемый демонстрирует способность к полной самостоятельности (допускаются консультации с преподавателем по сопутствующим вопросам) в выборе способа решения неизвестных или нестандартных заданий в рамках учебной дисциплины с использованием знаний, умений и навыков, полученных как в ходе освоения данной учебной дисциплины, так и смежных дисциплин.</p>	«отлично»
Базовый	<p><i>Компетенции сформированы.</i> Демонстрируется достаточный уровень самостоятельности устойчивого практического навыка</p>	<p>Теоретическое содержание курса освоено полностью, без пробелов необходимые практические навыки работы с освоенным материалом сформированы недостаточно, все предусмотренные программой обучения учебные задания выполнены, качество выполнения ни одного из них не оценено минимальной оценкой, некоторые виды заданий выполнены с несущественными ошибками. Качество выполнения заданий оценено преимущественно на «хорошо».</p> <p>Способность обучающегося продемонстрировать самостоятельное применение знаний, умений и навыков при решении заданий, аналогичных тем, которые представлял преподаватель при потенциальном формировании компетенции, подтверждает наличие сформированной компетенции, причем на более высоком уровне</p>	«хорошо»
Пороговый	<p><i>Компетенции сформированы.</i> Демонстрируется недостаточный уровень самостоятельности практического навыка</p>	<p>Теоретическое содержание курса освоено частично, но пробелы не носят существенного характера, необходимые практические навыки работы с освоенным материалом в основном сформированы, большинство предусмотренных программой обучения учебных заданий выполнено, некоторые из выполненных заданий, возможно, содержат ошибки. Качество выполнения заданий оценено преимущественно на «удовлетворительно».</p> <p>Если обучаемый демонстрирует самостоятельность в применении знаний, умений и навыков к решению учебных заданий в полном соответствии</p>	«удовлетворительно»

		с образцом, данным преподавателем, по заданиям, решение которых было показано преподавателем, следует считать, что компетенция сформирована, но ее уровень недостаточно высок.	
Низкий	Компетенции не сформированы Демонстрируется отсутствие или фрагментарное наличие самостоятельности и практического навыка	Теоретическое содержание курса не освоено, необходимые практические навыки работы с освоенным материалом не сформированы, выполненные учебные задания содержат грубые ошибки. Неспособность обучаемого самостоятельно продемонстрировать наличие знаний при решении заданий, которые были представлены преподавателем вместе с образцом их решения, отсутствие самостоятельности в применении умения к использованию методов освоения учебной дисциплины и неспособность самостоятельно проявить навык повторения решения поставленной задачи по стандартному образцу свидетельствуют об отсутствии сформированной компетенции.	«неудовлетворительно»

3. Типовые контрольные задания или материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций

3.1. Задания для оценивания результатов обучения в виде знаний

Вопросы для обсуждения:

Тема «Аналитическая химия как наука. Методы анализа»

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Техника безопасности. Правила работы в химической лаборатории»

1. Какие реакции используются в химическом анализе?
2. Какие реактивы относят к специфическим реактивам, а какие к групповым? Приведите примеры.
3. Чем отличается дробный метод анализа от систематического метода анализа?
4. Чем отличается сульфидная классификация катионов от кислотно-основной классификации?
5. Перечислите достоинства и недостатки кислотно-основной классификации катионов.
6. Как проводят реакцию осаждения ионов и как проверяют полноту их осаждения?
7. Перечислите способы тушения пожара в химической лаборатории. Какие вещества в химической лаборатории могут стать причиной пожара?
8. Перечислите меры первой помощи при химических ожогах. Какие вещества могут вызвать химический ожог?

Тема 2. Качественный химический анализ

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Первая аналитическая группа катионов»

1. Чем отличается первая аналитическая группа катионов от остальных групп?
2. Почему осаждение катиона Na^+ дигидроантимонатом калия проводится на холоде и в нейтральной среде?
3. Почему катион натрия нельзя открывать в присутствии катиона аммония? Ответ подтвердить уравнениями реакций в молекулярном и ионном виде.
4. Почему катион калия нельзя открывать в присутствии катиона аммония? Ответ подтвердить уравнениями реакций в молекулярном и ионном виде.
5. Какими реактивами, и при каких условиях можно открыть катион K^+ ? Напишите уравнения

- реакций взаимодействия фосфата калия с этими реактивами в молекулярной и ионной формах.
- Почему для осаждения катиона калия не используют винную кислоту или тартрат натрия?
 - На каком свойстве аммонийных солей основано отделение катиона аммония от катионов калия и натрия?
 - Как проводится удаление катиона аммония при анализе смеси катионов I-ой аналитической группы.
 - Как проверить полноту удаления катиона аммония?
 - Как проводится реакция окрашивания пламени? В какой цвет окрашивают пламя катионы I-ой аналитической группы?

Тестовые задания по теме «Качественный химический анализ»

Задание № 1 – выберите один вариант ответа

Присутствие иона Cu^{2+} в смеси с ионами Fe^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} можно доказать используя в качестве реактива ...

Варианты ответов:

- раствор аммиака
- раствор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
- раствор H_2S
- раствор $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Задание № 2 – выберите один вариант ответа

Хлорной водой и бензолом обнаруживают в исследуемом растворе ион ...

Варианты ответов:

- S^{2-}
- I^-
- NO_3^- Equation.3
- NO_2^- Equation.3

Задание № 3 – выберите один вариант ответа

Присутствие гидроксида натрия в водном растворе можно обнаружить с помощью ...

Варианты ответов:

- лакмуса или карбоната бария
- фенолфталеина или сульфата меди
- фенолфталеина или хлорида бария
- фенолфталеина или гидроксида кальция

Задание № 4 – выберите один вариант ответа

В присутствии ионов всех аналитических групп открывают ...

Варианты ответов:

- Ag^+
- K^+
- NH_4^+ Equation.3
- Ba^{2+}

Задание № 5 – выберите один вариант ответа

Хлорид серебра AgCl можно перевести в раствор действием ...

Варианты ответов:

- NaOH
- HCl
- NH_3 Equation.3 $\cdot \text{H}_2\text{O}$
- H_2SO_4

Задание № 6 – выберите один вариант ответа

К аналитической реакции относятся реакции, сопровождающиеся ...

Варианты ответов:

- изменением pH
- образованием осадка
- изменением окраски
- определенным аналитическим эффектом за счет образования продукта реакции, обладающего специфическими свойствами

Задание № 7 – выберите несколько вариантов ответа

Обнаружение ионов калия гексанитрокообальтатом (III) натрия проводят...

Варианты ответов:

- 1) при нагревании
- 2) в сильноокислой среде
- 3) при охлаждении
- 4) в отсутствии ионов аммония

Задание № 8 – выберите один вариант ответа

К специфическим аналитическим реакциям относятся реакции, ...

Варианты ответов:

- 1) являющиеся необратимыми
- 2) позволяющие обнаружить целую группу ионов
- 3) позволяющие в данных условиях обнаружить только один ион
- 4) сопровождающиеся выпадением осадка

Задание № 9 – выберите один вариант ответа

Групповым реагентом на катионы серебра, ртути (I), свинца при проведении анализа по кислотно-основной схеме является ...

Варианты ответов:

- 1) HCl
- 2) H₂O₂
- 3) NaOH
- 4) H₂SO₄

Задание № 10– выберите один вариант ответа

Групповым реагентом на катионы третьей аналитической группы при проведении анализа по кислотно-основной схеме является ...

Варианты ответов:

- 1) HCl
- 2) H₂O₂
- 3) NaOH
- 4) H₂SO₄

Задание № 11 – выберите один вариант ответа

Обнаружение иона аммония проводят реактивом...

Варианты ответов:

- 1) K₂[HgI₄]+KOH
- 2) KNO₃
- 3) Na₂HPO₄
- 4) H₃PO₄

Задание № 12 – выберите все варианты, соответствующие правильному ответу

Продуктами аналитической химической реакции обнаружения ионов серебра по реакции AgNO₃ + NaOH являются...

Варианты ответов:

- 1) Ag₂O
- 2) AgOH
- 3) NaNO₃
- 4) H₂O

Задание № 13 – выберите все варианты, соответствующие правильному ответу

Продуктами аналитической химической реакции обнаружения ионов натрия по реакции NaCl + KH₂SbO₄ являются...

Варианты ответов:

- 1) NaH₂SbO₄
- 2) Na₂HSbO₄
- 3) Na₃SbO₄
- 4) KCl

Задание № 14 – выберите все варианты, соответствующие правильному ответу

Продуктами аналитической химической реакции обнаружения ионов калия по реакции KCl + NaHC₄H₄O₆ являются...

Варианты ответов:

- 1) NaCl
- 2) HCl
- 3) KHC₄H₄O₆
- 4) K₂C₄H₄O₆

Задание № 15 – выберите все варианты, соответствующие правильному ответу

Продуктами аналитической химической реакции обнаружения ионов аммония при нагревании по реакции NH₄Cl + KOH являются...

Варианты ответов:

- 1) NH₄OH
- 2) NH₃
- 3) H₂O
- 4) KCl

Задание № 16 – выберите все варианты, соответствующие правильному ответу

Хромат калия вступает в химическую аналитическую реакцию с ионами...

Варианты ответов:

- | | |
|--------------|--------------|
| 1) K^+ | 2) Ba^{2+} |
| 3) Pb^{2+} | 4) Na^+ |

Задание № 17 – выберите один вариант ответа

Роданид калия (KCNS) с ионом железа Fe^{3+} образует раствор...

Варианты ответов:

- | | |
|-----------|--------------------|
| 1) синий | 2) бледно-зеленый |
| 3) желтый | 4) кроваво-красный |

Задание № 18 – выберите один вариант ответа

Реагентом на ионы железа Fe^{3+} является вещество, формула которого...

Варианты ответов:

- | | |
|--------------|-------------|
| 1) NH_4CNS | 2) KOH |
| 3) K_2SO_4 | 4) NH_4Cl |

Задание № 19 – выберите один вариант ответа

Реагент, который можно использовать для качественного определения сульфат-ионов в растворе, имеет название

Варианты ответов:

- | | |
|------------------|-------------------|
| 1) нитрат натрия | 2) нитрат аммония |
| 3) нитрат бария | 4) нитрат калия |

Тема 3. Химическое равновесие. Динамические равновесия в растворах

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Вторая аналитическая группа катионов»

1. При действии группового реагента на катионы второй аналитической группы образуются осадки - хлориды соответствующих катионов. Какова растворимость этих хлоридов в воде и как это используется в систематическом ходе анализа?
2. Объясните роль азотной кислоты при определении катиона серебра.
3. Почему при действии хлорид-иона на комплексный ион $[Ag(NH_3)_2]^+$ осадок не образуется, а при действии иодид-иона осадок выпадает?
4. Какие свойства хлоридов II аналитической группы используются для разделения катионов при систематическом ходе анализа?
5. Почему иодид калия не является специфическим реактивом?
6. Какой реакцией при проведении систематического анализа смеси катионов II аналитической группы доказывают наличие или отсутствие ионов ртути (II)?
7. Как при проведении систематического анализа обнаруживают и удаляют ион свинца?
8. Почему при осаждении катионов второй аналитической группы необходимо использовать разбавленную соляную кислоту?

Тестовые задания по теме «Химическое равновесие. Динамическое равновесие в растворах»

Задание № 1 – выберите один вариант ответа

По формуле $\mu = 1/2(C_1 \cdot (+2)^2 + C_2 \cdot (-1)^2)$ можно вычислить ионную силу раствора, содержащего в 1 литре 0,1 моль ...

Варианты ответов:

- | | | | |
|--------|-------------|-------------|--------------|
| 1) KCl | 2) $CaCl_2$ | 3) $CaSO_4$ | 4) K_2SO_4 |
|--------|-------------|-------------|--------------|

Задание № 2– выберите один вариант ответа

По формуле $\mu = 1/2(C_1 \cdot (+2)^2 + C_2 \cdot (-2)^2)$ можно вычислить ионную силу раствора, содержащего в 1 литре 0,1 моль ...

Варианты ответов:

- | | | | |
|--------|-------------|-------------|--------------|
| 1) KCl | 2) $CaCl_2$ | 3) $CaSO_4$ | 4) K_2SO_4 |
|--------|-------------|-------------|--------------|

Задание № 3– выберите один вариант ответа

По формуле $\mu = 1/2(C_1 \cdot (+1)^2 + C_2 \cdot (-2)^2)$ можно вычислить ионную силу раствора, содержащего в 1

литре 0,1 моль ...

Варианты ответов:

- 1) KCl 2) $CaCl_2$ 3) $CaSO_4$ 4) K_2SO_4

Задание № 4 – выберите один вариант ответа

В растворе хлорида кальция с концентрацией 0,2 моль/л концентрация катиона и аниона соответственно равны...

Варианты ответов:

- 1) 0,2 и 0,2 моль/л 2) 0,4 и 0,2 моль/л
3) 0,2 и 0,1 моль/л 4) 0,2 и 0,4 моль/л

Задание № 5 – выберите один вариант ответа

В растворе сульфата калия с концентрацией 0,2 моль/л концентрация катиона и аниона соответственно равны...

Варианты ответов:

- 1) 0,2 и 0,2 моль/л 2) 0,4 и 0,2 моль/л
3) 0,2 и 0,1 моль/л 4) 0,2 и 0,4 моль/л

Задание № 6 – выберите один вариант ответа

В растворе сульфата кальция с концентрацией 0,2 моль/л концентрация катиона и аниона соответственно равны...

Варианты ответов:

- 1) 0,2 и 0,2 моль/л 2) 0,4 и 0,2 моль/л
3) 0,2 и 0,1 моль/л 4) 0,2 и 0,4 моль/л

Задание № 7 – выберите один вариант ответа

Ионная сила раствора, в 1 литре которого содержится 0,5 моль хлорида натрия, равна...

Варианты ответов:

- 1) 0,5 2) 0,25 3) 0,1 4) 1

Задание № 8 – выберите один вариант ответа

Ионная сила раствора, в 1 литре которого содержится 0,05 моль хлорида кальция, равна...

Варианты ответов:

- 1) 0,05 2) 0,25 3) 0,15 4) 0,20

Задание № 9 – выберите один вариант ответа

Ионная сила раствора, в 1 литре которого содержится 0,05 моль сульфата калия, равна...

Варианты ответов:

- 1) 0,05 2) 0,25 3) 0,15 4) 0,20

Тема 4-5. Протеолитическое равновесие. Буферные системы

Контрольные вопросы по теме

1. Что называется ионным произведением воды?
2. Что такое рН? Почему можно ограничиться величиной рН в определении среды (в том числе и щелочной)?
3. Какие вещества являются индикаторами? Что является интервалом перехода индикатора?
4. Объясните механизм действия индикатора, представляющего собой слабое органическое основание.
5. Приведите примеры хромофорных, ауксохромных и антиауксохромных групп.
6. Свойства буферных растворов.
7. Дайте определение кислотам, основаниям и солям в соответствии с протеолитической теорией Бренстеда-Лоури.
8. Дайте определение кислотам и основаниям по теории Льюиса.

Тест по теме «Протеолитическое равновесие. Буферные растворы»

Задание № 1 – выберите один вариант ответа

Значение рН раствора, в 1 литре которого содержится 0,2 моль ацетата аммония и 0,2 моль уксусной кислоты (константа ионизации уксусной кислоты $K_a=1,74 \cdot 10^{-5}$), равно ...

Варианты ответов:

- 1) 9,24 2) 2,72
3) 5,44 4) 4,76

Задание № 2 – выберите один вариант ответа

Значение рН раствора, в 1 литре которого содержится 0,5 моль формиата калия и 0,5 моль муравьиной кислоты (константа ионизации муравьиной кислоты $K_a=1,8 \cdot 10^{-4}$), равно ...

Варианты ответов:

- 1) 3,74 2) 10,25
3) 8,56 4) 5,44

Задание № 3 – выберите один вариант ответа

Значение рОН раствора, в 1 литре которого содержится 0,1 моль ацетата калия и 0,1 моль уксусной кислоты (константа ионизации уксусной кислоты $K_a=1,74 \cdot 10^{-5}$), равно ...

Варианты ответов:

- 1) 9,24 2) 4,76 3) 5,44 4) 8,56

Задание № 4 – выберите один вариант ответа

Значение рОН раствора, в 1 литре которого содержится 0,5 моль формиата калия и 0,5 моль муравьиной кислоты (константа ионизации муравьиной кислоты $K_a=1,8 \cdot 10^{-4}$), равно ...

Варианты ответов:

- 1) 3,74 2) 10,26
3) 8,56 4) 5,44

Задание № 5 – выберите один вариант ответа

Значение рН раствора, в 1 литре которого содержится 0,5 моль хлорида аммония и 0,5 моль гидроксида аммония (константа ионизации гидроксида аммония $K_a=1,76 \cdot 10^{-5}$), равно ...

Варианты ответов:

- 1) 4,75 2) 10,25
3) 8,56 4) 9,25

Задание № 6 – выберите один вариант ответа

Значение рОН раствора, в 1 литре которого содержится 0,5 моль хлорида аммония и 0,5 моль гидроксида аммония (константа ионизации гидроксида аммония $K_a=1,76 \cdot 10^{-5}$), равно ...

Варианты ответов:

- 1) 8,56 2) 10,25
3) 4,75 4) 9,25

Задание № 7 – выберите один вариант ответа

Концентрация ионов водорода в растворе, в 1 литре которого содержится 0,5 моль ацетата натрия и 0,5 моль уксусной кислоты (константа ионизации уксусной кислоты $K_a=1,74 \cdot 10^{-5}$), равна ...

Варианты ответов:

- 1) $1,74 \cdot 10^{-3}$ 2) $1,74 \cdot 10^{-6}$
3) $1,74 \cdot 10^{-4}$ 4) $1,74 \cdot 10^{-5}$

Задание № 8 – выберите один вариант ответа

Концентрация гидроксил-ионов в растворе, в 1 литре которого содержится 0,5 моль ацетата натрия и 0,5 моль уксусной кислоты (константа ионизации уксусной кислоты $K_a=1,74 \cdot 10^{-5}$), равна ...

Варианты ответов:

- 1) $1,74 \cdot 10^{-9}$ 2) $5,74 \cdot 10^{-10}$ 3) $5,74 \cdot 10^{-14}$ 4) $1,74 \cdot 10^{-5}$

Задание № 9 – выберите два варианта ответа

Величина рН больше 7 для растворов, содержащих равное число моль веществ...

Варианты ответов:

- 1) гидрофосфата калия и фосфата калия
2) дигидрофосфата калия и ортофосфорной кислоты
3) гидроксида аммония и хлорида аммония

4) ацетата натрия и уксусной кислоты

Задание № 10 – выберите два варианта ответа

Величина рН меньше 7 для растворов, содержащих равное число моль веществ...

Варианты ответов:

- 1) гидрофосфата калия и фосфата калия
- 2) дигидрофосфата калия и ортофосфорной кислоты
- 3) гидроксида аммония и хлорида аммония
- 4) ацетата натрия и уксусной кислоты

Задание № 11 – выберите два варианта ответа

Буферным действием обладают смеси...

Варианты ответов:

- 1) разбавленная соляная кислота и хлорид натрия
- 2) уксусная кислота и ацетат натрия
- 3) бензойная кислоты и бензоат натрия
- 4) уксусная кислота и муравьиная кислота

Тема 6. Типы химических реакций. Реакции комплексообразования

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Третья аналитическая группа катионов»

1. Как можно растворить осадок сульфата бария?
2. Для чего переводят осадок сульфатов бария, стронция и кальция в карбонаты кипячением с раствором соды, и для чего необходимо тщательно промывать осадок и сливать маточный раствор?
3. Почему ионы бария отделяют от ионов стронция и кальция действием бихромата или хромата калия в уксуснокислой среде?
4. Для чего при осаждении катионов III аналитической группы групповым реактивом H_2SO_4 добавляют этиловый спирт или ацетон?

Тема 7. Окислительно-восстановительные реакции

Контрольные вопросы по теме

1. Двойной электрический слой? Механизм его возникновения.
2. Факторы, влияющие на величину электродного потенциала.
3. Стандартный электродный потенциал.
4. Окислительно-восстановительные реакции (ОВР). Дайте определение и перечислите основные типы ОВР.
5. Определение направления протекания ОВР.
6. Правило расстановки коэффициентов в методе электронно-ионного баланса.

Тема 8. Гетерогенные равновесия в аналитической химии

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Анализ смеси катионов первой, второй и третьей аналитических групп»

1. На чем основано отделение катионов II группы из смеси катионов первых трех аналитических групп?
2. Какие условия необходимо соблюдать при отделении катионов второй аналитической группы?
3. Какие условия необходимо соблюдать при отделении катионов третьей аналитической группы?
4. На что указывает растворение осадка, полученного при анализе катионов II аналитической группы, при добавлении к нему аммиака?
5. При добавлении к контрольной смеси раствора соляной кислоты выпал белый осадок, который отделили от раствора центрифугированием. К отдельной пробе раствора (после центрифугирования) прибавили реактив Несслера. Выпал белый осадок. Сделайте вывод из полученных наблюдений.

6. При добавлении к контрольной смеси соляной кислоты выпал белый аморфный осадок. Выпавший осадок отделили от раствора центрифугированием и обработали горячей водой. К промывным водам прибавили иодид калия. Цвет раствора при этом не изменился. На что указывают полученные наблюдения?

Тест по теме «Гетерогенные равновесия в аналитической химии»

Задание № 1 – выберите один вариант ответа

Концентрационное произведение растворимости хлорида свинца вычисляется по формуле ...

Варианты ответов:

- | | |
|---------------------------------------|--|
| 1) $PR = C_{Pb^{2+}} \cdot C_{Cl^-}$ | 2) $PR = C_{Pb^{2+}} \cdot 2C_{Cl^-}$ |
| 3) $PR = 2C_{Pb^{2+}} \cdot C_{Cl^-}$ | 4) $PR = C_{Pb^{2+}} \cdot C_{Cl^-}^2$ |

Задание № 2 – выберите один вариант ответа

Термодинамическое произведение растворимости хлорида серебра вычисляется по формуле ...

Варианты ответов:

- | | |
|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 1) $PR = a_{Ag^+} \cdot a_{Cl^-}$ | 2) $PR = 2a_{Ag^+} \cdot 2a_{Cl^-}$ |
| 3) $PR = a_{Ag^+}^2 \cdot a_{Cl^-}$ | 4) $PR = a_{Ag^+} \cdot a_{Cl^-}^2$ |

Задание № 3 – выберите один вариант ответа

По формуле $PR = C_{кат} \cdot C_{ан}^2$ вычисляется произведение растворимости малорастворимого соединения ... (Кат – катион, Ан – анион)

Варианты ответов:

- | | |
|---------------------------|----------------------------|
| 1) гидроксида железа (II) | 2) гидроксида железа (III) |
| 3) хромата серебра | 4) карбоната кальция |

Задание № 4 – выберите один вариант ответа

По формуле $PR = C_{кат}^2 \cdot C_{ан}$ вычисляется произведение растворимости малорастворимого соединения ... (Кат – катион, Ан – анион)

Варианты ответов:

- | | |
|---------------------------|----------------------------|
| 1) гидроксида железа (II) | 2) гидроксида железа (III) |
| 3) хромата серебра | 4) карбоната кальция |

Задание № 5 – выберите один вариант ответа

По формуле $PR = C_{кат}^2 \cdot C_{ан}$ вычисляется произведение растворимости малорастворимого соединения ... (Кат – катион, Ан – анион)

Варианты ответов:

- | | |
|--------------------|----------------------|
| 1) иодида серебра | 2) сульфида серебра |
| 3) сульфида кадмия | 4) карбоната кальция |

Задание № 6 – выберите один вариант ответа

Произведение растворимости хлорида свинца имеет вид...

Варианты ответов:

- | | |
|-------------------------------|------------------------------|
| 1) $[Pb^{2+}] \cdot [Cl^-]^2$ | 2) $[Pb^{2+}] \cdot [Cl^-]$ |
| 3) $[Pb^{2+}] \cdot [2Cl^-]$ | 4) $[2Pb^{2+}] \cdot [Cl^-]$ |

Задание № 7 – выберите один вариант ответа

Произведение растворимости хлорида ртути (I) имеет вид...

Варианты ответов:

- | | |
|------------------------------|---------------------------------|
| 1) $[Hg^{2+}] \cdot [Cl^-]$ | 2) $[Hg^{2+}]^2 \cdot [Cl^-]^2$ |
| 3) $[Hg^{2+}] \cdot [2Cl^-]$ | 4) $[2Hg^{2+}] \cdot [Cl^-]$ |

Задание № 8 – выберите один вариант ответа

Произведение растворимости хромата серебра имеет вид...

Варианты ответов:

- | | |
|----------------------------------|----------------------------------|
| 1) $[Ag^+] \cdot [CrO_4^{2-}]^2$ | 2) $[Ag^+]^2 \cdot [CrO_4^{2-}]$ |
| 3) $[2Ag^+] \cdot [CrO_4^{2-}]$ | 4) $[Ag^+] \cdot [2CrO_4^{2-}]$ |

Задание № 9 – выберите один вариант ответа

Соотношение $[Ag^+] \cdot [Cl^-] = PR_{AgCl}$ соответствует ...

Варианты ответов:

1) ненасыщенному раствору 2) пересыщенному раствору

3) насыщенному раствору

Задание № 10 – выберите один вариант ответа

Осадок хлорида серебра образуется при условии, если ...

Варианты ответов:

1) $[Ag^+] \cdot [Cl^-] = \text{ПР}_{a,AgCl}$

2) $[Ag^+] \cdot [Cl^-] < \text{ПР}_{a,AgCl}$

3) $[Ag^+] \cdot [Cl^-] > \text{ПР}_{a,AgCl}$

Задание № 11 – выберите один вариант ответа

Произведение растворимости гидроксида бария имеет вид ...

Варианты ответов:

1) $[Ba^{2+}] \cdot [OH^-]$

2) $[Ba^{2+}]^2 \cdot [OH^-]^2$

3) $[Ba^{2+}] \cdot [2OH^-]$

4) $[Ba^{2+}] \cdot [OH^-]^2$

Задание № 12 – выберите один вариант ответа

Наиболее растворимо соединение, произведение растворимости которого равно ...

Варианты ответов:

1) 10^{-10}

2) 10^{-28}

3) 10^{-9}

4) 10^{-21}

Задание № 13 – выберите два варианта ответа

Растворимость карбоната бария возрастет при добавлении к раствору ...

Варианты ответов:

1) K_2CO_3

2) KCl

3) $NaNO_3$

4) $BaCl_2$

Тема 9: Методы количественного анализа

Контрольные вопросы по теме

1. Химические методы. Аналитический сигнал для каждого метода
2. Физико-химические методы. Аналитический сигнал для каждого метода.
3. Виды ошибок, возникающих в ходе анализа. Способы их устранения.

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Введение в количественный анализ.

Определение кристаллизационной воды в $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ »

1. Какой метод анализа называется гравиметрическим?
2. Какие вещества называются кристаллогидратами?
3. Что такое кристаллизационная вода?
4. Какая вода называется гигроскопической? От чего зависит содержание гигроскопической воды в веществе?
5. Что влияет на выбор температуры при определении кристаллизационной воды в кристаллогидратах?
6. Что является показателем влажности продукта?

Тема 10: Гравиметрический анализ

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Определение содержания бария в кристаллогидрате хлорида бария»

1. В чем заключается суть весовых определений: а) по методу осаждения; б) методу удаления определяемой составной части?
2. Что такое осаждаемая форма? Что такое весовая форма? Какие требования предъявляются к ним в весовом анализе?
3. Какое значение оказывает величина произведения растворимости на выбор осаждаемой формы? Какие меры принимают для уменьшения потерь вещества вследствие растворимости?
4. Какую цель преследуют, употребляя при осаждении избыток осадителя? Почему нельзя брать слишком большого избытка его?
5. Как проводится промывание осадков декантацией? В чем преимущество этого способа

промывания осадков?

6. Что происходит с $BaSO_4$ при озолении фильтра и при дальнейшем прокаливании осадка?
7. Какую цель преследуют при прокаливании до постоянного веса пустого тигля и тигля с осадком?
8. Что такое фактор пересчета? Что он показывает?

Тема 11: Титриметрический анализ

Контрольные вопросы по теме

1. Титриметрический анализ. Сущность метода.
2. Основные понятия (аликвота, навеска, титрант, точка эквивалентности, индикатор, кривая титрования).
3. Требования к реакциям, применяемым в титриметрии.
4. Способы фиксирования точки эквивалентности
5. Исходные (стандартные) вещества и требования к ним.

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Определение содержания щелочей в растворах»

1. Приготовление раствора из навески.
2. Приготовление раствора кислоты из более концентрированных растворов.
3. Рабочий раствор, стандартный раствор, стандартизированный раствор
4. Стандартизация раствора соляной кислоты по тетраборату натрия.

Тема 12: Кислотно-основное титрование

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Определение содержания щелочей в растворах»

1. В чем состоит сущность метода нейтрализации?
2. Химическая реакция лежащая в основе метода нейтрализации?
3. Что такое стандартный или титрованный раствор?
4. Какие рабочие растворы готовят при использовании метода нейтрализации?
5. Какие установочные вещества применяют при стандартизации рабочих растворов в методе нейтрализации?
6. Почему эквивалентная масса тетрабората натрия равна половине его молекулярного веса ($E_b = M_b/2$)?
7. Назовите недостатки способа Уордера.

Тема 13: Осадительное титрование. Комплексометрические методы

Контрольные вопросы по теме

1. На чем основан метод осаждения.
2. Требования к реакции осаждения, чтобы ее можно было использовать для количественного определения.
3. Метод Мора, его сущность, достоинства и недостатки.
4. Метод Фольгарда, его сущность, достоинства и недостатки.
5. Индикаторы, применяемые по методу Мора и методу Фольгарда.
6. Прямое и обратное титрование.

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Аргентометрия»

1. Методы аргентометрии, применяемые в количественном анализе.
2. Какие реакции используют в методах осаждения?
3. Рабочие растворы, применяемые в методах осаждения.?
4. Индикаторы, применяемые в методах осаждения?
5. Почему при титровании раствора хлорида натрия раствором нитрата серебра в присутствии K_2CrO_4 осадок $AgCl$ выпадает раньше, чем Ag_2CrO_4 ?
6. Почему метод Мора применим только в нейтральной или слабощелочной среде?
7. Сущность прямого и обратного титрования. Соотношения между эквивалентами веществ и

объемами.

Тема 14: Окислительно-восстановительное титрование

Контрольные вопросы по теме

1. Требования к ОВР, чтобы их можно было использовать в количественном анализе.
2. Фактор эквивалентности в ОВР.
3. Индикаторы, применяемые при окислительно-восстановительном титровании.
4. Виды окислительно-восстановительного титрования (прямое, обратное, заместительное).

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Перманганатометрия»

1. Какая реакция лежит в основе метода перманганатометрии?
2. Какие вещества можно определять перманганатометрическим методом?
3. Почему точный раствор перманганата калия нельзя приготовить прямо из навески?
4. Назовите рабочий раствор перманганатометрии. В какой среде чаще всего проводятся перманганатометрические определения и почему?
5. Почему в перманганатометрии возможно титрование без специального индикатора?
6. Назовите исходные вещества, которые используются для определения точной концентрации раствора $KMnO_4$.
7. Почему в некоторых перманганатометрических определениях производят титрование горячих растворов?
8. Какое вещество является катализатором в перманганатометрии?
9. Напишите уравнение реакции, происходящей при титровании щавелевой кислоты перманганатом калия.
10. Почему определение железа перманганатометрически ведут в холодном растворе?

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Йодометрия»

1. Что представляет собой метод йодометрии, и какие реакции лежат в его основе?
2. Назовите рабочий раствор для йодометрического определения окислителей.
3. Назовите исходное вещество для определения титра тиосульфата натрия.
4. Какой способ титрования применяется для определения окислителей йодометрически?
5. Напишите уравнение реакции взаимодействия бихромата калия с иодидом калия.
6. Напишите уравнение реакции, которая протекает при титровании тиосульфатом натрия раствора йода.
7. Какое вещество применяется в качестве индикатора в йодометрии и на чем основано его применение?
8. Назовите рабочий раствор для определения восстановителей методом йодометрии.
9. В какой среде проводят титрование йода и как достигается нужная среда?
10. Перечислите условия, соблюдение которых обязательно при йодометрическом титровании.

Тема 15: Инструментальные методы

Контрольные вопросы по теме

1. Инструментальные методы анализа. Общая характеристика методов анализа, их классификация, достоинства и недостатки.
2. Оптические методы анализа. Общий принцип метода.
3. Классификация оптических методов анализа.
4. Основные законы поглощения и излучения. Причины несоблюдения законов. Точность измерения. Выбор оптимальных условий.

Контрольные вопросы к лабораторной работе «Фотоколориметрия»

1. Сформулируйте закон Бугера–Ламберта–Бера.
2. Что называют коэффициентом светопропускания и оптической плотностью?
3. Что означает свойство аддитивности оптической плотности.
4. Какие факторы могут привести к нарушению линейной зависимости оптической плотности от

концентрации раствора?

5. Каков физический смысл молярного коэффициента светопоглощения?

6. В чем сущность метода градуировочного (калибровочного) графика и каковы его особенности?

7. Для чего в фотоколориметрах используют светофильтры? Как правильно выбирается светофильтр?

3.2. Задания для оценивания результатов обучения в виде умений (У) и навыков (владений) (В)

Практические задания

Раздел 1. Общие теоретические основы аналитической химии. Качественный анализ

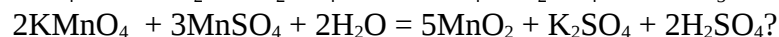
1. Рассчитайте концентрацию водородных ионов и pH 0,1 н. раствор NH_4OH .
2. Рассчитайте растворимость хромата бария в воде.
3. Рассчитайте концентрацию водородных ионов и pH раствора муравьиной кислоты, в 50 см^3 которого содержится 2,30 г HCOOH .
4. Рассчитайте концентрацию водородных ионов и pH 0,1 н. раствор HCl , степень диссоциации которого равна 91%.
5. Рассчитайте концентрацию водородных ионов и pH 0,1 н. раствор гидроксида натрия, степень диссоциации которого 84%; раствора.
6. Рассчитайте концентрацию водородных ионов и pH 0,1 н. раствора, полученного растворением 1,64 г CH_3COONa в 100 см^3 0,2 н. раствора CH_3COOH .
7. Составьте уравнение окислительно-восстановительной реакции методом электронно-ионного баланса. Укажите окислитель и восстановитель, направление перехода электронов. Запишите величины нормальных потенциалов соответствующих окислительно-восстановительных пар: $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 + \text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{O} \text{ ®}$
8. Рассчитайте концентрацию водородных ионов и pH водных раствора муравьиной кислоты 0,46% концентрации ($\rho=1 \text{ г/см}^3$).
9. Определите концентрацию водородных ионов и pH аммонийного буферного раствора указанного состава: 1 М $\text{NH}_4\text{OH} + 0,1 \text{ М } \text{NH}_4\text{NO}_3$.
10. Рассчитайте произведение растворимости хлорида серебра, если его растворимость при 20°C равна $0,0016 \text{ г/дм}^3$.
11. Растворимость карбоната кальция при некоторой температуре составляет $6,9 \cdot 10^{-5}$ моль/л. Определить произведение растворимости этой соли.
12. Вычислите растворимость сульфата бария, сульфата кальция и сульфата стронция в 1 литре воды
- 13.

Раздел 2. Количественный анализ

1. Вычислите содержание гигроскопичной воды в поваренной соли по следующим данным:
вес бюкса пустого $6,1282 \text{ г}$;
с навеской $6,7698 \text{ г}$;
после высушивания..... $6,7505 \text{ г}$.
2. Вычислите титр 0,1096 н. раствора HCl .
3. Вычислите молярную концентрацию эквивалента, если $T_{\text{HCl}} = 0,03650 \text{ г/мл}$.
4. Титр гидроксида натрия равен $0,0040 \text{ г/мл}$. Вычислите титр NaOH по HCl .
5. На титрование 25 мл гидроксида калия пошло 23,25 мл раствора соляной кислоты, титр которого равен $0,007352$. Вычислите нормальность раствора KOH .
6. Сколько граммов щавелевой кислоты содержалось в растворе объемом 250 мл, если на титрование 10,00 мл его израсходовано 12,50 мл 0,15 н. раствора NaOH ?
7. Какова нормальная концентрация раствора HCl , если 1,00 мл ее нейтрализует $0,0265 \text{ г}$ соды до NaHCO_3 ?
8. Вычислите молярность и нормальность раствора серной кислоты плотностью $1,2 \text{ г/см}^3$.
9. Сколько нужно взять раствора NaOH плотностью $1,35 \text{ г/см}^3$, чтобы получить 4 л 0,5 н. раствора.
10. Вычислите массу тетрабората натрия, необходимую для приготовления 500 мл 0,1 н. раствора.
11. Сколько граммов перманганата калия нужно взять, чтобы приготовить 1,5 дм³ приблизительно 0,05 н. раствора (для перманганатометрических определений в кислой среде)?
12. Из навески технической $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ массой 1,7 г приготовили раствор объемом 200 мл. На

титрование 20,00 мл полученного раствора израсходовали раствор KMnO_4 объемом 16,2 мл с титром по железу 0,005800 г/мл. Вычислите содержание щавелевой кислоты в образце (в %).

13. Чему равны эквивалентные массы окислителей и восстановителей в следующих реакциях:



14. Навеску перманганата калия в 1,8750 г растворили и довели объем раствора водой до 500 мл. Вычислите нормальную концентрацию раствора для реакции: а) в кислой среде; б) в щелочной среде.

15. Напишите уравнение реакции между сульфатом меди (II) и KI.

16. Вычислить фактор пересчета в соответствии с вариантом и предложить методику проведения анализа

№ варианта	Определяемое вещество	Весовая форма	№ варианта	Определяемое вещество	Весовая форма
1	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	BaSO_4	5	Pb_3O_4	PbSO_4
2	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	CaO	6	K_2O	K_2PtCl_6
3	FeSO_4	Fe_2O_3	7	Ag_2O	AgCl
4	H_3PO_4	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$	8	MgO	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$

4. Перечень вопросов к промежуточной аттестации

1. Структура современной аналитической химии. Основные понятия.
2. Метод и методика анализа. Характеристика химических и физико-химических методов анализа. Достоинства и недостатки методов.
3. Аналитические реакции и требования, применяемые к ним. Аналитические реагенты и реактивы. Систематический и дробный анализ.
4. Аналитический сигнал. Идентификация индивидуального вещества и анализ смеси веществ. Методы разделения и концентрирования.
5. Кислотно-основная классификация катионов и анионов.
6. Первая аналитическая группа катионов. Частные реакции. Систематический ход анализа.
7. Вторая аналитическая группа катионов. Действие группового реагента.
8. Разделение смеси катионов второй аналитической группы.
9. Третья аналитическая группа. Частные реакции. Групповой реагент.
10. Разделение смеси катионов третьей аналитической группы.
11. Закон действующих масс в аналитической химии. Границы его применимости.
12. Химическое равновесие. Константа химического равновесия (истинная, термодинамическая, концентрационная). Условная константа химического равновесия.
13. Состояние сильных электролитов. Молярная концентрация и активность, коэффициент активности
14. Ионная сила раствора. Влияние ионной силы на коэффициент активности ионов.
15. Применение кислотно-основных реакций в аналитической химии. Кислоты и основания с точки зрения теории электролитической диссоциации и с позиции теории Бренстена и Лоури.
16. Сильные и слабые электролиты. Степень и константа диссоциации. Смещение ионных равновесий.
17. Водородный показатель среды. Константа ионизации воды. Ионное произведение воды. Влияние pH на протекание аналитических реакций.
18. Буферные системы. Механизм буферного действия. Применение буферных систем в химическом анализе. Буферная емкость.
19. Основные типы, используемых химических реакций: кислотно-основные, окислительно-восстановительные, комплексообразования, осаждения.
20. Общая характеристика комплексных соединений. Комплексоны.
21. Равновесия в растворах комплексных соединений. Константы устойчивости и нестойкости комплексных соединений. Условные константы устойчивости.

22. Влияние различных факторов на процесс комплексообразования
23. Окисление-восстановление как один из основных методов химического анализа. Окислители и восстановители, применяемые в аналитической химии.
24. Окислительно-восстановительные потенциалы. Нормальные окислительно-восстановительные потенциалы. Таблица нормальных окислительно-восстановительных потенциалов и выводы из нее. Зависимость между величинами окислительно-восстановительных потенциалов и условия, в которых протекает реакция окисления-восстановления.
25. Окислительно-восстановительные реакции в аналитической химии. Окислительно-восстановительные потенциалы. Направление протекания окислительно-восстановительных реакций. Уравнение Нернста.
26. Гетерогенное равновесие. Растворимость. Произведение растворимости.
27. Условия образования осадка. Факторы, влияющие на образование осадка. Солевой эффект. Влияние одноименных ионов на растворение осадка.
28. Механизм образования осадка и условия осаждения.
29. Количественный анализ. Классификация методов количественного анализа. Требования, предъявляемые к реакциям в количественном анализе.
30. Источники ошибок количественного анализа. Правильность и воспроизводимость результатов количественного анализа.
31. Классификация ошибок количественного анализа. Систематическая ошибка, ее источники.
32. Сущность гравиметрического метода анализа. Весовая и гравиметрическая форма. Требования, предъявляемые к ним. Факторы, влияющие на образование осадков и весовых форм.
33. Основные операции гравиметрического анализа. Теоретическое обоснование оптимальных условий для весового определения вещества.
34. Виды загрязнений осадков. Учет потерь при осаждении и промывании.
35. Требования к реакциям, применяемым в титриметрическом методе анализа. Точка эквивалентности и способы ее фиксирования.
36. Классификация методов титриметрического анализа по типу химических реакций и способу титрования.
37. Стандартные и рабочие растворы. Требования, предъявляемые к ним. Навеска, взятие навески. Приготовление стандартного раствора.
38. Кисотно-основные индикаторы. Функция кислотности. Ионно-хромовая теория индикаторов. Принцип выбора индикатора.
39. Кислотно-основное титрование. Рабочие растворы и стандартные. Способы фиксирования конечной точки титрования.
40. Кривые титрования по методу нейтрализации. Скачок титрования и факторы на него влияющие.
41. Метод осаждения. Общая характеристика. Сущность метода, требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования. Титрант, установочные вещества.
42. Способы фиксирования точки эквивалентности в методе осадительного титрования. Индикаторы (осадительные, металлохромные, адсорбционные). Индикаторы. Практическое применение.
43. Метод Мора и метод Фольгарда. Характеристика. Применение. Достоинства и недостатки.
44. Перманганатометрия. Уравнения реакции. Титрант, установочные вещества. Способ фиксирования точки эквивалентности. Практическое применение.
45. Йодометрия. Уравнения реакции. Титрант, установочные вещества. Индикаторы. Практическое применение.
46. Бихроматометрия. Уравнения реакции. Титрант, установочные вещества. Индикаторы. Практическое применение.
47. Инструментальные методы анализа. Общая характеристика методов анализа, их классификация, достоинства и недостатки.
48. Оптические методы анализа. Общий принцип метода. Классификация оптических методов анализа. Молекулярный спектральный анализ в ультрафиолетовой и видимой области спектра.

49. Методы адсорбционного анализа (колориметрия, фотоколориметрия, количественный фотометрический анализ).

50. Фотометрический анализ. Общая характеристика метода. Основные законы поглощения и излучения. Причины несоблюдения законов. Точность измерения. Выбор оптимальных условий.

5. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций

По дисциплине предусмотрены следующие формы контроля качества подготовки:

- текущий (осуществление контроля за всеми видами аудиторной и внеаудиторной деятельности обучающегося с целью получения первичной информации о ходе усвоения отдельных элементов содержания дисциплины);

- промежуточный (оценивается уровень и качество подготовки по конкретным разделам дисциплины).

- контроль самостоятельной работы студента.

Результаты текущего и промежуточного контроля качества выполнения студентом запланированных видов деятельности по усвоению учебной дисциплины являются показателем качества работы обучающегося за время изучения дисциплины.

Итоговый контроль проводится в форме промежуточной аттестации – экзамена.

Текущий контроль успеваемости предусматривает оценивание хода освоения дисциплины, промежуточная аттестация обучающихся – оценивание результатов обучения по дисциплине, в том числе посредством испытания в форме экзамена.

Оценивание знаний, умений и навыков по учебной дисциплине «Аналитическая химия и ФХМА» осуществляется посредством использования следующих видов оценочных средств:

- устные опросы;
- индивидуальные устные опросы по разделам (моделям) дисциплины (промежуточный контроль знаний);
- решение заданий в тестовой форме;
- выполнение практических заданий;
- выполнение лабораторных работ;
- зачет;
- экзамен.

Опросы

Устные опросы проводятся во время практических занятий и при проведении промежуточного контроля знаний по разделам (модулям) дисциплины.

Вопросы опроса, проводимого во время практических занятий, не должны выходить за рамки объявленной для данного занятия темы. Устные опросы необходимо строить так, чтобы вовлечь в тему обсуждения максимальное количество обучающихся в группе, проводить параллели с уже пройденным учебным материалом данной дисциплины и смежными курсами, находить удачные примеры из современной действительности, что увеличивает эффективность усвоения материала на ассоциациях. Основные вопросы для устного опроса доводятся до сведения студентов на предыдущем практическом занятии.

Индивидуальные устные блиц-опросы (по форме «вопрос-ответ») по разделам (модулям) дисциплины проводятся с целью определения степени усвоения теоретического материала и понятийного аппарата по всему разделу (модулю) дисциплины. Примерный перечень вопросов для индивидуального устного блиц-опроса представлены в рабочей программе дисциплины и доводятся до сведения студентов до начала курса.

При оценке опросов анализу подлежит точность формулировок, связность изложения материала, обоснованность суждений, опора на методические материалы.

Решение заданий в тестовой форме

Проводится периодически в течение изучения дисциплины. Каждому студенту отводится на тестирование по 1 минуте на каждое задание. Оценка результатов тестирования производится преподавателем, результат выдается немедленно по окончании теста, преподаватель комментирует правильные ответы. До окончания теста студент может еще раз просмотреть все свои ответы на задания и при необходимости внести коррективы. При прохождении тестирования пользоваться конспектами лекций, учебниками, и иными материалами не разрешено.

Выполнение практических заданий

Выполнение практических заданий осуществляется на лабораторных занятиях по предложенным преподавателям условиям. Задания выполняются индивидуально, при этом не запрещается обсуждение хода выполнения задания и результатов обучающимися.

Выполнение и защита лабораторных работ

Лабораторные работы проводятся в рамках тем (разделов), наиболее значимых в формировании практических (профессиональных) компетенций. Они выполняются индивидуально каждым обучающимся на основе разработанных методических указаний с использованием специального оборудования, аппаратуры и химических реактивов. На каждую лабораторную работу выделяется определенное количество часов, прописанное в рабочей программе дисциплины, в пределах которого обучающийся обязан ее выполнить. Лабораторные работы являются средством применения и реализации полученных обучающимся теоретических знаний, умений и навыков в ходе выполнения учебно-практической исследовательской задачи, связанной с получением конкретного значимого результата с помощью реальных средств деятельности. При выполнении лабораторных работ выявляются способности обучающегося получать новые знания в процессе практической деятельности, обобщать, систематизировать и фиксировать их.

Защита лабораторной работы проводится индивидуально каждым обучающимся после ее выполнения на основе письменного отчета при условии полного соблюдения требований к его оформлению. Защита работы проводится в виде опроса, который позволяет оценить умение и владение обучающегося излагать суть поставленной задачи, самостоятельно применять стандартные методы решения поставленной задачи с использованием имеющейся лабораторной базы, проводить анализ полученного результата работы.

Зачет

Промежуточная аттестация по дисциплине завершает изучение курса и проходит в виде зачета. Зачет проводится согласно расписанию зачетно-экзаменационной сессии. До зачета не допускаются студенты, не выполнившие лабораторные работы и не защитившие их, а также не представившие отчеты по выполненным лабораторным работам. Зачет может быть выставлен автоматически по результатам текущего и промежуточного контроля знаний и достижений, продемонстрированных студентом на лабораторных занятиях, при условии успешного выполнения всех требований, предъявляемым к освоению данной дисциплины. Фамилии студентов, получивших зачет автоматически, объявляются в день проведения зачета до начала промежуточной аттестации.

Оценка знаний обучающегося носит комплексный характер и определяется его:

- ответом на зачете;
- оценкой самостоятельной работы;
- оценками, полученными обучающимися по итогам лабораторных занятий, решением тестовых заданий, опросов и т.д.

Основой для определения оценки служит уровень усвоения обучающимися материала, предусмотренного рабочей программой.

Экзамен

Промежуточная аттестация по дисциплине завершает изучение курса и проходит в виде экзамена. Экзамен проводится согласно расписанию зачетно-экзаменационной сессии. До экзамена не допускаются студенты, не сдавшие хотя бы одну из текущих аттестаций (индивидуальный устный блиц-опрос по разделу дисциплины). Экзамен может быть выставлен автоматически по результатам текущего и промежуточного контроля знаний и достижений, продемонстрированных студентом на практических занятиях, при условии успешного выполнения самостоятельной работы. Фамилии студентов, получивших экзамен автоматически, объявляются в день проведения экзамена до начала промежуточной аттестации.

До начала экзамена все студенты группы размещаются в аудитории по одному человеку за столом. Экзамен принимает лектор. Время подготовки ответа при сдаче экзамена в устной форме должно составлять не менее 30 минут (по желанию обучающегося ответ может быть досрочным). Время ответа – не более 15 минут.

Проведение экзамена состоит из двух этапов:

1. Ответ на теоретические вопросы билета.
2. Ответ на дополнительные вопросы преподавателя по курсу дисциплины.

По итогам всех этапов и результатам текущей успеваемости выставляется итоговая отметка.

Преподаватель вправе повысить получившееся значение, основываясь на результатах текущей успеваемости студента и его работы на практических занятиях. Таким образом, оценка знаний студента на экзамене носит комплексный характер и определяется его:

- ответом на экзамене;
- оценкой самостоятельной работы;
- оценками, полученными обучающимися по итогам практических занятий, решением тестовых заданий, опросов и т.д.

Основой для определения оценки служит уровень усвоения обучающимися материала, предусмотренного рабочей программой. Результаты прохождения экзамена объявляются всей группе.

В случае неудовлетворительного результата испытания назначается день и время повторного (по графику ликвидации задолженностей). Присутствие посторонних лиц в ходе проведения аттестационных испытаний без разрешения ректора или проректора не допускается (за исключением работников университета, выполняющих контролирующие функции в соответствии со своими должностными обязанностями). В случае отсутствия ведущего преподавателя аттестационные испытания проводятся преподавателем, назначенным письменным распоряжением декана факультета.

Инвалиды и лица с ограниченными возможностями здоровья, допускаются на аттестационные испытания в сопровождении ассистентов-сопровождающих.

Камчатский государственный технический университет

Кафедра «Экология и природопользование»

Саушкина Л.Н.

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Лабораторный практикум для обучающихся
очной и заочной форм обучения

Петропавловск-Камчатский

2021

Рецензент:

Чмыхалова В.Б.

К.б.н., доцент, зав.кафедрой ТПП

ФГБОУ ВО «КамчатГТУ»

Саушкина Л.Н.

Аналитическая химия. Лабораторный практикум. –
Петропавловск-Камчатский: КамчатГТУ, 2021. – 119 с.

Лабораторный практикум составлен в соответствии с требованиями к освоению основных образовательных программ подготовки бакалавров федеральных образовательных стандартов высшего образования. Содержит лабораторные работы, способствующие формированию у обучающихся общепрофессиональных компетенций.

Лабораторный практикум рассмотрен и утвержден на заседании учебно-методического совета КамчатГТУ (протокол № 4 от 01.12.2021 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ЧАСТЬ I. ЧАСТНЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ И АНАЛИЗ ИХ СМЕСЕЙ.....	18
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 Первая аналитическая группа катионов.....	18
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 Вторая аналитическая группа катионов.....	26
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 Третья аналитическая группа катионов.....	33
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4, 5 Анализ смеси катионов первой, второй и третьей аналитической групп (учебная и контрольная задача).....	40
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6, 7 Четвертая аналитическая группа катионов.....	49
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8 Пятая аналитическая группа катионов.....	64
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9 Шестая аналитическая группа катионов.....	76
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10, 11 Анализ смеси катионов четвертой, пятой и шестой аналитической групп (учебная и контрольная задачи).....	86
ЧАСТЬ II. ЧАСТНЫЕ РЕАКЦИИ АНИОНОВ И АНАЛИЗ ИХ СМЕСЕЙ.....	92
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 12 Первая аналитическая группа анионов.....	92
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 13 Анионы второй и третьей аналитических групп.....	101
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 14, 15 Анализ смеси анионов первой, второй и третьей аналитических групп (учебная и контрольная задачи).....	113
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	117
ЛИТЕРАТУРА.....	119

ВВЕДЕНИЕ

Аналитическая химия – прикладная наука, включающая совокупность химических, физико-химических и физических методов, направленных на определение качественного и количественного состава вещества. Исторически название дисциплины обусловлено тем, что вначале для этих целей использовались исключительно химические методы, которые сейчас объединяются в понятие «химический анализ».

Предлагаемое учебное пособие по курсу качественного химического полумикроанализа предназначено для студентов технологического факультета. Сборник состоит из двух частей. В первую часть включены лабораторные работы, охватывающие качественные реакции катионов, во вторую – качественные реакции анионов.

Изучение качественного анализа предусмотрено рабочими программами в составе дисциплин «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа», «Аналитическая химия». Необходимость изучения качественных реакций обусловлена тем, что качественный анализ всегда предшествует количественному анализу. Зачастую уже на фазе качественного анализа можно сделать выводы о пригодности сырья для производства пищевого продукта, об экологическом состоянии окружающей среды. По результатам качественного анализа разрабатывается схема количественного анализа.

Методы химического анализа позволяют установить содержание элементов в органах животных и растений, в различных компонентах природной среды. Известно, что органы концентрируют химические элементы по-разному. Установлено, что никель накапливается в поджелудочной железе, кобальт – в селезенке, молибден – в белом веществе мозга, кадмий – в почках, барий – в сетчатке глаза, бор – в жировых тканях, хром – в гипофизе и т.д. Диспропорция в концентрациях микроэлементов в пищевых продуктах может приводить к необратимым изменениям в организме. Поэтому контроль содержания указанных элементов в сырье пищевой промыш-

ленности представляет собой актуальную задачу. Овладение студентами навыками проведения качественных реакций позволяет в дальнейшем легче усвоить элементы количественного анализа, и осознанно подойти к изучению профессиональных дисциплин, без знаний которых не состоится становление специалиста.

Требования к аналитическим реакциям. Дробный и систематический анализ. Классификации катионов и анионов

В химическом анализе находят применение только такие реакции, которые сопровождаются какими-либо хорошо заметными для наблюдения внешними эффектами: выпадением или растворением осадка, выделением газов, обладающих характерным запахом или цветом, изменением окраски растворов (в количественном анализе с этой целью часто используют индикаторы) и т.п.

Важным условием проведения аналитических реакций является достаточно большая концентрация определяемого иона в растворе. Так, вещество может выпадать в осадок только в том случае, когда оно образуется в растворе в концентрации, превышающей его растворимость в данных условиях, окрашенное соединение также может быть обнаружено лишь при достаточной интенсивности окраски раствора, связанной с его концентрацией и т.д. Количественно чувствительность реакции характеризуют двумя показателями: открываемым минимумом и предельным разбавлением.

Открываемый минимум – это наименьшее количество вещества, которое может быть обнаружено с помощью данной реакции в определенных условиях. Так как это количество очень мало, его выражают в микрограммах (мкг), $1 \text{ мкг} = 10^{-6} \text{ г}$.

Предельное разбавление (или минимальная концентрация) – наименьшая концентрация вещества, при которой оно с помощью данной реакции может быть обнаружено. Предельное разбавление выражают отношением $1/g$, где g – весовое количество растворителя, приходящееся на одну весовую часть определяемого вещества или иона. Между открываемым минимумом и предельным разбавлением существует соотношение:

$$m = 1/g \cdot V \cdot 10^6$$

где m – открываемый минимум (мкг), V – объем, взятый для проведения реакции (обычно 1 капля, т.е. $\approx 0,02$ мл). Так, при определении меди с помощью реакции с ферроцианидом калия открываемый минимум и предельное разбавление соответственно равны 0,02 и 1:2 500 000.

Наряду с чувствительностью реакций большое значение для анализа имеет их **специфичность**. Специфической реакцией (реактивом) на данный ион называется реакция (реактив), позволяющая обнаружить его в смеси с другими ионами. Например, ферроцианид калия $K_4[Fe(CN)_6]$ является специфическим реактивом железа (III), с которым он образует с темно-синий осадок берлинской лазури $Fe_4[Fe(CN)_6]$; гексацианоферрат (III) калия $K_3[Fe(CN)_6]$ является специфическим реактивом на железо (II), реагируя с которым он образует синий осадок турнбулевой сини состава $Fe_3[Fe(CN)_6]_2$; реактив Несслера является специфическим реактивом на ион аммония, образуя с ним красно-бурый осадок.

Специфических реакций (реактивов) известно, однако, не так много, чаще приходится иметь дело с реакциями, дающими сходный эффект с несколькими, а иногда и многими ионами. Реакции, дающие сходный эффект лишь с ограниченным числом ионов, называются **избирательными**. Селективность реакции тем выше, чем меньше число ионов, с которыми она дает эффект.

Реактивы, реагирующие с целой группой ионов, называют **групповыми реактивами**.

Применяя специфические реакции, можно обнаруживать соответствующие ионы так называемым **дробным методом**, т.е. непосредственно в отдельных порциях исследуемого раствора, не обращая внимания на то, какие другие ионы содержатся в нем; при этом мне имеет значения порядок обнаружения отдельных ионов. Для проведения дробного анализа требуются специфически или избирательно действующие реагенты, однако их число, как уже отмечалось выше, сравнительно невелико. Поэтому дробное открытие ионов обычно проводят в две стадии: сначала путем подходящих реакций выделяют определяемый ион или же маскируют ионы, мешающие его открытию, а затем с помощью характерной реакции убеждаются в присутствии определяемого иона и приблизительно оценивают его количество (очень много, много, мало, следы). Достоинством дробного анализа является быстрота его выполнения.

Особенно большое значение дробный анализ имеет при определении ограниченного числа ионов, содержащихся в смеси, состав которой приблизительно известен. В этом случае требуется лишь установить наличие или отсутствие в ней определенных компонентов. Дробные реакции легко воспроизводимы, их можно повторять несколько раз.

Когда достаточно специфические реакции отсутствуют и нельзя повысить их специфичность каким-либо способом, обнаружение соответствующих ионов дробным методом невозможно. Для таких случаев приходится разрабатывать определенную последовательность реакций разделения и обнаружения ионов, представляющую **систематический ход анализа**. Отсюда следует, что при систематическом анализе нельзя проводить реакции на отдельные ионы в произвольной последовательности. Их нужно комбинировать таким образом, чтобы к тому времени, когда приступают к открытию какого-либо иона, все мешающие ионы были бы удалены.

Последовательность реакций, удовлетворяющих этому требованию, сводится к тому, что катионы отделяются не по одному, а целыми группами. Применение групповых реагентов в осаждении элементов целыми группами имеет большое значение. Прежде всего, сложная задача анализа катионов или анионов распадается на ряд более простых задач. Кроме того, если какая-нибудь группа катионов или анионов отсутствует, то групповой реагент укажет на это.

Имеется ряд классификаций ионов для систематического анализа. Наибольшее распространение нашли **сульфидная и кислотно-основная**.

В основе сульфидной системы качественного анализа лежит растворимость сульфидов, хлоридов и карбонатов. На основании различной их растворимости катионы делятся на пять аналитических групп.

К первой аналитической группе относятся катионы Na^+ , K^+ , Mg^+ , NH_4^+ . Она не имеет группового реагента. Каждый катион этой группы открывается своими специфическими или частными реакциями, проводимыми в определенной последовательности.

Вторая аналитическая группа включает катионы Ca^{2+} , Ba^{2+} и Sr^{2+} . Они осаждаются общим групповым реагентом - карбонатом аммония $(NH_4)_2CO_3$ в аммиачном буферном растворе в виде нерас-

творимых в воде карбонатов $MeCO_3$ (карбонат магния в этих условиях осадка не образует). Катионы второй аналитической группы не осаждаются сероводородом.

Третья группа катионов включает Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} и др. Они осаждаются из нейтральных или щелочных растворов (рН = 7–9) в виде нерастворимых в воде сульфидов и гидроксидов общим групповым реагентом - сульфидом аммония $(NH_4)_2S$. Осадки растворимы в растворах сильных кислот. Катионы третьей аналитической группы не осаждаются сероводородом из кислых растворов.

К четвертой группе относятся катионы Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , и др. Все катионы четвертой группы осаждаются сероводородом в кислой среде при рН 0,5 в виде сульфидов. Общий групповой реагент сероводород в присутствии соляной кислоты.

В пятую аналитическую группу входят Ag^+ , Hg_2^{2+} и Pb^{2+} . Хлориды их нерастворимы в воде и разбавленных кислотах. Групповой реагент – 2 н. раствор соляной кислоты.

Деление катионов на пять аналитических групп, значительно упрощает проведение анализа и дает возможность, действуя в определенной последовательности групповыми реагентами, проводить систематический анализ смеси катионов. При этом последовательно осаждаются катионы с пятой по вторую группы и внутри каждой группы проводят определение отдельных катионов. В оставшемся фильтрате (центрифугате) определяют катионы первой группы (ион NH_4^+ предварительно определяют отдельно).

Недостатком сульфидной системы анализа является применение токсичного вещества сероводорода, получение и использование которого требует специально оборудованного помещения. Более подробно на сульфидной системе мы останавливаться не будем.

В кислотно-основной системе анализа катионы делятся на группы на основании их отношения к соляной и серной кислотам, к растворам едких щелочей и аммиака подразделяются на шесть аналитических групп.

Первая группа включает катионы Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ . Группового реагента не имеет.

Во вторую группу входят Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} (группа соответствует пятой группе сульфидной системы). Групповым реагентом является

разбавленная соляная кислота. Все катионы второй группы образуют осадки с ионом Cl^- .

Третья группа включает катионы щелочноземельных металлов – Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} . Групповой реагент – разбавленная серная кислота или растворимые сульфаты. Все катионы третьей группы образуют осадки с ионом SO_4^{2-} .

К четвертой группе относятся катионы амфотерного типа – Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , As^{3+} , As^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} . Групповой реагент – растворы щелочей. Образующиеся осадки растворимы в избытке реагента.

В пятую группу входят Bi^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} . Групповой реагент – растворы щелочей. Образующиеся осадки гидроокисей нерастворимы в избытке щелочей (в отличие от катионов четвертой группы).

Шестая группа включает катионы Hg^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} . Групповой реагент – раствор аммиака. Образующиеся осадки растворимы в избытке реагента с образованием комплексных соединений (аммиакатов)

Положительные стороны системы следующие: отказ от использования токсичного сероводорода; в кислотно-основной системе анализа катионов использованы основные свойства элементов: отношение их к кислотам и щелочам, амфотерность гидроксидов и способность катионов к комплексообразованию; затраты времени на анализ сокращаются на 20-30% по сравнению с сульфидной системой.

Следует отметить и недостатки системы: кислотно-основная система недостаточно разработана, она ограничивается анализом сравнительно небольшого числа катионов. Требуется более глубокое исследование свойств гидроксидов четвертой и пятой групп и условий их осаждения и разделения.

В дальнейшей работе будет использоваться кислотно-основная система классификации катионов.

Классификация анионов основывается в большинстве случаев на различной растворимости солей бария и серебра соответствующих кислот. Эта классификация не является строго установленной, так как различные авторы подразделяют анионы на различное число групп, исходя из других свойств.

Н.А. Тананаев, например, подразделяет анионы на следующие группы: I группа – анионы-окислителя (MnO_4^- , CrO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , AsO_4^{3-} , $[Fe(CN)_6]^{3+}$ и др.); II группа – анионы-восстановителя (Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , S^{2-} , SO_3^{2-} , AsO_4^{3-} и др.); III группа – индифферентные анионы (SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , BO_3^{3-} , SiO_3^{2-} , CO_3^{2-} и др.).

Мы будем подразделять изучаемые анионы на три группы, как показано в таблице 1.

Таблица 1

Классификация анионов

Номер группы	Характеристика группы	Анионы, образующие группу	Групповой реагент
I	Соли бария малорастворимы в воде	SO_4^{2-} (сульфат-ион) SO_3^{2-} (сульфит-ион) $S_2O_3^{2-}$ (тиосульфат-ион) CO_3^{2-} (карбонат-ион) PO_4^{3-} (фосфат-ион) AsO_4^{3-} (арсенат-ион) AsO_3^{3-} (арсенит-ион) BO_2^- (борат-ион) или $B_4O_7^{2-}$ (тетраборат-ион) CrO_4^{2-} (хромат-ион) F^- (фторид-ион) SiO_3^{2-} (силикат-ион) $C_2O_4^{2-}$ (оксалат-ион) и др.	$BaCl_2$ в нейтральном или слабощелочном растворе
II	Соли серебра малорастворимы в воде и разбавленной HNO_3^*	Cl^- (хлорид-ион) Br^- (бромид-ион) I^- (иодид-ион) S^{2-} (сульфид-ион) SCN^- (роданид-ион) $[Fe(CN)_6]^{4-}$ (гексацианоферрат (II), или ферроцианид-ион) $[Fe(CN)_6]^{3-}$ (гексацианоферрат (III), или феррицианид-ион) CN^- (цианид-ион) BrO_3^- (бромат-ион) JO_3^- (иодат-ион) ClO^- (гипохлорит-ион) и др.	$AgNO_3$ в присутствии 2 н HNO_3

III	Соли бария и серебра растворимы в воде	NO_3^- (нитрат-ион) NO_2^- (нитрит-ион) CH_3COO^- (ацетат-ион) ClO_3^- (хлорат-ион) MnO_4^- (перманганат-ион) и др.	Группового реагента нет
* Сульфид серебра растворяется в HNO_3 при нагревании			

Анионы в большинстве случаев не мешают обнаружению друг друга. Поэтому чаще обнаружение анионов ведут дробным методом, то есть в отдельных порциях исследуемого раствора. В соответствии с этим при анализе анионов групповые реагенты применяют обычно не для разделения групп, а, в основном, для того, чтобы установить их наличие или отсутствие. Понятно, что если установлено отсутствие данной группы анионов, то нет смысла проводить реакции на отдельные входящие в нее анионы. Таким образом, проведение групповых реакций значительно облегчает работу.

Большинство реакций, используемых для открытия анионов, те же самые, что используются для открытия катионов. Например, катионы бария и свинца обнаруживают с помощью анионов сульфата и хромата. Наоборот, эти анионы можно обнаружить с помощью солей бария и свинца. Реагентом на катион серебра является хлорид-ион, который, в свою очередь, можно обнаружить с помощью катиона серебра.

Техника выполнения отдельных операций. Правила работы в химической лаборатории. Техника безопасности

Качественный анализ изучаемого объекта проводится в специально оборудованной лаборатории, оснащенной вытяжным шкафом, специальными лабораторными столами, центрифугой, водяными и песчаными банями, газовыми горелками и т.п.

Техника проведения анализа вещества полумикрометодом складывается из следующих операций: нагревание и выпаривание, осаждение, центрифугирование, проверка полноты осаждения, отделение раствора от осадка, промывание и растворение осадка.

Нагревание раствора проводят либо непосредственно на пламени газовой горелки, либо на асбестовой сетке или водяной бане. Водяной баней может служить химический стакан вместимостью 150-200 мл.

Для концентрирования или выпаривания растворов досуха применяют водяную баню. Выпаривание раствора до сухого остатка, например при отделении иона аммония от ионов первой аналитической группы, проводят в фарфоровых чашках или тиглях, нагревая их на асбестовой сетке.

Реакцию осаждения проводят в конической или цилиндрической пробирках и часто при нагревании. В пробирку приливают капельной пипеткой несколько капель анализируемого раствора и добавляют по каплям другой пипеткой реактив-осадитель. Пипетка не должна касаться внутренних стенок пробирки. Осадитель берут в избытке, если отсутствуют процессы комплексообразования. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой, касаясь внутренних стенок пробирки, это ускоряет процесс образования осадка.

При центрифугировании происходит отделение раствора от осадка. Для этого процесса используют специальные конические пробирки. Пробирку с раствором и осадком помещают в гильзу центрифуги (центрифуга должна быть загружена равномерно). Если требуется отделить раствор от осадка только в одной пробирке, то в другую для уравнивания наливают воду до уровня жидкости в первой пробирке. Обе пробирки помещают в противоположные гильзы. Чтобы не перепутать пробирки гильзы центрифуги необходимо пронумеровать. Время вращения центрифуги от 30 сек до нескольких минут.

Для проверки полноты осаждения пробирку осторожно вынимают из гильзы и добавляют по стенке 1-2 капли реактива осадителя к прозрачному раствору. Если происходит помутнение раствора, то в пробирку еще добавляют осадитель, содержимое перемешивают и вновь центрифугируют, а затем повторяют проверку на полноту осаждения. Осаждение считается полным, если раствор при добавлении 1-2 капель реактива осадителя не мутнеет.

Убедившись в полноте осаждения, раствор отделяют от осадка капельной пипеткой. При этом конец пипетки должен находиться в растворе и не касаться осадка. Если отобранный раствор необходим

для анализа, то его переносят в чистую пробирку. Для полного отделения операцию повторяют несколько раз. При центрифугировании осадок может плотно осесть на дно пробирки, тогда раствор отделяют декантацией (осторожно сливают).

При исследовании осадка его необходимо промыть. Для этого к осадку приливают промывную жидкость, содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют. Для отделения промывной жидкости от осадка поступают так, как было указано выше. Иногда в работе эту операцию повторяют 2–3 раза.

Для растворения осадка в пробирку добавляют растворитель, помешивая стеклянной палочкой.

В лаборатории аналитической химии необходимо работать аккуратно и внимательно, так как небрежное отношение к проведению химического опыта может привести к несчастному случаю, или к неправильному результату.

Студент обязан соблюдать правила внутреннего распорядка, утвержденные администрацией КамчатГТУ, и может быть допущен к самостоятельной работе только после прохождения инструктажа по технике безопасности и пожарной безопасности, обучения безопасным методам и приемам труда на рабочем месте, приемам и методам тушения пожара и проверки приобретенных знаний и навыков. **К занятиям в лаборатории аналитической химии студент допускается только при наличии белого халата.**

Все работы, связанные с выделением вредных паров, газов, пыли должны проводиться в вытяжных шкафах. Работа с едкими веществами (соляной, азотной, серной, фтористоводородной кислотами, гидроксидами натрия, калия, аммония), вызывающими при попадании на слизистые оболочки и кожу ожоги, производится в защитных очках и резиновых перчатках, при работе с концентрированной серной и дымящей азотной кислотами, хромовой смесью кроме очков и резиновых перчаток следует надеть длинный резиновый фартук.

При разбавлении крепких кислот во избежание разбрызгивания следует медленно приливать кислоту в воду (а не, наоборот) при непрерывном перемешивании, при сильном нагревании раствора необходимо прекратить добавление следующих порций кислоты до охлаждения раствора.

Растворы щелочей готовят путем прибавления небольших кусочков вещества к воде при непрерывном перемешивании, следующая порция щелочи добавляется только после полного растворения предыдущей, эту операцию проводят в фарфоровых стаканах.

Отработанные кислоты запрещается выливать в канализацию без предварительной нейтрализации и многократного разбавления.

Брать аликвоты любых растворов, в том числе и водных проб, разрешается только путем засасывания раствора в пипетку с помощью резиновой груши, запрещается засасывать ртом.

Легковоспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ), применяемые в лабораторных помещениях, должны храниться в толстостенных герметично закрытых банках. Запрещается хранить и располагать легковоспламеняющиеся и горючие вещества рядом с нагревательными приборами и окислителями (нитратами, хлоратами, азотной и серной кислотой, перекисью водорода и другими перекисными соединениями). **Запрещается выливать ЛВЖ в канализацию. Необходимо собирать отработанную ЛВЖ в герметически закрывающуюся тару, которую удаляют из лаборатории для уничтожения.**

Для предупреждения возникновения пожаров и несчастных случаев в помещениях, где ведутся работы с ЛВЖ, в каждой комнате лаборатории должно находиться не менее двух человек, при этом один из них назначается старшим.

Аварийная ситуация может возникнуть в результате неисправности или отключения вентиляции, в результате неисправности розеток, приборов, электропроводки, в результате землетрясения, в результате разлива крепких кислот, щелочей, ЛВЖ на пол или поверхность стола.

При аварийном отключении вентиляции, если в это время в вытяжном шкафу проводятся работы с выделением паров, газов, аэрозолей, пыли вредных веществ, необходимо принять меры к прекращению процесса выделения вредных веществ в атмосферу (выключить плитки и убрать с них нагреваемые растворы, вещества, закрыть емкости (стаканы, колбы, чашки), чтобы уменьшить выделение вредных веществ, опустить створки шкафа до конца, покинуть помещение, предупредив руководителя

подразделения, главного инженера или лиц их замещающих об аварийной ситуации. После восстановления работы вентиляции приступать к работе можно только после проветривания помещения, достаточного для устранения загазованности.

Случайно разлитые кислоты или едкие щелочи необходимо немедленно засыпать песком, нейтрализовать, а затем начинать уборку.

При случайном разливе ЛВЖ необходимо немедленно место пролива жидкости засыпать песком, выключить все нагревательные приборы, обесточить комнату общим выключателем, находящимся вне комнаты, устранить возможность контакта ЛВЖ с окислителями. Загрязненный песок собирается деревянным совком или лопатой, применение стальных лопат или совков запрещается.

Продолжать работу можно только после полного проветривания помещения.

При возникновении пожара следует немедленно вызвать по телефону пожарную охрану, поставить в известность руководителя лаборатории и приступить к гашению огня имеющимися средствами пожаротушения. При этом надо учитывать, что способы тушения пожаров в химической лаборатории могут быть:

а) при загорании жидкостей, смешивающихся с водой, - любыми огнетушителями, струей воды, песком, асбестовым одеялом.

б) при загорании жидкостей, не смешивающихся с водой, - углекислотными огнетушителями (ОУ), песком, асбестовым одеялом, начиная с периферии. Категорически запрещается применять воду.

в) горящие провода и электроприборы, находящиеся под напряжением, обесточить и тушить углекислотным огнетушителем (ОУ).

г) горящие деревянные предметы - всеми огнегасящими средствами.

При первых признаках сильного землетрясения, либо при официальном предупреждении о возможном землетрясении необходимо, по возможности, выполнить ряд действий, направленных на предотвращение возникновения пожара, материального ущерба, травм. А именно: закрыть водопроводные краны, убрать в специальные ящики для хранения склянки с ЛВЖ и

едкими веществами, обесточить электроприборы, переместиться в обозначенное наименее опасное место в коридоре, а, по возможности, покинуть здание и ждать дальнейших указаний, либо прибыть в указанное место сбора.

При отравлениях газами пострадавшего необходимо немедленно вывести (вынести) из загазованной атмосферы на свежий воздух, а затем направить (отвезти) в медпункт. При затрудненном дыхании до прихода врача следует освободить пострадавшего от стесняющей одежды и давать ему дышать кислородом, а при необходимости тепло укрыть. В случае потери сознания с остановкой дыхания пострадавшему нужно немедленно, не ожидая прихода медперсонала, делать искусственное дыхание.

При порезах стеклом необходимо промыть рану 2% раствором перманганата калия, смазать йодной настойкой, забинтовать.

При воспламенении одежды необходимо загасить огонь на горящем, заставив его лечь на пол, набросив на него шерстяное одеяло, халат, пальто. Погасив огонь, приступить к оказанию первой помощи.

При термических ожогах первой степени обожженное место надо присыпать двууглекислым натрием, крахмалом или тальком. Помогают примочки 2%-ных растворов питьевой соды или марганцевокислого калия. Лучшим средством для примочек является 96% этиловый спирт. При тяжелых ожогах надо немедленно вызвать врача.

При химических ожогах (кислотами или щелочами) пораженный участок быстро промывают большим количеством воды, затем накладывают примочку: при ожогах кислотой - из 5% раствора питьевой соды, при ожогах щелочью - из 4% раствора уксусной кислоты.

При попадании брызг кислоты или щелочи в глаза необходимо промыть глаза струей воды и осушить полотенцем, после чего немедленно обратиться к врачу.

При попадании кислоты или щелочи на одежду следует немедленно нейтрализовать пораженное место водным раствором соды (в случае попадания кислоты) или уксусной кислоты (в случае попадания щелочи). Продолжать работать в загрязненной одежде запрещается.

При больших поверхностях ожога – обмыть пораженное место водой и немедленно вызвать медицинскую помощь.

При отравлениях кислотами или щелочами (за счет попадания в пищевод) до прихода врача необходимо давать пострадавшему обильное теплое питье (воду), а затем смягчающее питье (теплое молоко, яичный белок или чайную ложку вазелинового масла).

При отравлении аммиаком – пить слабый раствор уксусной кислоты или лимонный сок. Вызвать рвоту. Дать теплое молоко, растительное масло, белок.

При отравлении соединениями серебра – дать большое количество 10% раствора поваренной соли.

При отравлении парами азотной кислоты – вдыхание аммиака, покой, чистый воздух, вдыхание кислорода.

При отравлении парами фтористоводородной кислоты – вдыхание аммиака, чистый воздух, покой.

Необходимо помнить, что первая помощь, оказанная пострадавшему, не заменяет врачебную помощь.

Обо всех несчастных случаях пострадавший либо свидетель должен немедленно сообщить преподавателю и заведующему лабораторией.

По окончании занятия необходимо выключить электроприборы, воду, используемые в процессе работы реактивы убрать на место, пробирки вымыть и составить в штативы.

Контрольные вопросы

1. Какие реакции используются в химическом анализе?
2. Какие реактивы относят к специфическим реактивам, а какие к групповым? Приведите примеры.
3. Чем отличается дробный метод анализа от систематического метода анализа?
4. Чем отличается сульфидная классификация катионов от кислотно-основной классификации?
5. Перечислите достоинства и недостатки кислотно-основной классификации катионов.
6. Как проводят реакцию осаждения ионов и как проверяют полноту их осаждения?

ЧАСТЬ I. ЧАСТНЫЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ И АНАЛИЗ ИХ СМЕСЕЙ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 “Первая аналитическая группа катионов”

1. Цель работы

Изучить реакции катионов первой аналитической группы и ход анализа их смеси.

2. Задание

- 2.1. Изучить частные реакции катионов.
- 2.2. Провести систематический анализ смеси катионов.
- 2.3. Составить отчет.

3. Теоретическая часть

К первой аналитической группе катионов относятся K^+ , Na^+ , NH_4^+ . Соли этих катионов хорошо растворимы в воде. Катионы K^+ , Na^+ , NH_4^+ не имеют группового реагента. Это отличает катионы первой группы от остальных групп, имеющих групповые реагенты. Катионы K^+ , Na^+ , NH_4^+ в растворе бесцветны и большинство их соединений тоже бесцветны. Гидроксиды калия KOH и натрия $NaOH$ – сильные щелочи, гидроксид аммония NH_4OH – слабое и неустойчивое основание, разлагающееся на аммиак NH_3 и воду H_2O . Аммонийные соли NH_4Cl , $(NH_4)_2CO_3$ и др. разлагаются и улетучиваются при прокаливании. Этим свойством пользуются для удаления из смеси катионов аммония. Для катиона аммония NH_4^+ характерны специфические реакции и реактивы. Катионы K^+ и Na^+ устойчивы к действию окислителей и восстановителей, а ионы NH_4^+ способны окисляться.

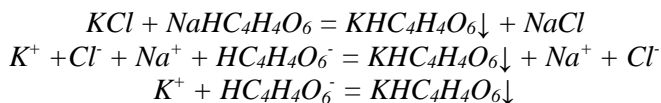
Катионы первой аналитической группы имеют большое значение в биохимических процессах. Так, соединение катиона натрия – поваренная соль $NaCl$, необходимая приправа к пище, а 0,9%-ный

раствор хлорида натрия является физиологическим раствором, а так же применяется как средство, предохраняющее от порчи многие пищевые продукты. Соли калия и натрия входят в состав важнейшего продукта питания – молока. Гидрокарбонат натрия $NaHCO_3$, известный как питьевая сода, применяется в кондитерском и булочном производстве.

4. Порядок выполнения работы

4.1. Реакции катиона K^+

ОПЫТ № 1. Реакция с гидротартратом натрия $NaHC_4H_4O_6$



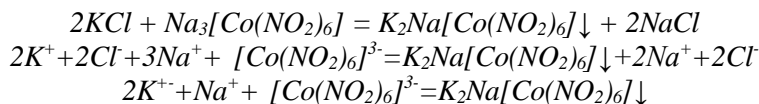
Средние соли винной кислоты хорошо растворимы в воде.

В пробирку внесите 2–3 капли раствора соли калия и столько же раствора реактива $NaHC_4H_4O_6$. Пробирку с испытуемым раствором поместите под струю холодной воды и потрите стеклянной палочкой по внутренней стенке пробирки. Опишите полученный осадок (т.е. укажите его цвет, а также кристаллический он или аморфный). Запишите реакцию в ионном и молекулярном виде.

Условия проведения реакции:

Открывать катион калия реактивом $NaHC_4H_4O_6$ нельзя: а) в сильнокислой и щелочной средах, так как осадок гидротартрата калия $KHC_4H_4O_6$ растворяется; б) в горячих растворах, так как в этих условиях осадок $KHC_4H_4O_6$ растворяется; в) в присутствии ионов аммония NH_4^+ , так как ион аммония дает аналогичный осадок с гидротартратом натрия.

ОПЫТ № 2. Реакция гексанитрокобальтатом (III) натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$



В пробирку прилейте 2–3 капли раствора соли калия и столько же раствора гексанитрокобальтата (III) натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Опишите цвет выпавшего осадка.

Условия проведения реакции:

Открывать катион K^+ реактивом $Na_3[Co(NO_2)_6]$ нельзя: а) в щелочном и сильноокислом растворах вследствие разрушения комплексного иона; б) в присутствии ионов аммония NH_4^+ , так как катион аммония с реактивом $Na_3[Co(NO_2)_6]$ дает аналогичный осадок.

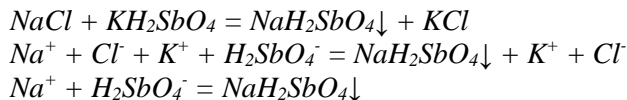
ОПЫТ № 3. Реакция окрашивания пламени

Нихромовую проволоку внесите в пламя горелки. Проверьте чистоту проволоки. Если пламя окрашивается, то проволоку необходимо очистить. Для этого ее следует смочить в соляной кислоте и прокалить до полного исчезновения окрашивания пламени. Чистую проволоку опустите в раствор соли калия или наберите немного твердой калиевой соли на ушко проволоки. Внесите проволоку в верхнюю часть пламени горелки и наблюдайте окрашивание пламени через синее стекло.

4.2. Реакция катионов Na^+

ОПЫТ № 4. Реакция с антимоном калия $K[Sb(OH)_6]$

Антимонаты – соли гексаоксисурьмяной кислоты $H[Sb(OH)_6]$, формулу антимоноата калия выражают в виде $K[Sb(OH)_6]$ или же $KH_2SbO_4 \cdot 2H_2O$.

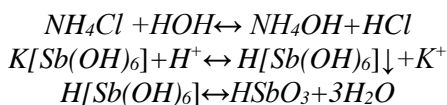


В пробирку внесите 4–5 капель раствора соли натрия и столько же реактива KH_2SbO_4 . Пробирку с испытуемым реактивом поместите под струю холодной воды и потрите стеклянной палочкой по внутренней стенке пробирки. Опишите выпавший осадок – цвет, вид (аморфный, кристаллический).

Условия проведения реакции. Катионы Na^+ нельзя открывать реактивом KH_2SbO_4 : а) в кислой среде, так как кислоты разлагают реактив с образованием аморфного осадка метасурьмяной кислоты $HSbO_3$.



Выпадение в кислом растворе белого осадка еще не говорит о присутствии катиона Na^+ ; б) в щелочной среде осадок NaH_2SbO_4 растворяется с образованием средней соли Na_3SbO_4 ; в) из горячих растворов, поскольку в этих условиях осадок NaH_2SbO_4 растворяется; г) из разбавленных растворов; д) в присутствии аммонийных солей сильных кислот, которые гидролизуются с образованием свободной кислоты. В результате протекающей реакции образуется аморфный осадок сурьмяной кислоты, который ошибочно может быть принят за осадок антимоната:



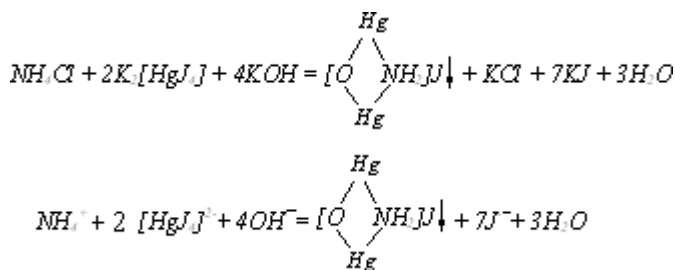
ОПЫТ № 5. Реакции окрашивания пламени

Проведение реакции аналогично реакции на катион калия (см. опыт № 3.).

4.3. Реакции катиона аммония

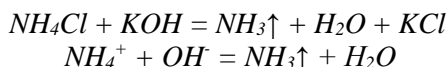
ОПЫТ 6. Реакция с реактивом Несслера

Условия проведения реакции: при обнаружении катиона аммония NH_4^+ необходимо брать избыток реактива Несслера, так как образующийся осадок растворим в солях аммония. Катионы калия и натрия не мешают открытию катиона NH_4^+ реактивом Несслера. Данная реакция является специфической:



На часовое стекло нанесите каплю раствора соли аммония и добавьте 1–2 капли реактива Несслера. Отметьте цвет выпавшего осадка.

ОПЫТ 7. Реакция с сильными щелочами



Выделяющийся аммиак можно обнаружить: а) по запаху; б) по посинению красной лакмусовой бумажки, предварительно смоченной в дистиллированной воде или по малиновой окраске фенолфталеиновой бумажки; в) по образованию белого «дыма» хлорида аммония при поднесении к отверстию пробирки палочки, смоченной концентрированной соляной кислотой:



В пробирку внесите 3–4 капли соли аммония и такое же количество 0,1 н. раствора *NaOH*, нагрейте содержимое на водяной бане. К отверстию пробирки поднесите влажную индикаторную бумажку (рис. 1), наблюдайте, как изменится цвет индикатора.

Условия проведения реакции. Среда раствора должна быть сильнощелочной. Для интенсивного выделения паров аммиака раствор нужно нагреть. Влажную

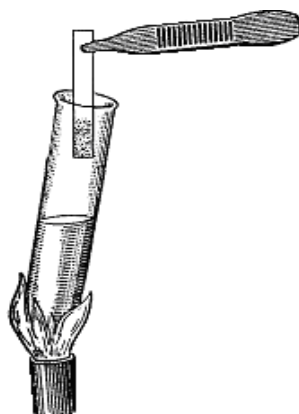


Рис. 1. Открытие аммиака лакмусовой бумажкой

индикаторную бумажку надо держать так, чтобы она не касалась внутренних стенок пробирки и жидкости. Открыть катион аммония сильной щелочью можно в присутствии всех других катионов. Реакция специфическая и чувствительная.

4.4. Систематический ход анализа смеси катионов I аналитической группы

Получите контрольный раствор на смесь катионов первой группы.

Систематический анализ первой аналитической группы катионов начинается с обнаружения катиона аммония, и, если он обнаружен, с его удаления. Для этого на часовое стекло поместите каплю контрольного раствора (раствор № 1) и добавьте 1–2 капли реактива Несслера, выпадение красно-бурого осадка укажет на присутствие катиона аммония. Если катион аммония отсутствует, то в отдельных порциях раствора открывают катионы калия и натрия. Если катион аммония обнаружен, то его необходимо удалить, так как он будет мешать обнаружению катионов калия и натрия.

Для удаления катиона аммония в тигель поместите 8–10 капель контрольного раствора и выпарьте. Сухой остаток прокалите до полного прекращения выделения белого «дыма». Затем прокалите тигель еще в течение нескольких минут. Проверьте полноту удаления катионов NH_4^+ . Для этого крупинку сухого остатка стеклянной палочкой перенесите на предметное стекло и растворите в капле дистиллированной воды, добавьте 2 капли реактива Несслера. Если образуется красно-бурый осадок или раствор желтого цвета, прокаливание сухого остатка необходимо продолжить. Убедившись в полноте удаления NH_4^+ , сухой остаток растворите в воде, добавив в тигель 8–10 капель дистиллированной воды (раствор № 2). В растворе № 2 частными реакциями проверьте наличие катионов калия и натрия.

Для обнаружения катиона калия 1–2 каплям раствора № 2 прилейте 2–3 капли реактива $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Выпадение желтого осадка укажет на присутствие катиона K^+ .

Для обнаружения катиона натрия к 2–3 каплям раствора № 2 прилейте столько же капель раствора $K[Sb(OH)_6]$, соблюдая все ус-

ловия проведения реакции. Выпадение белого осадка указывает на присутствие катиона Na^+ .

5. Содержание отчета

Отчет включает в себя цель работы, задание, описание характерных реакций катионов I аналитической группы и систематического хода анализа.

Характерные реакции катионов оформите в виде таблицы 2.

Таблица 2

Характерные реакции катионов первой аналитической группы

Реактив	Катионы		
	Na^+	K^+	NH_4^+
$NaHC_4H_4O_6$	–	$KHC_4H_4O_6 \downarrow$ Белый кристаллический осадок	$NH_4HC_4H_4O_6 \downarrow$ Белый кристаллический осадок
$Na_3[Co(NO_2)_6]$			
<i>и т. д.</i>			

6. Контрольные вопросы

6.1. Чем отличается первая аналитическая группа катионов от остальных групп?

6.2. Почему осаждение катиона Na^+ дигидроантимонатом калия проводится на холоде и в нейтральной среде?

6.3. Почему катион натрия нельзя открывать в присутствии катиона аммония? Ответ подтвердить уравнениями реакций в молекулярном и ионном виде.

6.4. Почему катион калия нельзя открывать в присутствии катиона аммония? Ответ подтвердить уравнениями реакций в молекулярном и ионном виде.

6.5. Какими реактивами, и при каких условиях можно открыть катион K^+ ? Напишите уравнения реакций взаимодействия фосфата калия с этими реактивами в молекулярной и ионной формах.

6.6. Почему для осаждения катиона калия не используют винную кислоту или тартрат натрия?

6.7. На каком свойстве аммонийных солей основано отделение катиона аммония от катионов калия и натрия?

6.8. Как проводится удаление катиона аммония при анализе смеси катионов I-ой аналитической группы.

6.9. Как проверить полноту удаления катиона аммония?

6.10. Как проводится реакция окрашивания пламени? В какой цвет окрашивают пламя катионы I-ой аналитической группы?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 “Вторая аналитическая группа катионов”

1. Цель работы

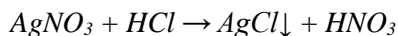
Изучить частные реакции и ход анализа смеси катионов второй аналитической группы.

2. Задание

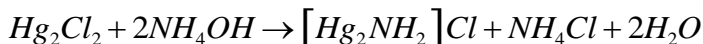
- 2.1. Выполнить общие реакции катионов второй аналитической группы.
- 2.2. Выполнить частные реакции катионов.
- 2.3. Провести систематический ход анализа смеси катионов.
- 2.4. Составить отчет.

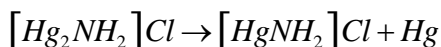
3. Теоретическая часть

Ко второй аналитической группе катионов относятся Ag^+ , Hg^{2+} и Pb^{2+} . Групповым реагентом на катионы второй аналитической группы является соляная кислота и ее соли. Для осаждения катионов необходимо использовать разбавленную соляную кислоту, так как концентрированная кислота с катионами Ag^+ и Pb^{2+} может образовывать растворимые комплексные соединения.

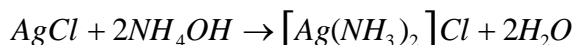


Хлориды ртути (I) Hg_2Cl_2 и серебра нерастворимы в воде. Хлорид ртути при взаимодействии с раствором аммиака образует хлорид димеркураммония, который разлагается на малорастворимый меркураммоний и металлическую ртуть, придающую осадку черный цвет:





Хлорид серебра хорошо растворим в растворе аммиака с образованием комплексной соли:



Растворимость хлорид свинца $PbCl_2$ в холодной воде невелика и равна 11 г/л, но при температуре 100°C она увеличивается втрое, в то время как растворимость хлоридов серебра и ртути практически не изменяется.

Эти свойства хлоридов катионов II аналитической группы используются в систематическом ходе анализа для их отделения друг от друга.

Катионы второй группы бесцветны, обладают слабоосновными свойствами, поэтому их соли с сильными кислотами в воде легко подвергаются гидролизу и имеют кислую реакцию среды.

4. Порядок выполнения работы

4.1. Реакции с групповым реагентом

ОПЫТ № 1. Реакции с HCl

В 3 пробирки поместите по 2–3 капли растворов солей серебра, свинца и ртути. В каждую пробирку добавьте по 2–3 капли 2н. раствора HCl . Отметьте свои наблюдения в отчете. Запишите реакции.

В пробирки с хлоридами серебра, свинца и ртути, полученные ранее, прибавьте 4–5 капель концентрированной соляной кислоты. Отметьте, в каких пробирках идет частичное растворение осадка. Запишите реакции образования комплексных соединений.

В трех пробирках получите хлориды серебра, ртути и свинца по описанной выше методике. В пробирку с $PbCl_2$ добавьте 10–15 капель воды и нагрейте на водяной бане. Что вы наблюдаете? В пробирки с $AgCl$ и Hg_2Cl_2 добавьте несколько капель NH_4OH . Отметьте свои наблюдения в отчете. В пробирку с комплексной солью

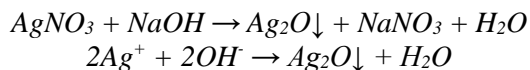
серебра прибавьте NH_3 . Что вы наблюдаете? Запишите уравнения реакций:

1. Взаимодействия Hg_2Cl_2 и NH_4OH ;
2. Взаимодействия $AgCl$ и NH_4OH ;
3. Взаимодействия $[Ag(NH_3)_2]Cl$ с NH_3 .

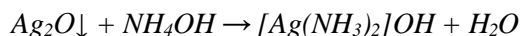
Сделайте вывод о растворимости хлоридов серебра, свинца, ртути в концентрированной соляной кислоте, горячей воде и в растворе аммиака.

4.2. Частные реакции катиона Ag^+

ОПЫТ № 2. Реакции с едкими щелочами

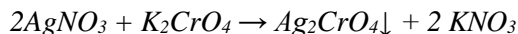


Оксид серебра растворим в растворе аммиака



В пробирку внесите 1–2 капли раствора нитрата серебра и столько же щелочи. Отметьте в отчете цвет образовавшегося осадка. К полученному осадку добавьте NH_4OH до его растворения.

ОПЫТ № 3. Реакция с хроматом калия

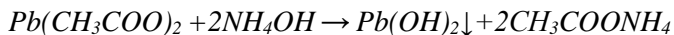
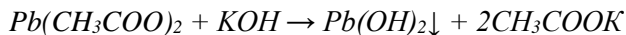


В пробирку внесите 2–3 капли раствора нитрата серебра, прибавьте 3–4 капли дистиллированной воды и 1–2 капли хромата калия. Какой цвет имеет выпавший осадок?

Условия проведения реакции. Данную реакцию следует проводить при $pH = 6,5-7,5$, так как в аммиачной и сильноокислой средах осадок Ag_2CrO_4 растворяется, в щелочной среде образуется чернубурый осадок оксида серебра, а в уксуснокислой среде осадок бихромата серебра $Ag_2Cr_2O_7$. Катионы Pb^{2+} , Ba^{2+} и другие, образующие нерастворимые хроматы, мешают проведению реакции.

4.3. Частные реакции катиона Pb^{2+}

ОПЫТ № 4. Реакция с едкими щелочами (KOH , $NaOH$) и гидроксидом аммония (NH_4OH).

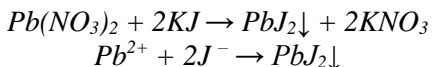


В 3 пробирки поместите по 3–4 капли раствора ацетата свинца. В первую и вторую пробирки добавьте 1–2 капли 2 н. раствора $NaOH$, а в третью – 1–2 капли NH_4OH . Какой цвет имеют выпавшие осадки?

Затем в первую пробирку добавьте 1–2 капли концентрированной азотной кислоты, во вторую – 1–2 капли концентрированного раствора $NaOH$, в третью – 1–2 капли 25% NH_4OH . В каких пробирках идет растворение осадка?

Напишите уравнения протекающих реакций и сделайте вывод о свойствах $Pb(OH)_2$.

ОПЫТ № 5. Реакция с иодидом калия

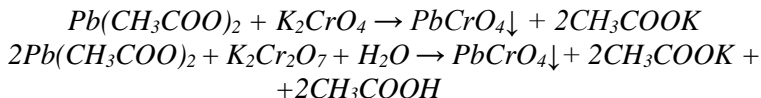


В коническую пробирку внесите 5–6 капель нитрата (или ацетата свинца), добавьте 3–4 капли иодида калия. Осадок отделите от раствора центрифугированием. К осадку прилейте 5–6 капель 2н. раствора CH_3COOH , нагрейте пробирку на водяной бане, приливая понемногу воду, до растворения осадка. Затем содержимое пробирки медленно охладите. Свои наблюдения отметьте в отчете.

ОПЫТ № 6. Реакция с дифенилдитиокарбазоном (дитизон)

На предметное стекло поместите 1–2 капли раствора соли свинца, прибавьте 1 каплю 2% азотной кислоты и 1 каплю дитизона. В какой цвет окрашивается полученный раствор?

ОПЫТ № 7. Реакция с хроматом (K_2CrO_4) или с бихроматом ($K_2Cr_2O_7$) калия.

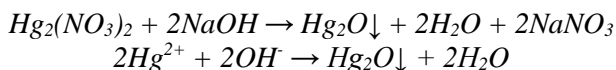


В две пробирки поместите по 3–4 капли ацетата свинца. В первую пробирку прибавьте столько же капель хромата калия, а во вторую – бихромата калия. Какого цвета осадки образуются в первой и второй пробирках?

Условия протекания реакции: реакция среды должна быть нейтральной или уксуснокислой, так как хромат свинца растворим в азотной кислоте и щелочах.

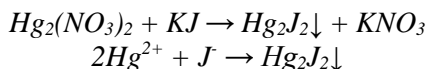
4.4. Частные реакции катиона ртути (I)

ОПЫТ № 8. Реакция со щелочами



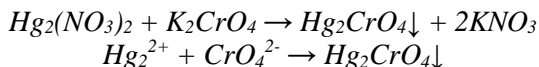
В пробирку внесите 1–2 капли раствора нитрата ртути и столько же щелочи. Отметьте цвет образовавшегося осадка.

ОПЫТ № 9. Реакция с иодидом калия



В пробирку поместите 3–4 капли раствора соли ртути и 2–3 капли иодида калия. Отметьте, какой цвет имеет выпавший осадок.

ОПЫТ № 10. Реакция с хроматом калия

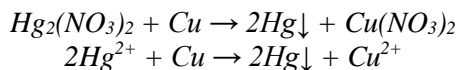


К 3–4 каплям нитрата ртути прибавьте столько же капель хромата калия. Какой цвет имеет выпавший осадок. Осадок разделите на две пробирки. В первую пробирку добавьте 3–4 капли щелочи, а во вторую – азотной кислоты. Происходит ли растворение осадка? Сделайте вывод о растворимости хромата ртути (I) в кислотах и щелочах.

ОПЫТ № 11. Реакция с дифенилдитиокарбазоном (дитизон)

Проведение реакции аналогично реакции на катион свинца (опыт 6).

ОПЫТ № 12. Восстановление ртути (I) до металлической ртути



Каплю раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ поместите на зачищенную медную пластинку. Через несколько минут раствор смойте водой и протрите пластинку фильтровальной бумагой. Свои наблюдения опишите в отчете.

4.5. Систематический анализ смеси катионов второй аналитической группы

Получите контрольный раствор на смесь катионов второй аналитической группы.

В коническую пробирку поместите 20–30 капель исследуемого раствора и, помешивая, добавьте к нему 2 н. раствор соляной кислоты. Через 1–2 минуты раствор отцентрифугуйте.

Полученный осадок (I) отделите от центрифугата и промойте холодной водой, содержащей несколько капель 2 н. раствора соляной кислоты. Центрифугат и промывные воды в дальнейшем анализе не используются.

Осадок (I) обработайте горячей водой и отцентрифугуйте. Центрифугат проверьте на наличие катионов свинца частной реакцией с иодидом калия. Если реакция на катион Pb^{2+} положительна, то осадок (I) необходимо обрабатывать горячей водой до тех пор,

пока весь свинец не будет отмыт из осадка (I), т.е. промывные воды не должны в конечном итоге содержать ионов Pb^{2+} .

К осадку (I), оставшемуся в пробирке прилейте 5–7 капель гидроксида аммония и перемешайте. Если осадок чернеет, то это подтверждает наличие катионов $[Hg_2^{+2}]$.

Если в осадке (I) содержались иона Ag^+ , то они под действием аммиака переходят в раствор.

Отделите раствор, полученный при добавлении гидроксида аммония, от осадка центрифугированием. Центрифугат разделите на две части. К одной из них прилейте KJ , а к другой – HNO_3 . При наличии катиона серебра в первом случае выпадает желтый осадок иодида серебра, а во втором – белый осадок хлорида серебра. В том и другом случае происходит разрушение комплекса $[Ag(NH_3)_2]Cl$.

5. Содержание отчета

Отчет должен содержать конспект общих и частных реакций катионов второй аналитической группы, а также сводную таблицу реакций катионов второй аналитической группы. В отчете должна быть схема анализа смеси катионов второй аналитической группы.

6. Контрольные вопросы

6.1. При действии группового реагента на катионы второй аналитической группы образуются осадки - хлориды соответствующих катионов. Какова растворимость этих хлоридов в воде и как это используется в систематическом ходе анализа?

6.2. Объясните роль азотной кислоты при определении катиона серебра.

6.3. Почему при действии хлорид-иона на комплексный ион $[Ag(NH_3)_2]^+$ осадок не образуется, а при действии иодид-иона осадок выпадает?

6.4. Какие свойства хлоридов II аналитической группы используются для разделения катионов при систематическом ходе анализа?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

“Третья аналитическая группа катионов”

1. Цель работы

Изучить общие реакции, частные реакции и ход систематического анализа смеси катионов третьей аналитической группы.

2. Задание

2.1. Изучить действие группового реагента и частные реакции катионов третьей аналитической группы.

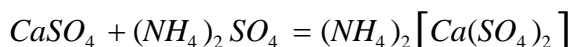
2.2. Провести систематический анализ смеси катионов Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} .

2.3. Составить отчет.

3. Теоретическая часть

К третьей аналитической группе катионов относятся катионы щелочноземельных металлов кальция, стронция и бария. Эти химические элементы находятся в главной подгруппе второй группы периодической системы Д.И. Менделеева. Образуемые ими гидроксиды и соли очень близки между собой по свойствам: первые являются сильными основаниями, растворимость которых в воде закономерно уменьшается в ряду $Ba^{2+} \rightarrow Sr^{2+} \rightarrow Ca^{2+}$; вторые – большей частью бесцветны и весьма мало растворимы в воде. К числу растворимых в воде солей относятся галоидные, азотнокислые, уксуснокислые и кислые углекислые соли. Сульфаты этих элементов трудно растворимы в воде, поэтому катионы III аналитической группы осаждаются серной кислотой и ее солями, которые и являются групповыми реагентами. Поскольку произведение растворимости сульфата кальция достаточно велико ($2,5 \cdot 10^{-5}$), то осаждение катиона кальция разбавленной серной кислотой происходит не полностью. Чтобы не потерять ионы кальция Ca^{2+} при анализе лучше проводить осаждение катионов III группы смесью серной кислоты и этилового спирта.

Осадки сульфатов катионов третьей аналитической группы не-растворимы в кислотах и щелочах, лишь сульфат калия растворим в растворе сульфата аммония с образованием комплексной соли:



Эту реакцию иногда используют для отделения катионов кальция от остальных катионов третьей аналитической группы.

4. Порядок выполнения работы

4.1. Действие группового реагента

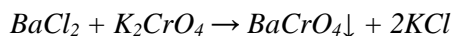
ОПЫТ № 1. Реакции и серной кислотой

Возьмите девять пробирок. В первые три пробирки внесите по 3–4 капли соли бария, в следующие три – по 3–4 капли соли стронция, в последние три – по 3–4 капли соли кальция. В каждую пробирку добавить 3–4 капли 2 н. раствора H_2SO_4 . В одну из пробирок с солью кальция добавить вместе с серной кислотой 1–2 капли этилового спирта или ацетона. Опишите свои наблюдения и добавьте ацетон или спирт в две другие пробирки с солью кальция.

Затем в одну из пробирок с сульфатами кальция, стронция и бария добавьте по 3 капли $NaOH$, в другую – по 3–4 капли HCl , в третью – по 3–4 капли $(NH_4)_2SO_4$. В каком случае идет растворение осадка? Пользуясь справочными таблицами в приложении или справочником Ю.Ю. Лурье, выпишите значения произведений растворимости $CaSO_4$, $SrSO_4$, $BaSO_4$ и сделайте вывод о растворимости этих солей.

4.2. Реакции катиона Ba^{2+}

ОПЫТ № 2. Реакция с хроматом калия K_2CrO_4

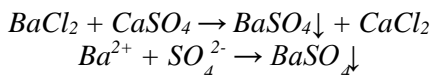


Напишите уравнение реакции в молекулярно-ионном и сокращенном видах.

В пробирку возьмите 2–3 капли раствора хлорида бария, добавьте 2–3 капли хромата калия и нагрейте на водяной бане. Какой цвет имеет выпавший осадок?

Условия проведения реакции. Реакция должна протекать в нейтральной или слабокислой среде. В присутствии катионов кальция и стронция pH среды должно быть 4–5 и в реакционную среду вводят CH_3COOH . Нагревание ускоряет образование осадка. Проведению реакции мешают ионы свинца и другие катионы, которые могут давать нерастворимые хроматы.

ОПЫТ № 3. Реакция с гипсовой водой (насыщенный раствор $CaSO_4$)



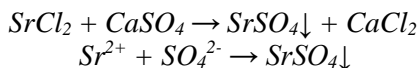
В пробирку возьмите 3–4 капли $BaCl_2$, добавьте 3–4 капли $CaSO_4$. Какой цвет имеет выпавший осадок?

ОПЫТ № 4. Реакция окрашивания пламени

Нихромовую проволоку внесите в пламя горелки. Если пламя окрашивается, то проволоку смочите в соляной кислоте и прокалите до полного исчезновения окрашивания пламени. Чистую проволоку опустите в раствор хлорида или нитрата бария, а затем внести в пламя горелки. В какой цвет окрашивается пламя горелки?

4.3. Реакции катиона стронция Sr^{2+}

ОПЫТ № 5. Реакция с гипсовой водой



К 3–4 каплям раствора хлорида стронция добавьте 3–4 капли насыщенного раствора $CaSO_4$ (гипсовая вода), нагрейте в течение 5–7 минут на водяной бане. Какой цвет имеет выпавший осадок?

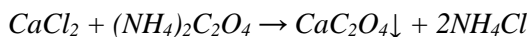
Проведению реакции мешают катионы бария, которые должны быть предварительно удалены (например, осаждением в виде Ва- CrO_4 в уксуснокислой среде). Реакцию проводят при нагревании.

ОПЫТ № 6. Реакция окрашивания пламени

Проведение реакции аналогично реакции на катион бария (см. опыт 4.). Вместо соли бария необходимо взять соль стронция. В какой цвет окрашивается пламя?

4.4. Реакции катиона кальция Ca^{2+}

ОПЫТ № 7. Реакция с солями щавелевой кислоты (оксалатами)



Условие проведения реакции. Осаждение лучше проводить при рН 5–6, а в конце реакции рН повысить до рН 7–8.

В пробирку внесите 4–5 капель раствора соли кальция, прилить 4 капли оксалата аммония и 1–2 капли аммиака. Какой цвет имеет выпавший осадок?

Для сравнения в три пробирки внесите по 3 капли солей бария, стронция, кальция и добавьте по 3 капли раствора CaC_2O_4 . В отчете отметьте, в каких пробирках идет выпадение осадка и какого цвета. Затем в каждую пробирку добавьте по 6 капель раствора CH_3COOH . В каких пробирках происходит растворение осадка?

Повторите опыт, взяв вместо уксусной кислоты – соляную. В каких пробирках происходит растворение осадка? Сделайте вывод о растворимости оксалатов кальция, стронция и бария.

ОПЫТ № 8. Реакция окрашивания пламени

Проведение реакции аналогично реакции на катион бария (см. опыт 4.). Вместо соли бария необходимо взять соль кальция. В какой цвет окрашивается пламя? Сравните наблюдаемую окраску с окраской, которую дают катионы стронция.

4.5. Систематический анализ смеси катионов третьей аналитической группы

Получите контрольный раствор, содержащий катионы III аналитической группы.

Убедитесь, что в контрольной пробе содержатся катионы III аналитической группы. Для этого к 10–15 каплям анализируемого раствора прибавьте 15–20 капель разбавленной серной кислоты и 50% от объема исследуемого раствора этилового спирта или ацетона. Дайте осадку постоять 5–10 минут и проверьте полноту осаждения. Для этого в пробирку аккуратно по стенке прилейте 2–3 капли раствора серной кислоты. Если осветленная часть раствора в пробирке не мутнеет, то, следовательно, вы полностью осадили катионы III аналитической группы. Отделите осадок (I) центрифугированием.

Так как сульфаты кальция, стронция и бария нерастворимы в кислотах и щелочах, то их необходимо перевести в карбонаты. Для этого к осадку 1 добавьте 5–10 мл насыщенного раствора Na_2CO_3 и кипятите его в течение 3–5 минут на водяной бане.

Затем раствор охладите, прибавьте к нему 2–3 мл воды, перемешайте, дайте отстояться и прозрачный слой жидкости слейте.

Затем снова добавьте к осадку 5–10 мл насыщенного карбоната натрия и повторите выше описанную операцию еще 2–3 раза. По окончании полученный осадок 2 охладите и отделите центрифугированием.

Осадок 2 промойте несколько раз теплой водой. Промывные воды отделите от осадка, и проверьте их на наличие иона SO_4^{2-} (реакция с BaCl_2). Если при добавлении к промывным водам BaCl_2 выпадает белый осадок, то осадок 2 необходимо еще несколько раз промыть теплой водой, пока реакция на сульфат-ион не будет отрицательна.

Осадок 2 растворите в уксусной кислоте. В результате вы получите раствор 1, который в первую очередь проверяют на наличие катиона бария.

В пробирку возьмите 3–4 капли раствора 1, прибавьте 3–4 капли уксусной кислоты и 3 капли бихромата калия. Выпадение осадка укажет на присутствие катионов Ba^{2+} . Для удаления катионов бария в коническую пробирку поместите 8–10 капель раствора 1, добавь-

те 5–6 капель CH_3COOH и 5–6 капель $K_2Cr_2O_7$, перемешайте стеклянной палочкой и через 2–3 минуты осадок отделите центрифугированием.

Для дальнейшего анализа в работе используется центрифугат (раствор 2). Раствор 2 проверьте на полноту осаждения катионов бария.

После отделения катиона бария раствор 2 проверяют на наличие катионов Sr^{2+} . Для этого к 2–3 каплям раствора 2 добавьте 2–3 капли гипсовой воды, нагрейте на водяной бане до 60–70°C. В течение 10–15 минут при наличии катионов стронция должно произойти выпадение осадка.

Если в контрольном растворе обнаружен стронций, то тогда 4–5 капель раствора 2 внести в коническую пробирку, добавьте 4–5 капель Na_2CO_3 и перемешайте. Образовавшийся осадок карбонатов стронция и кальция отделите центрифугированием и промойте дистиллированной водой с целью удаления избытка хромат-ионов, растворите в уксусной кислоте и добавьте раствор сульфата аммония. При этом катионы кальция останутся в растворе. Осадок отделите центрифугированием, а центрифугат разделите на две части. К одной части прибавьте оксалат аммония, а ко второй половине спирт или ацетон. Выпадение осадка укажет на присутствие катионов кальция.

Если в контрольном растворе нет катиона Sr^{2+} , то катион Ca^{2+} можно открыть реакцией с оксалатом аммония (см. опыт 7) или действием группового реагента (см. опыт 1).

5. Содержание отчета

Отчет должен содержать конспект общих и частных реакций катионов третьей аналитической группы, а также сводную таблицу качественных реакций. В отчете должна быть схема анализа смеси катионов III аналитической группы.

6. Контрольные вопросы

6.1. Как можно растворить осадок сульфата бария?

6.2. Для чего переводят осадок сульфатов бария, стронция и кальция в карбонаты кипячением с раствором соды, и для чего не-

обходимо тщательно промывать осадок и сливать маточный раствор?

6.3. Почему ионы бария отделяют от ионов стронция и кальция действием бихромата или хромата калия в уксуснокислой среде?

6.4. Для чего при осаждении катионов III аналитической группы групповым реактивом H_2SO_4 добавляют этиловый спирт или ацетон?

6.5. Растворимость карбоната кальция при некоторой температуре составляет $6,9 \cdot 10^{-5}$ моль/л. Определить произведение растворимости этой соли.

6.6. Вычислите растворимость сульфата бария, сульфата кальция и сульфата стронция в 1 литре воды.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4, 5

“Анализ смеси катионов первой, второй и третьей аналитической групп (учебная и контрольная задача)”

1. Цель работы

Изучить ход систематического анализа смеси катионов первой, второй и третьей аналитических групп и выполнить контрольное определение.

2. Задание

- 2.1. Провести систематический анализ смеси катионов 1–3 аналитических групп.
- 2.2. Выполнить контрольную задачу.
- 2.3. Составить отчет.
- 2.4. Сделать вывод о содержании в контрольном растворе катионов I–III аналитических групп.

3. Теоретическая часть

Исследование раствора, содержащего смесь катионов I–III аналитических групп, проводят систематическим методом анализа. Систематический ход анализа – это определенная последовательность открытия катионов, находящихся в смеси. Ионы, составляющие смесь, разделяют на группы действием группового реагента и затем из группы выделяют определенные катионы, которые открываются характерными для них реакциями. Если какая-нибудь группа катионов в растворе отсутствует, то групповой реагент укажет на это. Исследуемый раствор, содержащий смесь катионов I–III аналитических групп, может быть с осадком и без осадка.

4. Порядок выполнения работы

Получите контрольный раствор, в отчете укажите его номер. Внимательно рассмотрите полученный раствор, установите есть или нет в нем осадок, а после этого приступайте к работе.

4.1. Анализ контрольного раствора без осадка

4.1.1. В отдельной пробе определите присутствие иона аммония реактивом Несслера. При наличии катиона аммония выпадает осадок кирпичного цвета.

4.1.2. Проверьте анализируемый раствор на наличие ионов $[Hg_2^{+2}]$ реакцией восстановления катиона ртути (I) до металлической ртути.

Для этого на медную пластинку нанесите 1–2 капли контрольного раствора, через несколько минут раствор смойте и пластинку протрите фильтровальной бумагой. При наличии катионов $[Hg_2^{+2}]$ в растворе на пластине образуется блестящее пятно (амальгама).

4.1.3. Анализ катионов II аналитической группы.

После проведения предварительных испытаний контрольную смесь разделите на две части. Первую часть необходимо использовать для проверочных определений. Вторую часть используют для проведения анализа. Для этого в коническую пробирку поместите 30 капель исследуемого раствора, добавьте 3–4 капли концентрированной соляной кислоты и перемешайте. Выпадение осадка укажет на наличие в исследуемой смеси катионов второй аналитической группы. Выпавший осадок (I) отделите от раствора (I) центрифугированием. Осадок (I) промойте разбавленной соляной кислотой и анализируйте по схеме анализа катионов II аналитической группы (см. лабораторная работа № 2).

Центрифугат (I) может содержать катионы I и III аналитических групп.

Если при добавлении к контрольному раствору концентрированной кислоты осадок не образуется, то, следовательно, в контрольном растворе катионов второй аналитической группы нет, и их анализ проводить не следует.

4.1.4. Отделение катионов III аналитической группы и их анализ.

К 10–15 каплям раствора (1) добавьте такое же количество капель раствора серной кислоты и 50% от полученного объема ацето-

на или спирта. Выпадение осадка укажет на то, что в анализируемом растворе содержатся катионы III аналитической группы. Осадок (2) отделить от раствора (2) центрифугированием. В растворе (2) могут находиться катионы первой аналитической группы. Поэтому раствор (2) оставьте для дальнейшего исследования.

К осадку (2) добавьте 5–10 мл насыщенного раствора Na_2CO_3 и кипятите в течение 3–5 минут на водяной бане.

Затем раствор охладите, прибавьте к нему 2–3 мл воды, перемешайте, дайте отстояться и прозрачный слой жидкости слейте.

Затем снова добавьте к осадку в фарфоровой чашке 5–10 мл насыщенного карбоната натрия и повторите выше описанную операцию еще 2–3 раза. По окончании реакции полученный осадок 3 охладите и отделите центрифугированием.

Осадок (3) промойте несколько раз теплой водой. Промывные воды отделите от осадка, и проверьте их на наличие иона SO_4^{2-} (реакция с BaCl_2). Если при добавлении к промывным водам BaCl_2 выпадает белый осадок, то осадок (3) необходимо еще несколько раз промыть, пока реакция на сульфат-ион не будет отрицательна.

Осадок (3) растворите в уксусной кислоте. В результате вы получите раствор (3), который в первую очередь проверяют на наличие катиона бария.

В пробирку возьмите 3–4 капли раствора (3), прибавьте 3–4 капли уксусной кислоты и 3 капли бихромата калия. Выпадение осадка укажет на присутствие катионов Ba^{2+} . Для удаления катионов бария в коническую пробирку поместите 8–10 капель раствора (3), добавьте 5–6 капель CH_3COOH и 5–6 капель $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, перемешайте стеклянной палочкой и через 2–3 минуты осадок отделите центрифугированием.

Для дальнейшего анализа в работе используется центрифугат (раствор 4). Раствор (4) проверьте на полноту осаждения катионов бария.

После отделения катиона бария раствор (4) проверяют на наличие катионов Sr^{2+} . Для этого к 2–3 каплям раствора (4) добавьте 2–3 капли гипсовой воды, нагрейте на водяной бане до 60–70°C. В течение 10–15 минут при наличии катионов стронция должно произойти выпадение осадка.

Если в контрольном растворе обнаружен стронций, то тогда 4–5 капель раствора (4) внести в коническую пробирку, добавьте 4–5

капель Na_2CO_3 и перемешайте. Образовавшийся осадок карбонатов стронция и кальция отделите центрифугированием и промойте дистиллированной водой с целью удаления избытка хромат-ионов, растворите в уксусной кислоте и добавьте раствор сульфата аммония. При этом катионы кальция останутся в растворе. Осадок отделите центрифугированием, а центрифугат разделите на две части. К одной части прибавьте оксалат аммония, а ко второй половине спирт или ацетон. Выпадение осадка укажет на присутствие катионов кальция;

Если в контрольном растворе нет катиона Sr^{2+} , то катион Ca^{2+} можно открыть из раствора (4) реакцией с оксалатом аммония или действием группового реагента.

4.1.5. Анализ катионов первой аналитической группы, содержащихся в растворе (2).

Если при проведении предварительных испытаний в контрольном растворе был обнаружен катион аммония, то его необходимо удалить. Для этого раствор (2) переливают в фарфоровую чашку, выпаривают, прокаливают, проверяют полноту удаления катиона аммония. А затем частыми реакциями проверить присутствие катионов Na^+ (реакцией с $K[Sb(OH)_6]$) и K^+ (реакцией с $Na_3[Co(NO_2)_6]$).

Если катион аммония при проведении предварительных испытаний не был обнаружен, то катионы калия и натрия открывают в отдельных пробах из раствора (2) сразу.

4.2. Анализ контрольного раствора с осадком

4.2.1. Раствор с осадком взболтайте и разделите на две части. Первую часть используйте для систематического анализа, а вторую – для проведения проверочных определений.

К первой части добавьте при помешивании избыток раствор HCl и осадок (1) отделите центрифугированием от раствора (1). Раствор (1) содержит катионы I и III аналитических групп. В осадке (I) находятся катионы II аналитической группы.

4.2.2. Осадок (1) проверяем на наличие ионов Pb^{2+} . Для этого осадок (1) обработайте горячей водой и промывные воды

проверьте на присутствие катиона Pb^{2+} (реакция с KJ). Если реакция положительна, то осадок (1) необходимо отмыть от иона свинца горячей водой. При завершении данной операции центрифугированием отделить осадок (2).

К осадку (2) добавьте 5–7 капель 25% раствора аммиака и перемешайте. Если при этом наблюдается почернение осадка, то это указывает на присутствие катиона $[Hg^{+2}]$. Полученный аммиачный раствор отцентрифугируйте и отделить осадок (3). К центрифугату добавьте 3–4 капли азотной кислоты. Если при этом наблюдается выпадение осадка, то это свидетельствует о присутствии катиона серебра.

4.2.3. Для отделение катионов III аналитической группы к 10–15 каплям раствора (1) добавьте такое же количество капель раствора серной кислоты и 50% от полученного объема ацетона или спирта. Выпадение осадка укажет на то, что в анализируемом растворе содержатся катионы III аналитической группы. Осадок (3) отделить от раствора (3) центрифугированием. В растворе (3) могут находиться катионы первой аналитической группы. Поэтому раствор (3) оставьте для дальнейшего исследования.

К осадку (3) добавьте 5–10 мл насыщенного раствора Na_2CO_3 и кипятите в течение 3–5 минут на водяной бане.

Затем раствор охладите, прибавьте к нему 2–3 мл воды, перемешайте, дайте отстояться и прозрачный слой жидкости слейте.

Затем снова добавьте к осадку 5–10 мл насыщенного карбоната натрия и повторите выше описанную операцию еще 2–3 раза. По окончанию реакции полученный осадок 4 охладите и отделите центрифугированием.

Осадок (4) промойте несколько раз теплой водой. Промывные воды отделите от осадка, и проверьте их на наличие иона SO_4^{2-} (реакция с $BaCl_2$). Если при добавлении к промывным водам $BaCl_2$ выпадает белый осадок, то осадок (4) необходимо еще несколько раз промыть, пока реакция на сульфат-ион не будет отрицательна.

Осадок (4) растворите в уксусной кислоте. В результате вы получите раствор (4), который в первую очередь проверяют на наличие катиона бария.

В пробирку возьмите 3–4 капли раствора (4), прибавьте 3–4 капли уксусной кислоты и 3 капли бихромата калия. Выпадение осад-

ка укажет на присутствие катионов Ba^{2+} . Для удаления катионов бария в коническую пробирку поместите 8–10 капель раствора (4), добавьте 5–6 капель CH_3COOH и 5–6 капель $K_2Cr_2O_7$, перемешайте стеклянной палочкой и через 2–3 минуты осадок отделите центрифугированием (раствор 5).

Раствор (5) проверьте на полноту осаждения катионов бария.

После отделения катиона бария раствор (5) проверяют на наличие катионов Sr^{2+} . Для этого к 2–3 каплям раствора (5) добавьте 2–3 капли гипсовой воды, нагрейте на водяной бане до 60–70°C. В течение 10–15 минут при наличии катионов стронция должно произойти выпадение осадка.

Если в контрольном растворе обнаружен стронций, то тогда 4–5 капель раствора (5) внести в коническую пробирку, добавьте 4–5 капель Na_2CO_3 и перемешайте. Образовавшийся осадок карбонатов стронция и кальция отделите центрифугированием и промойте дистиллированной водой с целью удаления избытка хромат-ионов, растворите в уксусной кислоте и добавьте раствор сульфата аммония. При этом катионы кальция останутся в растворе. Осадок отделите центрифугированием, а центрифугат разделите на две части. К одной части прибавьте оксалат аммония, а ко второй половине спирт или ацетон. Выпадение осадка укажет на присутствие катионов кальция;

Если в контрольном растворе нет катиона Sr^{2+} , то катион Ca^{2+} можно открыть из раствора (5) реакцией с оксалатом аммония или действием группового реагента.

4.2.4. Анализируем раствор (3) на наличие катионов первой аналитической группы

В отдельной пробе определите присутствие иона аммония реактивом Несслера или реакцией со щелочью. Если катион аммония обнаружен, то его необходимо удалить. Для этого раствор (3) перелейте в фарфоровую чашку, выпарьте всю влагу, прокалите осадок, проверьте полноту удаления катиона аммония. Убедившись, что катион аммония удален полностью, растворите оставшуюся соль 5–10 каплями дистиллированной воды, разделите на две пробирки. А затем частыми реакциями проверьте присутствие катионов Na^+ (реакцией с $K[Sb(OH)_6]$) и K^+ (реакцией с $Na_3[Co(NO_2)_6]$).

Если катион аммония при проведении предварительных испытаний не был обнаружен, то катионы калия и натрия открывают в отдельных пробах из раствора (3) сразу.

5. Содержание отчета

Отчет включает в себя: цель работы, задание, описание хода анализа контрольной смеси с указанием варианта, заключение и выводы.

Пример оформления анализа контрольной пробы с осадком:

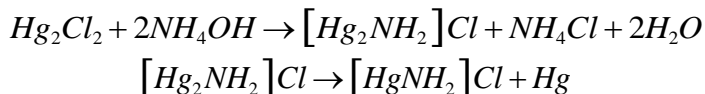
Контрольный раствор №____. Раствор с осадком.

К части контрольного раствора добавляем избыток раствора соляной кислоты. Осадок отделяем центрифугированием. Получаем осадок I и центрифугат I.

1. Анализ осадка I

Осадок I промываем горячей водой, и промывные воды анализируем на наличие иона Pb^{2+} действием иодида калия. Реакция отрицательная. Следовательно, в катион свинца (II) отсутствует.

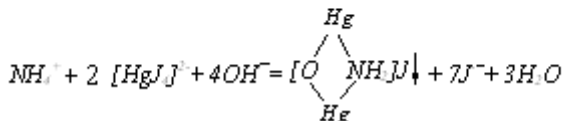
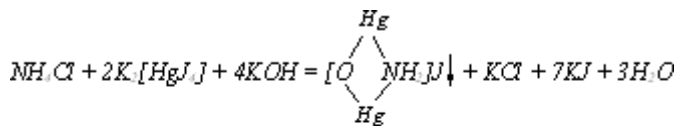
К осадку I добавляем несколько капель концентрированного раствора аммиака. Наблюдаем по чернение осадка. Следовательно, в растворе содержится катион ртути (I).



Отделяем центрифугированием осадок. Центрифугат делим на две части. К одной части прибавляем иодид калия, а к другой – азотную кислоту. В обоих случаях реакция отрицательная. Следовательно, катионов серебра в растворе нет.

2. Анализ центрифугата I

В отдельной пробе действием реактива Несслера анализируем контрольный раствор на наличие иона аммония. Реакция положительная. Следовательно, в растворе присутствует ион аммония:



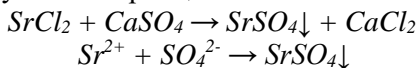
К центрифугату I добавляем серную кислоту и ацетон. Выпадение осадка указывает на наличие катионов III аналитической группы. Центрифугированием отделяем осадок. **Получаем осадок II и центрифугат II.**

3. Анализ осадка II

Переводим сульфаты III аналитической группы в карбонаты многократным кипячением осадка II с карбонатом натрия. Отмываем полученный осадок от сульфат ионов (проверка – отрицательная реакция с хлоридом бария). Растворяем полученный осадок в уксусной кислоте (**раствор 1**).

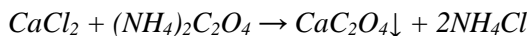
В отдельной пробе проверяем раствор на наличие ионов Ba^{2+} действием хромата калия. Реакция отрицательная. Следовательно, катионов бария в растворе нет.

В отдельной пробе проверяем раствор на наличие иона Sr^{2+} действием гипсовой воды и нагреванием. Через 10–15 минут после начала реакции наблюдаем выпадение осадка. Следовательно, в растворе присутствует ион стронция.



Для обнаружения катиона Ca^{2+} к нескольким каплям раствора 1 прибавляем столько же капель карбоната натрия. Отделяем осадок, промываем дистиллированной водой, растворяем в уксусной кислоте и добавляем сульфат аммония. Осадок отделяем, а в получен-

ном центрифугате определяем катион кальция. Для этого полученный центрифугат делим на две части. К одной из них добавляем оксалат аммония, а к другой ацетон. Наблюдаем выпадение белого осадка, т.е. реакция положительная. Следовательно, в растворе содержится катион кальция.

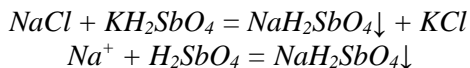


4. Анализ центрифугата II

Кипячением и прокаливанием удаляем ион аммония. Оставшуюся в тигле соль растворяем в небольшом количестве воды. Полученный раствор делим на две части.

В одной части раствора открываем катион K^+ действием гексанитрокобальтата(III) натрия. Реакция отрицательная. Следовательно, катиона калия в растворе нет.

В другой части открываем катион натрия действием $K[Sb(OH)_6]$. Наблюдаем выпадение белого кристаллического осадка. Следовательно, в растворе присутствует катион натрия.



Вывод: В контрольном растворе № _____ обнаружены катионы Hg^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , NH_4^+ , Na^+

6. Контрольные вопросы

6.1. На чем основано отделение катионов II группы из смеси катионов первых трех аналитических групп?

6.2. Какие условия необходимо соблюдать при отделении катионов второй аналитической группы?

6.3. Какие условия необходимо соблюдать при отделении катионов третьей аналитической группы?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6, 7

“Четвертая аналитическая группа катионов”

1. Цель работы

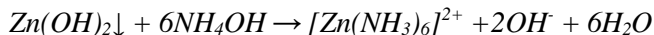
Изучить общие и частные реакции катионов четвертой группы, провести систематический ход анализа катионов.

2. Задание

- 2.1. Изучить общие реакции катионов. Исследовать полученные осадки на растворимость в кислотах и избытке щелочи.
- 2.2. Провести частные реакции катионов.
- 2.3. Провести систематический ход анализа смеси катионов IV аналитической группы
- 2.4. Оформить отчет.

3. Теоретическая часть

К катионам четвертой аналитической группы относятся Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , As^{3+} , As^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} . Групповым реагентом на катионы четвертой группы являются едкие щелочи, добавленные в эквивалентном количестве. Осадки гидроксидов катионов четвертой группы растворимы в избытке реагента. Гидроксиды катионов четвертой аналитической группы амфотерны, поэтому они растворяются и в кислотах. Аммиак осаждает катионы Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , в виде гидроокисей в присутствии солей аммония. В этих условиях гидроксид цинка растворяется вследствие образования $[Zn(NH_3)_6]^{2+}$ или $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ по уравнению:

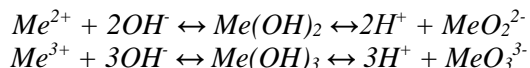


Катионы алюминия и цинка имеют в растворах постоянную степень окисления, остальные катионы – переменную и, в зависимости от степени окисления, проявляют свойства окислителей и восстановителей. Так как гидроксиды катионов четвертой группы являются слабыми основаниями, их соли с сильными кислотами подвергаются гидролизу, рН растворов этих солей меньше 7. В

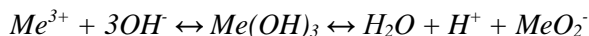
присутствии избытка щелочей катионы четвертой группы образуют анионы соответствующих кислот.

Катионы Cr^{3+} окрашены в зеленый или фиолетовый цвет, остальные катионы четвертой группы бесцветны.

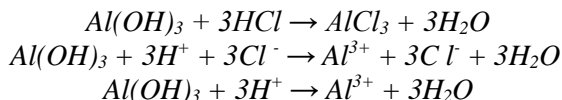
Так как гидроксиды катионов четвертой группы амфотерны, то в растворах они могут диссоциировать и по типу оснований и по типу кислоты:



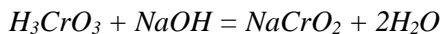
Гидроксиды, образованные катионами со степенью окисления +3, диссоциируют более сложно. Это связано с тем, что гидроксиды типа $Me(OH)_3$ хорошо отщепляют молекулу воды.



В соответствии с принципом Ле-Шателье при действии кислоты, диссоциация гидроокисей по кислотному типу подавляется. Кислота связывает ионы OH^- в практически недиссоциированные молекулы воды:

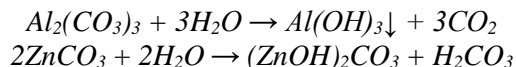


Сильные щелочи подавляют диссоциацию гидроксидов четвертой группы по типу основания. Они связывают ионы H^+ в H_2O :



Образующиеся при этом хромиты и алюминаты устойчивы только в присутствии избытка щелочи.

Большинство солей катионов четвертой группы подвергаются гидролизу. Например:

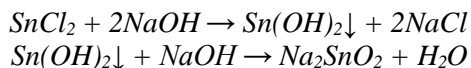
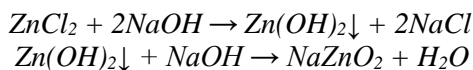
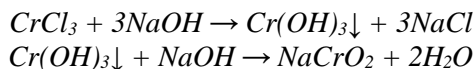
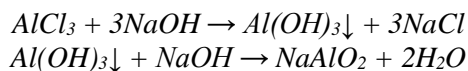


4. Порядок выполнения работы

4.1. Общие реакции катионов четвертой группы. Действие группового реагента

ОПЫТ № 1. Действие едких щелочей на катионы четвертой группы.

Едкие щелочи со всеми катионами четвертой группы (исключая мышьяк) образуют гидроксиды, растворяющиеся в избытке реагента:



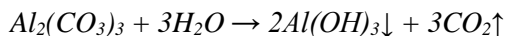
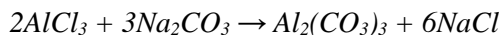
Возьмите четыре пробирки и внесите в каждую по 4 капли раствора соответствующей соли ($AlCl_3$, $CrCl_3$, $ZnCl_2$, $SnCl_2$), добавьте по 4 капли гидроксида натрия, перемешайте стеклянной палочкой, отметьте образование и цвет осадков.

Затем в каждую пробирку добавьте 6–7 капель раствора едкой щелочи, перемешайте стеклянной палочкой и сделайте вывод о растворимости осадков в избытке реактива.

Пробирки, содержащие алюминат натрия и хромит натрия нагрейте. Обратите внимание, в каком случае при нагревании происходит образование осадка.

ОПЫТ № 2. Действие растворимых карбонатов (Na_2CO_3 , K_2CO_3 , $(NH_4)_2CO_3$) на катионы четвертой группы.

Растворимые карбонаты осаждают катионы Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} и Sn^{4+} в виде соответствующих гидроксидов, катионы Zn^{2+} – в виде основной соли:

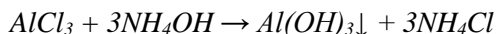


Возьмите четыре пробирки, в каждую внесите по 4–5 капель соответствующей соли ($AlCl_3$, $CrCl_3$, $ZnCl_2$, $SnCl_2$) и добавьте столько же карбоната натрия. Перемешайте стеклянной палочкой, отметьте образование и цвет осадков. Напишите уравнения реакций.

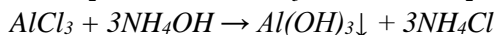
4.2. Частные реакции катионов Al^{3+}

ОПЫТ №3. Реакция с раствором аммиака.

Раствор аммиака (NH_4)OH осаждают катион Al^{3+} в виде $Al(OH)_3$, который несколько растворяется в избытке реагента. Однако при избытке гидроксида аммония образуется буферная смесь, которая препятствует увеличению pH и полного растворения осадка не наблюдается:



Гидроокись алюминия не растворяется в растворах солей аммония. Если алюминий находится в растворе в виде алюмината, то для осаждения его аммиаком необходимо разрушить алюминат, действуя какой-нибудь минеральной кислотой:



В одну пробирку внесите 4–5 капель $AlCl_3$ и столько же капель NH_4OH . Перемешайте стеклянной палочкой. Во вторую пробирку внесите 3–4 капли $AlCl_3$, добавьте 5–6 капель $NaOH$, а затем внесите 3–4 капли NH_4OH . Перемешайте стеклянной палочкой. Отметьте, в какой пробирке идет образование осадка. В третью пробирку вне-

сите 3–4 капли $AlCl_3$, добавьте 5–6 капель $NaOH$, 3–4 капли HCl , а затем внесите 3–4 капли NH_4OH . Отметьте ваши наблюдения.

ОПЫТ №4. Реакция с ализарином (1,2 – диоксиантрахинон $C_{14}H_6O_2OH$).

Ализарин и некоторые его производные образуют в аммиачной среде с катионом Al^{3+} труднорастворимое соединение ярко-красного цвета, называемое алюминиевым лаком. Реакцию с ализарином выполняют капельным методом.

На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1–2 капли раствора хлорида алюминия, затем подержите 1–2 мин над склянкой с концентрированным раствором аммиака. Катион Al^{3+} осаждается в виде $Al(OH)_3$. На полученное влажное пятно поместите каплю спиртового раствора ализарина и снова подержите в парах аммиака. Появление красно-фиолетового окрашивания говорит об образовании ализарината аммония. Для разрушения маскирующей окраски осторожно подсушите бумажку над пламенем горелки, окраска становится бледно-желтой, а пятно ализаринового лака приобретает розово-красный цвет.

Присутствие катионов Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Fe^{3+} в анализируемом растворе мешает открытию катиона Al^{3+} . Поэтому определение катиона Al^{3+} в этом случае проводят так: на полоску фильтровальной бумаги помещают каплю раствора ферроцианида калия $K_4[Fe(CN)_6]$. Затем прикасаются к центру пятна, образующегося на бумаге, кончиком капилляра с раствором соли алюминия или анализируемым раствором и держат капилляр несколько секунд, если в растворе присутствуют мешающие катионы, то в центре пятна появляется осадок малорастворимых гексацианоферратов(II) калия. Чтобы вымыть из него адсорбированные ионы алюминия, таким же путем наносят на осадок каплю воды. Теперь катион Al^{3+} находится в периферической части. Это пятно выдерживают над парами аммиака, который осаждает катион Al^{3+} в виде $Al(OH)_3$. Пятно по периферии обводят капилляром с раствором ализарина и снова обрабатывают газообразным аммиаком. При этом не должно оставаться желтого окрашивания, свойственного ализарину в кислой среде. После высушивания горячим воздухом (над пламенем горелки), внешняя часть кольца окрашивается в оранжево-красный цвет.

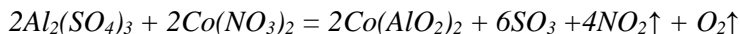
ОПЫТ № 5. Реакция с алюминоном (аммонийная соль аури-трикарбоновой кислоты).

Возьмите 4–5 капель $AlCl_3$, поместите их в пробирку, добавьте 2–3 капли 2 н. раствора уксусной кислоты CH_3COOH и 4–5 капель раствора алюминона. Пробирку со смесью нагрейте на водяной бане, перемешайте, добавьте раствор аммиака до щелочной реакции, а затем добавьте 3–4 капли 2 н. раствора карбоната аммония $(NH_4)_2CO_3$. опишите в отчете свои наблюдения.

Следует иметь в виду, что кроме алюминия лаки красного цвета с алюминоном образуют Fe^{3+} , Cr^{3+} , Ca^{2+} . В отличие от алюминиевого лака, лак, образованный хромом разрушается под действием аммиака, а образованный кальцием под действием карбоната аммония. Ион железа должен быть полностью отделен.

ОПЫТ № 6. Реакция на катион Al^{3+} сухим путем.

Твердые соединения алюминия и очень разбавленный раствор нитрата кобальта $Co(NO_3)_2$ после прокаливания окрашиваются в синий цвет вследствие образования алюмината кобальта $Co(AlO_2)_2$, имеющий синий цвет, называемый тенаровой синью:



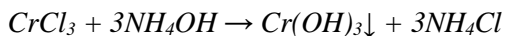
Для выполнения реакции немного сухой соли алюминия поместите в ушко нихромовой проволоки, смочите 1–2 каплями раствора соли кобальта (0,05 н.) и прокалите в пламени газовой горелки. Если присутствует катион алюминия, перл имеет темно-синюю окраску. Проведению этой реакции мешают катионы Zn^{2+} , Cr^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} .

4.3. Реакции катиона Cr^{3+}

Хром образует два ряда устойчивых солей: соли оксида хрома (III) и соли хромовой кислоты. Оксид хрома Cr_2O_3 проявляет амфотерный характер, он образует соли не только с кислотами, но и с основаниями ($CrCl_3$, $KCrO_2$). Растворы солей, содержащие катион Cr^{3+} , имеют зеленую или фиолетовую окраску. Оксид хрома CrO_3

является кислотным оксидом. Ему соответствуют хромовая H_2CrO_4 и двухромовая $H_2Cr_2O_7$ кислоты. Растворы, содержащие хромат-ион CrO_4^{2-} , имеют желтую окраску, бихромат-ион $Cr_2O_7^{2-}$ - оранжевую.

ОПЫТ № 7. Реакция с раствором аммиака.

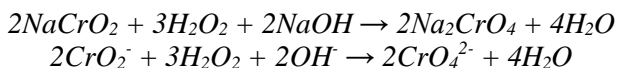
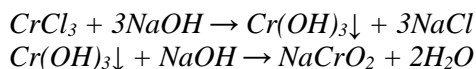


В пробирку налейте 3–4 капли Cr^{3+} , добавьте 10–12 капель гидроксида аммония. Перемешайте. Сделайте вывод об образующемся осадке.

Соли слабых кислот (Na_2CO_3 , $(NH_4)_2S$ и др.) так же образуют с катионом Cr^{3+} , осадок гидроксида хрома $Cr(OH)_3$ серо-зеленого (или серо-фиолетового) цвета.

ОПЫТ № 8. Окисления катиона Cr^{3+} в CrO_4^{2-} в щелочной среде.

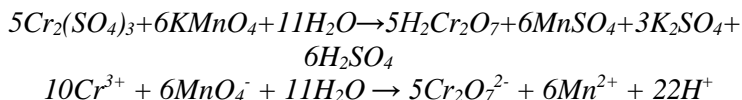
Окисление можно проводить перекисью водорода H_2O_2 или перекисью натрия Na_2O_2 .



Налейте в пробирку 3–4 капли раствора соли трехвалентного хрома. Добавьте 2–3 капли раствора H_2O_2 и 4 капли раствора $NaOH$. Содержимое пробирки нагрейте в течение 3–4 минут. Раствор над осадком (если он есть) или раствор окрасится в желтый цвет за счет образования хромат-ионов. Осадок отфильтруйте и к фильтрату добавьте раствор HNO_3 до появления оранжевой окраски. (Почему?). Затем прилейте 6–8 капель смеси эфира с изоамиловым спиртом и 2–3 капли раствора H_2O_2 . Смесь перемешайте. Появление интенсивно-синей окраски верхнего слоя указывает на образование H_2CrO_6 – надхромовой кислоты.

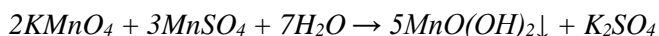
Условия проведения реакции. Окисление Cr^{3+} до CrO_4^{2-} должно протекать в щелочной среде. Окисление CrO_4^{2-} до H_2CrO_6 протекает в кислой среде. Открытие хрома при помощи этой реакции можно проводить в присутствии катионов всех аналитических групп.

ОПЫТ № 9. Окисление катиона Cr^{3+} перманганатом калия.

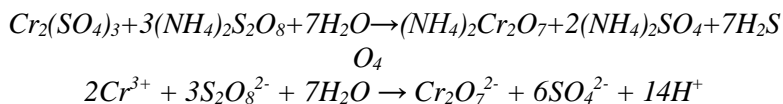


Налейте в пробирку 4–5 капель раствора сульфата хрома $Cr_2(SO_4)_3$ (не $CrCl_3$!) 3–4 капли раствора серной кислоты H_2SO_4 и 10 капель 0,1 н. раствора перманганата калия $KMnO_4$ (избытка реактива брать нельзя!), пробирку со смесью нагрейте на водяной бане несколько минут. Обратите внимание на изменение окраски – малиновый цвет раствора переходит в оранжевый.

При этой реакции малиновая окраска анионов MnO_4^- исчезает, но может появиться бурый осадок гидрата двуокиси марганца $MnO(OH)_2$ или марганцоватистой кислоты H_2MnO_3 . Выпадение осадка объясняется взаимодействием избытка перманганата калия $KMnO_4$ с образующейся солью – сульфатом марганца $MnSO_4$. Эта реакция хорошо идет при нагревании:

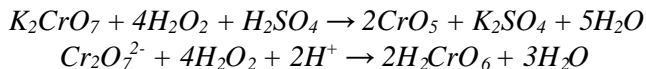


ОПЫТ № 10. Окисление катиона Cr^{3+} в кислой среде персульфатом аммония $(NH_4)_2S_2O_8$.



В пробирку возьмите 5–6 капель раствора персульфата аммония $(NH_4)_2S_2O_8$, прибавьте каплю 2 н. раствора серной кислоты и каплю раствора нитрата серебра $AgNO_3$ (катализатор), а затем 2–3 капли раствора сульфата хрома $Cr_2(SO_4)_3$. Хлорид хрома брать нельзя! Пробирку нагрейте на водяной бане. Появление оранжевого

окрашивания указывает на образование аниона $Cr_2O_7^{2-}$. Затем раствор охладите, и добавьте 2–3 капли перекиси водорода H_2O_2 и смесь изоамилового спирта с эфиром и быстро взболтайте. Верхний слой (смесь эфира с изоамиловым спиртом) окрашивается в синий цвет вследствие образования перекиси хрома CrO_5 или надхромовой кислоты H_2CrO_6 :



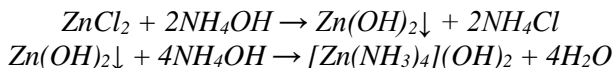
Реакция образования перекиси хрома CrO_5 очень чувствительная и позволяет открывать катион Cr^{3+} в присутствии катионов всех аналитических групп. Перекись хрома CrO_5 быстро разлагается водой, но устойчива в смеси эфира и изоамилового спирта.

Условия проведения опыта. Реакцию можно проводить только в кислой среде. Надхромовая кислота H_2CrO_6 неустойчива в водных растворах, поэтому реакция проводится в присутствии смеси изоамилового спирта и эфира, в которой она хорошо растворима. Реакция окисления хрома протекает в присутствии катализатора – ионов Ag^+ .

4.4. Реакции катиона Zn^{2+}

ОПЫТ № 11. Реакция катиона Zn^{2+} с раствором аммиака.

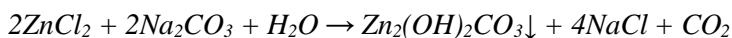
Водный раствор аммиака дает с катионом Zn^{2+} белый осадок гидроксида цинка $Zn(OH)_2$, растворимый в избытке реагента с образованием комплексного соединения – аммиаката цинка $[Zn(NH_3)_4](OH)_2$



Гидроксид цинка, обладая сравнительно большой величиной произведения растворимости ($PP_{Zn(OH)_2} = 7,1 \cdot 10^{-18}$), растворяется также в хлориде аммония.

Возьмите несколько капель хлорида цинка и по каплям прибавляйте раствор аммиака. Запишите свои наблюдения.

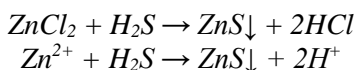
ОПЫТ № 12. Реакция катиона Zn^{2+} с карбонатами щелочных металлов и аммония.



Возьмите пробирку, поместите в нее 4–5 капель хлорида цинка $ZnCl_2$, добавьте 4–5 капель карбоната натрия. Отметьте цвет образовавшегося осадка. К полученному осадку добавьте 1–2 капли раствора соляной кислоты. Сделайте вывод о растворимости образующегося осадка в кислотах.

ОПЫТ №13. Реакция катиона Zn^{2+} с сероводородом.

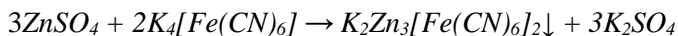
Сероводород H_2S образует с катионом Zn^{2+} белый осадок сульфида цинка ZnS :



Налейте в пробирку 3–4 капли раствора хлорида цинка $ZnCl_2$, добавьте 2–3 капли раствора ацетата натрия CH_3COONa и 5–7 капель сероводородной воды (можно взять сульфид натрия). Отметьте цвет выпавшего осадка. Проверьте pH раствора. При какой величине pH осадок сульфида цинка ZnS будет растворяться?

Условия проведения опыта. Осаждение можно проводить при pH 3–9. Реакция протекает лучше в уксуснокислой среде. Присутствие окислителей мешает проведению реакции.

ОПЫТ № 14. Реакция катиона Zn^{2+} с $K_4[Fe(CN)_6]$ (гексацианоферратом (II) калия).



К 4–5 каплям раствора хлорида цинка прибавьте 4–5 капель раствора гексацианоферрата (II) калия. Какой цвет имеет выпавший осадок?

Эта реакция позволяет отличить катион Zn^{2+} от катиона Al^{3+} , который с гексацианоферратом (II) калия осадка не образует.

ОПЫТ № 15. Реакция катиона Zn^{2+} с дифенилкарбазоном (дитизон)

Налейте в пробирку 2–3 капли анализируемого раствора, добавьте 5 капель 2 н. раствора едкого натра. Выпавший осадок (если он образуется) отцентрифугируйте. Каплю центрифугата поместите на предметное стекло или в маленькую фарфоровую чашку и обработайте 2–3 каплями раствора дитизона в хлороформе, перемешивайте стеклянной палочкой до тех пор, пока весь растворитель не испарится. При наличии катиона Zn^{2+} водный раствор приобретает розовую или красную окраску. При отсутствии его может появиться желтая окраска, вызванная образованием дитизоната натрия. Если окрашивание наблюдается только в слое растворителя, то это еще не говорит о присутствии катиона Zn^{2+} .

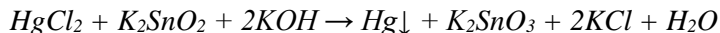
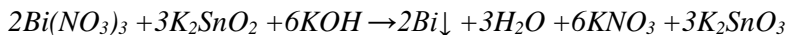
Дитизон образует с катионом Zn^{2+} внутрикомплексную соль красного цвета. Эта соль в щелочной среде окрашивает не только хлороформенный слой, но и верхний водный, что позволяет открывать данной реакцией катион Zn^{2+} в присутствии других катионов.

4.5. Реакции катионов Sn^{2+} и Sn^{4+}

Олово дает два ряда соединений: со степенью окисления +2 и +4. Соединения олова со степенью окисления +2 являются активными восстановителями, легко окисляющиеся до Sn^{4+} . В нейтральных растворах хлорид олова (II) $SnCl_2$, гидролизует, давая осадок гидросилхлорида олова (II) $Sn(OH)Cl$. Гидролиз раствора можно предотвратить, введя избыток кислоты.

ОПЫТ № 16. Восстановление катионом Sn^{2+} солей висмута и ртути.

Если к щелочному раствору солей, содержащих катион Sn^{2+} прилить небольшое количество раствора нитрата висмута $Bi(NO_3)_3$ или хлорида ртути $HgCl_2$, появится черный бархатистый осадок металлического висмута или ртути:



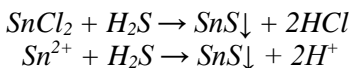
В пробирку налейте 4 капли раствора, содержащего катион Sn^{2+} , прибавьте 6–7 капель 2 н. раствора едкой щелочи. Обратите внимание: осадок должен выпасть, а затем раствориться (почему?). После этого добавьте в пробирку 1–2 капли раствора $Bi(NO_3)_3$. При наличии в растворе катиона Sn^{2+} выпадает черный бархатистый осадок висмута. Проведите подобную реакцию с нитратом ртути. Наблюдения опишите.

Условия проведения опыта. Реакция протекает в сильно щелочных растворах. Если в анализируемом растворе присутствуют ионы Sb^{3+} , то открытие проводят в присутствии анилина.

ОПЫТ № 17. Реакция восстановления катионов висмута катионом Sn^{2+} в присутствии анилина.

На полоску фильтровальной бумаги нанесите каплю раствора нитрата висмута $Bi(NO_3)_3$, высушите, нанесите каплю исследуемого раствора и затем одну каплю анилина $C_6H_5NH_2$. При наличии в растворе катиона Sn^{2+} на бумаге через некоторое время появится темное пятно. При помощи этой реакции можно открывать ион в присутствии катионов всех аналитических групп.

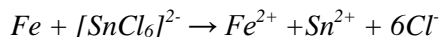
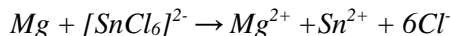
ОПЫТ № 18. Реакция с катиона Sn^{2+} сероводородом.



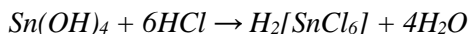
В пробирку прилейте 4–5 капель раствора хлорида олова (II) и прибавьте 5–7 капель сероводородной воды (можно взять сульфид натрия). Отметьте цвет выпавшего осадка.

ОПЫТ № 19. Реакция иона Sn^{4+} с металлическим магнием.

Металлический магний и металлическое железо восстанавливают Sn^{4+} до Sn^{2+} .



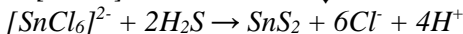
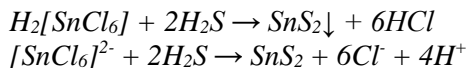
Примечание. Ион $[SnCl_6]^{2-}$ - образуется в ходе реакции:



В пробирку налейте 4–5 капель раствора $SnCl_4$, добавьте 2 капли концентрированной соляной кислоты и бросьте две стружки металлического магния, нагрейте 3–4 мин. на водяной бане. Полученный раствор проверьте на присутствие катиона двухвалентного олова (опыт № 16).

Условия проведения опыта. При восстановлении Sn^{4+} магнием реакция должна быть сильно кислой. Магний берется химически чистый. Перед добавлением раствора $Bi(NO_3)_3$ смесь обрабатывают раствором щелочи до образования Na_2SnO_2 .

ОПЫТ № 20. Реакция катиона Sn^{4+} с сероводородом



В пробирку прилейте 4–5 капель раствора хлорида олова (IV) и прибавьте 5–7 капель сероводородной воды (можно взять сульфид натрия). Отметьте цвет выпавшего осадка. Проверьте выпавший осадок на растворимость в соляной кислоте.

4.6. Систематический ход анализа смеси катионов четвертой группы

В пробирку внесите 6–7 капель исследуемого раствора, добавьте в пробирку 8 капель раствора аммиака и 6–7 капель перекиси водорода и затем нагрейте пробирку в течение 6–7 мин на водяной бане. Осадок гидроксида алюминия $Al(OH)_3$ и гидроксида олова $Sn(OH)_4$ отделите центрифугированием. Центрифугат пипеткой и перенесите в другую пробирку. Осадок растворите в 5–6 каплях соляной кислоты, и из полученного раствора откройте алюминий и олово, разделив раствор на две части. Определение катиона Al^{3+} проводят ализарином и нитратом кобальта $Co(NO_3)_2$. Sn^{IV} открывают с нитратом висмута $Bi(NO_3)_3$, восстановив его до катиона Sn^{2+} металлическим магнием.

Центрифугат, содержащий анионы CrO_4^{2-} и аммиакат цинка $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$, нейтрализуйте уксусной кислотой (добавляя кислоту по каплям и помешивая стеклянной палочкой) и нагрейте на водяной бане 2–5 мин, затем добавьте 5–6 капель раствора карбоната натрия Na_2CO_3 . Если в растворе имеется катион цинка, то он выпадет в осадок в виде основной соли $(ZnOH)_2CO_3$.

Осадок отделите и растворите в нескольких каплях уксусной кислоты. В полученном растворе катион Zn^{2+} обнаруживают реакцией с дитизоном или микрокристаллоскопической реакцией.

Фильтрат после отделения основной соли $(ZnOH)_2CO_3$ содержит хромат-ионы CrO_4^{2-} , которые открывают одной из качественных реакций.

4.7. Анализ смеси катионов четвертой группы дробным методом

Анализ смеси катионов четвертой группы можно проводить дробным методом. Обычно рекомендуется начинать исследование с определения катиона Sn^{2+} , чтобы избежать влияния процесса «старения».

Катионы $Sn(II)$ и $Sn(IV)$ откройте из отдельной пробы общего раствора реакцией с нитратом висмута $Bi(NO_3)_3$.

Катион Cr^{3+} откройте из отдельной пробы исследуемого раствора окислением перекисью водорода до CrO_5 .

Катион Zn^{2+} откройте из отдельной пробы общего раствора реакциями с дитизоном или сероводородом; а алюминий – ализарином с применением $K_4[Fe(CN)_6]$ для устранения мешающего влияния других катионов или алюминоном.

Дробный метод определения служит чаще всего для предварительного исследования раствора на катионы четвертой группы.

Окончательные результаты получают, проверяя наличие тех или иных катионов систематическим ходом анализа. Следует иметь в виду, что систематический анализ смеси катионов четвертой аналитической группы осложняется, если катионы цинка и хрома присутствуют одновременно за счет образования нерастворимого цинката хрома.

5. Содержание отчета

Отчет должен содержать: конспект частных реакций катионов четвертой группы, сводную таблицу реакций катионов четвертой группы, схему систематического хода анализа катионов четвертой группы.

Все реакции необходимо представить в полном, полном ионном и сокращенном ионном виде. Реакции окисления-восстановления должны содержать электронно-ионный баланс.

6. Контрольные вопросы

6.1. По справочнику Ю.Ю. Лурье подобрать несколько окислителей, которыми можно окислить катионы Cr^{3+} в CrO_4^{2-} или в $Cr_2O_7^{2-}$. Напишите уравнения реакций и составьте электронно-ионный баланс.

6.2. Будут ли катионы двухвалентного олова окисляться перманганатом калия? В какой среде эта реакция будет протекать более энергично. Напишите уравнения реакции методом полуреакций.

6.3. Какова будет реакция водных растворов солей, формулы которых KJ , NH_4Br , Na_2S , NH_4Cl ? Подтвердите уравнениями реакций.

6.4. Вычислить степень гидролиза 0,1M раствора ацетата натрия?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8 “Пятая аналитическая группа катионов”

1. Цель работы

Изучить общие и частные реакции катионов пятой аналитической группы и систематический ход анализа смеси группы гидроксидов, нерастворимых в избытке щелочи.

2. Задание

2.1. Провести реакции катионов пятой аналитической группы с групповым реагентом.

2.2. Изучить частные реакции катионов пятой группы.

2.3. Провести систематический ход анализа смеси катионов пятой аналитической группы.

2.4. Оформить отчет.

3. Теоретическая часть

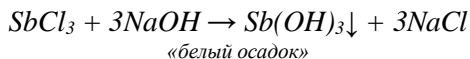
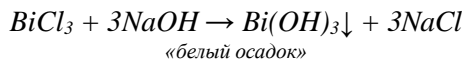
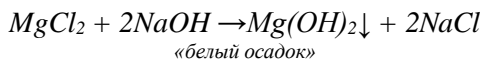
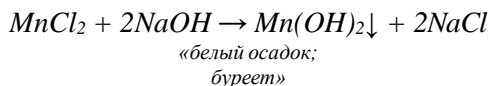
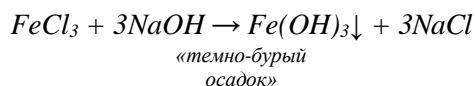
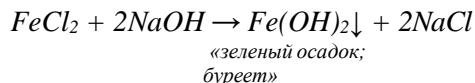
К пятой аналитической группе катионов относятся катионы Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} . Катионы пятой группы в отличие от катионов других аналитических групп при взаимодействии со щелочами образуют окрашенные в различные цвета осадки гидроксидов, нерастворимых в избытке щелочей и растворе аммиака, но растворимые в кислотах. Это указывает на то, что гидроксиды катионов данной аналитической группы обладают ясно выраженными амфотерными свойствами. Эти элементы за исключением висмута и магния имеют переменную степень окисления и обладают способностью комплексообразования.

Нитраты, хлориды и сульфаты железа, марганца и магния хорошо растворимы в воде. Соли сурьмы и висмута при растворении в воде легко гидролизуются, образуя основные соли. Карбонаты, фосфаты и гидрофосфаты катионов пятой группы в воде не растворимы. Сероводород осаждает из нейтральных растворов сульфиды всех катионов пятой группы, которые растворимы в растворах соляной кислоты, за исключением сульфидов висмута и сурьмы.

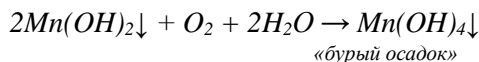
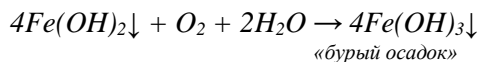
4. Порядок выполнения работы

4.1. Действие группового реагента

Групповым реагентом на катионы пятой аналитической группы являются растворы щелочей, которые осаждают гидроксиды катионов пятой группы:



Осадки гидроксидов Fe^{2+} и Mn^{2+} на воздухе быстро буреют вследствие окисления кислородом воздуха:



Осадок гидроксида висмута $Bi(OH)_3$ при нагревании желтеет вследствие образования оксовисмута (висмутила):

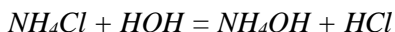


Растворимость гидроксидов различается для разных катионов пятой группы. В воде и щелочах осадки гидроксидов нерастворимы, за исключением свежесозданного гидроксида сурьмы $Sb(OH)_3$, который растворим с образованием комплексного соединения тетрагидроксостибата калия:



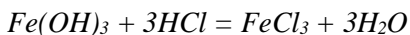
Гидроксид железа Fe^{2+} несколько растворим в солях аммония, поэтому водным раствором аммиака осаждается не полностью.

Гидроксид магния растворим в солях аммония вследствие того, что соли аммония при гидролизе образуют сильную кислоту:



Среда раствора становится кислой, и гидроксид магния растворяется, так как для начала его осаждения необходимо значение $pH > 10,4$. Кроме того, ион аммония связывает гидроксил в малодиссоциированное соединение, вследствие чего нарушается равновесное состояние и осадок $Mg(OH)_2$ растворяется.

Все гидроксиды катионов пятой группы растворяются в сильных кислотах с образованием соответствующих солей, например:



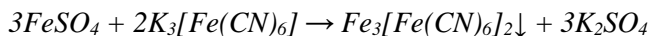
ОПЫТ № 1. Реакции с групповым реагентом

В пробирки налейте по 5 капель растворов солей Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , в каждую пробирку добавьте по 5 капель воды и по 5 капель раствора едкого натра и оставляют на несколько минут. Повторите опыт с раствором аммиака, а также с раствором аммиака в присутствии солей аммония. Опишите результаты наблюдений.

4.2. Частные реакции катиона Fe^{2+}

ОПЫТ № 2. Реакция катиона Fe^{2+} с гексацианоферратом (III) калия

Гексацианоферрат (III) калия дает с катионом Fe^{2+} синий осадок турнбулевой сини:



Осадок не растворяется в кислотах. Течению этой реакции благоприятствует умеренное подкисление раствора. Свободная щелочь вызывает разложение турнбулевой сини. Другие катионы пятой группы не мешают определению Fe^{2+} .

В пробирку прилейте 2–3 капли раствора сульфата железа (II), добавьте 4–5 капель воды и 2–3 капли гексацианоферрата (III) калия. Обратите внимание на цвет осадка. Проверьте его растворимость в кислотах и щелочах. Опишите свои наблюдения.

ОПЫТ № 3. Реакция катиона Fe^{2+} с диметилглиоксимом (реактив Чугаева)

Диметилглиоксим образует с катионом Fe^{2+} внутрикомплексную соль карминово-красного цвета. Так как диметилглиоксим является важнейшим реагентом на катионы никеля, с которым он образует соединение розового цвета, использовать эту реакцию для обнаружения Fe^{2+} можно только при доказанном отсутствии Ni^{2+} .

На предметное стекло поместите каплю анализируемого раствора, добавьте каплю реактива Чугаева и каплю раствора аммиака. В присутствии катиона Fe^{2+} раствор окрашивается в карминово-красный цвет.

Реакцию проводят при $pH = 9$. Обнаружению катионов Fe^{2+} мешают катионы марганца и никеля.

4.3. Частные реакции катиона Fe^{3+}

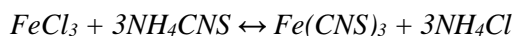
ОПЫТ № 4. Реакция катиона Fe^{3+} с гексацианоферратом (II) калия

Ферроцианид калия $K_4[Fe(CN)_6]$ образует с катионом Fe^{3+} темно-синий осадок берлинской лазури $Fe_4[Fe(CN)_6]$ реакцию лучше проводить в слабо кислых растворах. Слишком сильное подкисление может привести к растворению осадка.

В пробирку внесите 2–3 капли анализируемого раствора, добавьте 3–4 капли дистиллированной воды, 1–2 капли соляной кислоты и 2 капли раствора ферроцианида калия. В присутствии катионов Fe^{3+} образуется синий осадок или окрашивание. Реакцию можно проводить капельным методом на фильтровальной бумаге. Другие катионы не мешают открытию Fe^{3+} . Свободные щелочи разлагают берлинскую лазурь.

ОПЫТ № 5. Реакция катиона Fe^{3+} с роданидом аммония.

Роданид аммония NH_4CNS образует с катионом Fe^{3+} роданид железа кроваво-красного цвета:

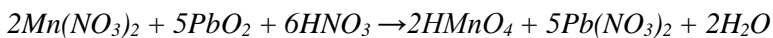


В пробирку внесите 2–3 капли анализируемого раствора. Добавьте 4 капли воды и 2 капли раствора роданида аммония (или калия). При наличии катионов Fe^{3+} раствор окрашивается в кроваво-красный цвет. Реакцию проводят при $pH < 3$. Для полноты протекания реакции необходимо использовать концентрированные растворы роданидов.

4.4. Частные реакции катиона Mn^{2+}

При обнаружении катионов марганца (II) очень большое значение имеют реакции окисления катиона Mn^{2+} в анион MnO_4^- , так как они позволяют открывать катиона Mn^{2+} в присутствии катионов всех аналитических групп. В качестве окислителей можно использовать диоксид свинца, персульфат аммония и другие окислители, окислительно-восстановительный потенциал которых выше 1,51 В.

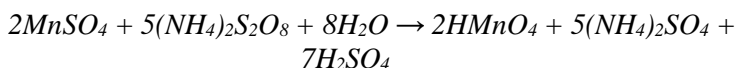
ОПЫТ № 6. Окисление катиона Mn^{2+} в анион MnO_4^- диоксидом свинца



В пробирку внесите немного диоксида свинца, добавьте 5–7 капель азотной кислоты и нагрейте. Если окраска раствора малиновая, значит, диоксид свинца содержит следы марганца и для опыта не пригоден. Если же окраска отсутствует, прибавьте каплю испытуемого раствора, разбавленного в 10 раз. При наличии катиона марганца раствор окрашивается в малиновый цвет.

Большие концентрации раствора соли марганца могут привести к выпадению $MnO(OH)_2$ бурого цвета. Реакция должна проводиться при $pH < 2$. Хлорид марганца брать нельзя (почему?). Анионы – восстановители мешают проведению реакции и должны быть удалены. Нагревание способствует проведению реакции.

ОПЫТ № 7. Окисление катиона Mn^{2+} в анион MnO_4^- персульфатом аммония

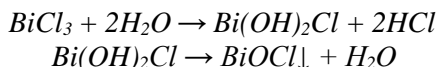


В пробирку поместите немного персульфата аммония (кристаллического), прибавьте 8 капель 2 н. раствора азотной кислоты, 2 капли нитрата серебра и нагрейте. В нагретую смесь внесите каплю в 20 раз разбавленного испытуемого раствора и перемешайте. Если окраска слабая, то можно добавить еще испытуемого раствора, если же выпадет бурый осадок $MnO(OH)_2$, опыт повторите, разбавив испытуемый раствор.

Опыт проводится при $pH < 2$. Реакция протекает в присутствии катализатора (ионов серебра). Восстановители мешают проведению реакции.

4.5. Реакции катиона Bi^{3+}

ОПЫТ № 8. Реакция гидролиза солей Bi (III)



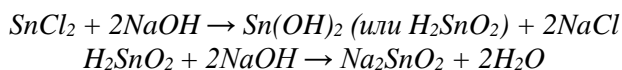
Группа $-Bi=O$, входящая в состав основных солей висмута называется висмутилом.

В пробирку внесите несколько капель раствора соли висмута и сильно разбавьте водой. Опишите свои наблюдения. Если при проведении реакции используется нитрат висмута, то к раствору необходимо добавить несколько капель хлорида аммония, так как азотнокислый висмутит более растворим, чем хлористый.

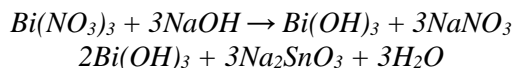
Соли сурьмы мешают проведению реакции. Хлористый висмутит $BiOCl$ не растворяется в винной кислоте (в отличие от $SbOCl$).

ОПЫТ № 9. Восстановление катиона Bi^{3+} до металлического висмута

В пробирку прилейте 3 капли раствора хлорида олова (II) $SnCl_2$ и прибавьте избыток гидроксида натрия, чтобы первоначально выпавший осадок растворился:



К полученному щелочному раствору прибавьте 2 капли анализируемого раствора. При наличии катионов Bi^{3+} выпадает черный осадок металлического висмута:

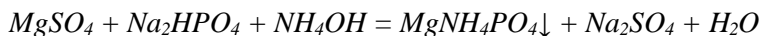


Для проведения опыта берется свежеприготовленный раствор $SnCl_2$. Не следует брать большого избытка щелочи. Проведению опыта мешают ионы, восстанавливаемые двуххлористым оловом (Ag^+ , Hg^{2+} и др.)

4.6. Реакции катиона Mg^{2+}

ОПЫТ № 10. Реакция катиона Mg^{2+} с гидрофосфатом натрия

Гидрофосфат натрия дает с катионом Mg^{2+} в присутствии гидроксида и хлорида аммония NH_4OH и NH_4Cl белый кристаллический осадок фосфата магния – аммония:



Хлорид аммония добавляют, чтобы не выпал аморфный осадок гидроксида магния. Выполнять эту реакцию лучше в кислом растворе, постепенно понижая кислотность прибавлением аммиака.

В пробирку прилейте 3–4 капли испытуемого раствора и смешайте с 4–5 каплями 2 н. раствора соляной кислоты и 3–5 каплями раствора гидрофосфата аммония. После этого прибавьте к раствору по одной капле 2 н. раствора аммиака, перемешивая раствор после каждой капли. Вначале аммиак нейтрализует соляную кислоту, образуя NH_4Cl , препятствующий образованию гидроксида магния. После окончания реакции выпадает характерный кристаллический осадок – фосфат магния аммония $MgNH_4PO_4$.

Реакцию проводят в аммиачной среде при $pH = 8$. Избыток катионов NH_4^+ мешает выпадению осадка фосфата магния – аммония. Не следует брать избыток соляной кислоты. Катионы всех аналитических групп, кроме первой, могут мешать проведению реакции.

ОПЫТ № 11. Микрокристаллическая реакция

Каплю раствора соли магния, содержащую немного хлорида аммония поместите на предметное стекло и обработайте в парах 25% раствора аммиака. Затем в каплю поместите кристаллик гидрофосфата натрия и рассмотрите выпавшие кристаллы под микроскопом. Образовавшиеся кристаллы зарисовать.

ОПЫТ № 12. Реакция катиона Mg^{2+} с магнезоном I или магнезоном II

Магнезон I или магнезон II в щелочной среде с катионом Mg^{2+} дают красную или красно-фиолетовую окраску. Эта реакция основана на свойстве гидроксида магния адсорбировать некоторые красители, причем их окраска в сорбированном состоянии оказывается иной, чем в растворе.

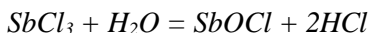
На предметное стекло поместите 1–2 капли исследуемого раствора и добавьте 1–2 капли щелочного раствора реактива. Появляется синий осадок или синяя окраска. Если раствор имеет сильно-кислую реакцию, то появляется желтая окраска. В данном случае к раствору прибавьте несколько капель раствора щелочи.

Реакцию необходимо проводить в щелочной среде при $\text{pH} > 10$. Реакции мешает наличие солей аммония.

4.7. Реакции иона Sb^{3+}

ОПЫТ № 13. Реакция гидролиза солей Sb(III)

При действии воды, соли сурьмы подвергаются гидролизу в большей степени, чем соли висмута:



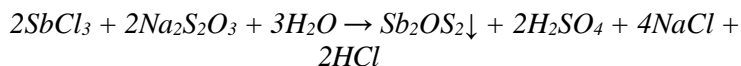
Группа $-\text{Sb}=\text{O}$ называется антимониллом.

К нескольким каплям раствора соли сурьмы добавьте 10–15 капель воды. Опишите свои наблюдения.

При проведении реакции pH среды должен быть 3–4. В более кислой среде осадок может не выделиться. Нагревание способствует выпадению осадка. Наличие в растворе винной кислоты препятствует выпадению осадка (в отличие от солей висмута).

ОПЫТ № 14. Реакция катиона Sb^{3+} с тиосульфатом натрия.

Тиосульфат натрия в слабокислой среде с катионом сурьмы дает при нагревании красный осадок сероокиси сурьмы (сурьмяная киноварь):



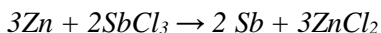
В пробирку прилейте 2–3 капли раствора хлорида сурьмы, добавьте каплю серной кислоты, 5–6 капель воды и кристаллик тиосульфата натрия. Содержимое пробирки нагрейте. Отметьте в отчете, какого цвета осадок при этом образуется.

Большой избыток кислоты может привести к разложению реагента. При наличии ионов Bi^{3+} выпадает черный осадок, который будет маскировать окраску сероокиси сурьмы.

Избыток серной кислоты разлагает реактив с образованием диоксида серы и просто серы. Наличие катионов, образующих трудно растворимые сульфиды, мешает проведению реакции.

ОПЫТ № 15. Восстановление иона Sb^{3+} до металлической сурьмы

Восстановить катионы можно металлами, стоящими в ряду напряжений левее сурьмы, например, цинком:



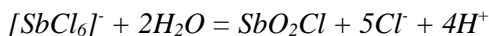
На хорошо очищенную наждачной бумагой цинковую, алюминиевую или железную пластинку нанесите каплю подкисленного соляной кислотой анализируемого раствора. Через некоторое время (через 2–3 минуты) пластинка под каплей становится черной в результате выделения металлической сурьмы.

Раствор должен иметь кислую реакцию ($pH = 2-3$), испытуемый раствор не должен содержать сильных окислителей.

4.8. Реакции катионов Sb^{5+}

ОПЫТ № 16. Реакция гидролиза солей $Sb(V)$

При разбавлении растворов солей $Sb(V)$ происходит гидролиз и выделяется белый осадок основных солей сурьмы. При нагревании с избытком HCl осадок растворяется:



К 1–2 каплям соли $Sb(V)$ прибавьте 10–12 капель воды. Отметьте свои наблюдения в отчете. Добавьте к полученному осадку избыток соляной кислоты и нагрейте. Что вы наблюдаете?

ОПЫТ № 17. Восстановление ионов Sb^{5+} до металлической сурьмы

Металлы цинк, олово, магний восстанавливают также, как и ионы Sb^{3+} ионы Sb^{5+} до металлической сурьмы (по 15 опыту).

Проведите опыт аналогично опыту № 15. Опишите свои наблюдения в отчете.

ОПЫТ № 18. Реакция ионов Sb^{5+} с метиловым фиолетовым

Метиловый фиолетовый в солянокислых средах с катионом Sb^{5+} дает фиолетовое окрашивание.

В пробирку внесите 2–3 капли анализируемого раствора, 2–3 капли концентрированной соляной кислоты и 1–2 капли раствора нитрита натрия $NaNO_2$. Затем добавьте 2–3 капли насыщенного раствора мочевины и слегка нагрейте. 2 капли приготовленного раствора поместите в пробирку и налейте 1 мл 0,01% метилового фиолетового. При наличии Sb^{5+} раствор приобретает фиолетово-синюю окраску.

Холостой опыт (проведение всех операций, но без анализируемого раствора) не должен дать фиолетовой окраски.

4.9. Систематический анализ смеси катионов пятой аналитической группы

В отдельных пробах анализируемого раствора проведите реакции на катионы Fe^{2+} и Fe^{3+} с гексацианоферратом (III) и гексацианоферратом (II) калия.

Часть раствора разведите в пять раз дистиллированной водой, образовавшийся осадок основных солей висмута и сурьмы отделите центрифугированием и обработайте раствором винной кислоты. При этом основные соли сурьмы растворяются, и в осадке остаются основные соли висмута.

Виннокислый раствор проверьте на наличие ионов сурьмы реакцией с метиловым фиолетовым.

Осадок, содержащий соли висмута, растворите в концентрированной соляной кислоте и откройте ион Bi^{3+} хлоридом олова.

Центрифугат, освобожденный от ионов сурьмы и висмута, обработайте раствором едкой щелочи, добавьте пероксид водорода, нагрейте и отделите осадок.

Осадок обработайте раствором хлористого аммония для определения солей магния, которые и откройте в растворе реакцией с магниезоном или гидрофосфатом натрия.

Осадок после отделения солей магния обработайте соляной кислотой и в растворе откройте ион Mn^{2+} реакцией с персульфатом аммония.

5. Содержание отчета

Уравнение частных реакций катионов пятой группы должны быть написаны в полном и сокращенном ионном видах, окислительно-восстановительные реакции должны быть представлены методом электронно-ионного баланса.

Необходимо составить сводную таблицу частных реакций катионов пятой группы.

Схема систематического анализа смеси катионов пятой группы должна быть представлена в графическом виде.

6. Контрольные вопросы

- 6.1. Какие катионы относятся к пятой группе?
- 6.2. Общая характеристика катионов пятой группы.
- 6.3. Что происходит с осадками гидроксидов Mg^{2+} и Fe^{2+} на воздухе?
- 6.4. Почему гидроксид магния растворим в солях аммония?
- 6.5. Как отличить Sb^{3+} и Bi^{3+} ?
- 6.6. Напишите формулы азотнокислого висмутила и хлористого антимонила.
- 6.7. Какова роль нитрата серебра при окислении Mn^{2+} до MnO_4^- ?
- 6.8. Как можно разделить смесь катионов Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} ? Напишите уравнения химических реакций.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9

“Шестая аналитическая группа катионов”

1. Цель работы

Изучить общие и частные реакции катионов шестой аналитической группы и провести систематический анализ смеси.

2. Задание

- 2.1. Провести общие реакции катионов.
- 2.2. Провести частные реакции катионов.
- 2.3. Провести систематический анализ смеси катионов шестой аналитической группы.
- 2.4. Провести анализ смеси катионов шестой группы дробным методом.
- 2.5. Оформить отчет.

3. Теоретическая часть

К шестой аналитической группе относятся катионы Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} . Катионы шестой аналитической группы осаждаются раствором аммиака, образуя осадки гидроксидов и основных солей. Осадки гидроксидов и основных солей растворяются в избытке реагента, образуя комплексные соли. Это свойство отличает катионы шестой группы от катионов всех остальных аналитических групп, поэтому раствор аммиака является групповым реагентом на катионы шестой аналитической группы.

При взаимодействии катионов шестой группы с растворами едких щелочей в осадок выпадают их гидроксиды или основные соли, растворимые в кислотах и нерастворимые в щелочах.

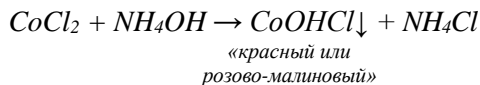
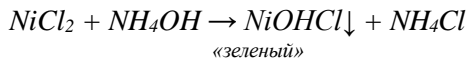
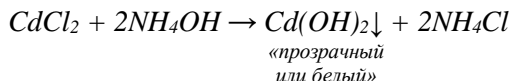
Сероводород осаждает сульфиды катионов шестой группы – образуется осадок сульфидов черного цвета. Сульфиды катионов шестой группы нерастворимы в минеральных кислотах. Карбонаты щелочных металлов осаждают карбонаты или основные карбонаты катионов шестой группы, нерастворимые в кислотах. Фосфаты катионов шестой группы осаждаются при взаимодействии с гидрофосфатом натрия и растворимы в кислотах. Катионы меди, кобаль-

та и никеля в растворах окрашены соответственно в синий или зеленый, розовый или зеленый цвета. Катионы ртути и кадмия бесцветны.

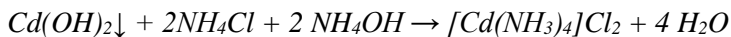
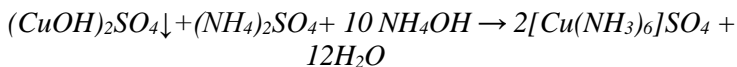
4. Порядок выполнения работы.

4.1. Действие группового реагента

Групповым реагентом на катионы шестой аналитической группы является водный раствор аммиака (гидроксид аммония). При взаимодействии эквивалентных количеств гидроксида аммония с солями катионов шестой группы образуются осадки различного состава:



При добавлении избытка гидроксида аммония осадки растворяются с образованием комплексных солей:





Хлорид гексаминкобальта (II) под действием кислорода воздуха постепенно переходит в хлорид хлорпентаминкобальта (III), обладающий вишнево-красной окраской. Эта реакция происходит мгновенно в присутствии пероксида водорода.

В присутствии едких щелочей катионы шестой группы образуют гидроксиды, за исключением ртути (II), образующей оксид ртути, и кобальта, образующего основные соли типа $CoOHCl$. В избытке щелочей гидроксиды не растворяются.

ОПЫТ № 1. Реакция с групповым реагентом

В 4 пробирки внесите по три капли раствора соответствующей соли ($CuSO_4$, $CdCl_2$, $NiSO_4$, $CoCl_2$), добавить сначала по 3 капли 25% раствора аммиака и перемешать стеклянной палочкой. Отметьте, какого цвета осадки при этом образуются. Затем в каждую пробирку добавьте еще по 5 капель концентрированного раствора аммиака, снова перемешайте стеклянной палочкой; кроме того, в пробирки, содержащие катионы Hg^{2+} и Co^{2+} добавьте несколько кристаллов хлорида аммония. Сравните цвет осадков с окраской растворов комплексных солей.

ОПЫТ № 2. Реакция со щелочами

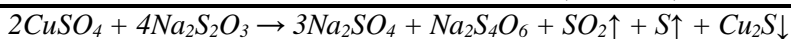
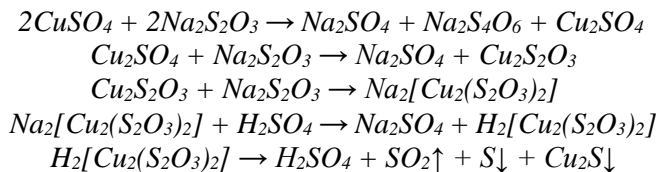
В 4 пробирки внесите по три капли соответствующей соли, добавьте по три капли раствора щелочи и перемешайте стеклянной палочкой. Обратите внимание на характер и цвет осадка. Затем в каждую пробирку добавьте по 8 капель соляной кислоты и перемешивают стеклянной палочкой; обратите внимание на растворимость осадков и цвет получающихся растворов.

4.2. Реакции катионов Cu^{2+}

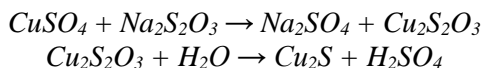
ОПЫТ № 3. Реакция катионов Cu^{2+} с тиосульфатом натрия

Тиосульфат натрия, прибавленный к подкисленному раствору соли меди, обесцвечивает раствор в связи с образованием комплексной соли. При нагревании полученного раствора образуется темно-бурый осадок сульфата меди Cu_2S .

Реакция катиона может протекать с тиосульфатом натрия с образованием различных продуктов в зависимости от количества реагента. При избытке:



При эквивалентных соотношениях и недостатке реагента:



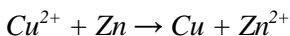
В пробирку внесите 2–3 капли раствора сульфата меди, добавьте 4–5 капель воды, 2–3 капли раствора серной кислоты и 2–3 кристаллика тиосульфата натрия. Перемешайте стеклянной палочкой и нагрейте. Образуется темно-бурый осадок сульфида меди (I) и серы.

Эта реакция может быть использована для отделения катиона меди от катиона кадмия, который тиосульфатом натрия не осаждается. Сульфид меди растворяется в разбавленной азотной кислоте, сульфид ртути не растворяется.

Реакцию проводят при $pH = 2-3$, присутствие азотной кислоты мешает проведению реакции, так как она окисляет тиосульфат натрия до сульфата натрия и серы.

ОПЫТ № 4. Восстановление катионов Cu^{2+} до металлической меди

Металлическое железо, алюминий и цинк восстанавливают катионы меди до свободного металла, имеющего вид красной губчатой массы:



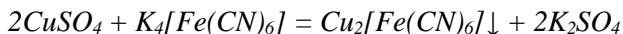
Эта реакция может быть использована для отделения Cu^{2+} от Cd^{2+} . В присутствии серной кислоты растворимый в кислотах металлический кадмий не выделяется. Медь в разбавленной серной кислоте не растворяется.

На обезжиренную и зачищенную металлическую пластинку (алюминиевую, цинковую или железную) наносят каплю раствора соли меди, подкисленного серной кислотой. Через некоторое время появляется красноватое пятно меди.

Реакцию следует проводить в кислой среде при $pH = 1-2$. В присутствии азотной кислоты осаждение меди не происходит.

ОПЫТ № 5. Реакция катионов Cu^{2+} с гексацианоферратом (II) калия

Гексацианоферрат (II) калия образует с катионами меди красно-бурый осадок гексацианоферрата (II) меди, нерастворимый в разбавленных кислотах:



В пробирку налейте 2–3 капли раствора сульфата меди, 5–6 капель воды и 1–2 капли раствора гексацианоферрата (II) калия. Отметьте в отчете, какого цвета осадок образуется.

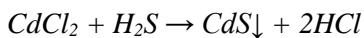
ОПЫТ № 6. Реакция окрашивания пламени

Бесцветное пламя горелки окрашивается солями меди в зеленый цвет.

4.3. Реакции катиона Cd^{2+}

ОПЫТ № 7. Реакция катиона Cd^{2+} с сероводородом

Сероводород в уксуснокислой среде с катионом кадмия дает желтый осадок сульфида кадмия:



Так как открытию катионов кадмия мешают другие катионы шестой группы, реакцию можно проводить следующим образом.

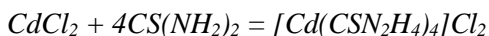
В пробирку налейте 3–4 капли раствора, содержащего катион кадмия, добавьте 5 капель серной кислоты и 2–3 кристаллика тиосульфата натрия и нагрейте на водяной бане 2–3 минуты. При этом сульфид ртути и сульфид меди выпадут в осадок, а в растворе останутся катионы кобальта, никеля и кадмия. Осадок отделите центрифугированием.

В другую пробирку налейте 5–6 капель сероводородной воды и добавьте 2–3 капли центрифугата. Какого цвета осадок образуется? Проверьте его растворимость в соляной и уксусной кислотах.

Реакцию проводят в уксусной среде. Окислители мешают осуществлению реакции.

ОПЫТ № 8. Реакция катиона Cd^{2+} с тиомочевинной $CS(NH_2)_2$

Тиомочевина с солями кадмия образует легкорастворимые комплексные соли:



Комплексные соли кадмия легко разлагаются сероводородом даже при избытке тиомочевинны. Комплексы других катионов устойчивы.

В пробирку налейте 3–4 капли раствора соли кадмия, добавьте 3–4 кристаллика тиомочевинны, перемешайте палочкой, дайте постоять 2–3 минуты и затем добавьте 5–6 капель сероводородной воды. Какого цвета осадок образуется?

Эта реакция позволяет открывать ионы Cd^{2+} в присутствии ионов Cu^{2+} , которые дают прочный тиомочевинный комплекс.

4.4. Реакции катиона Co^{2+}

ОПЫТ № 9. Реакции катиона Co^{2+} с роданидом аммония

Роданид аммония (или калия) образует с катионом Co^{2+} комплексную соль тетрароданокобальтат аммония:



Тетрароданокобальтат аммония имеет красивую сине-голубую окраску; ион $[Co(CNS)_4]^{2-}$ неустойчив и легко распадается в водных растворах. Но если к раствору прибавить амиловый спирт или его смесь с эфиром и взболтать, то это комплексное соединение переходит в органическую фазу и окрашивает ее в синий цвет. Для уменьшения диссоциации комплексного иона следует добавлять избыток роданида.

В пробирку налейте 3 капли раствора соли кобальта, добавьте 8–10 капель насыщенного раствора роданида аммония, 5–6 капель смеси амилового спирта с эфиром и взболтайте. Окрашивание верхнего слоя в ярко-синий цвет – признак присутствия катионов кобальта.

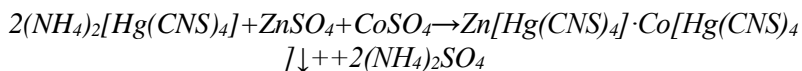
Открытие катиона Co^{2+} мешает присутствие катионов Cu^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , поэтому используют капельный метод, позволяющий открывать катион кобальта в присутствии катионов всех аналитических групп.

ОПЫТ № 10. Капельный метод обнаружения катиона Co^{2+} с роданидом аммония

На полоску фильтровальной бумаги нанесите каплю насыщенного раствора роданида аммония, а на полученное пятно – каплю исследуемого раствора. Бумажку подержите в парах аммиака и подсушите. Если имеется катион кобальта, то периферическая часть пятна окрашивается в синий цвет.

ОПЫТ № 11. Реакция катиона Co^{2+} с тетрародано (II) меркуриатом аммония $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$

Тетрароданомеркуриат аммония при действии на катион кобальта образует синий осадок комплексной соли. Выпадение осадка ускоряется в присутствии катионов цинка:



В пробирку внесите 2–3 капли раствора тетрароданомеркуриата аммония, прибавьте 2 капли 2 н. раствора серной кислоты и 2 капли раствора сульфата цинка, затем нанесите 2 капли соли кобальта. Перемешайте стеклянной палочкой. Какой цвет имеет выпавший осадок?

Проведению реакции мешают катионы Cu^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} .

4.5. Реакции катиона Ni^{2+}

В водных растворах соли никеля имеют зеленую окраску.

ОПЫТ № 12. Реакции катиона Ni^{2+} с диметилглиоксимом

Диметилглиоксим (реактив Чугаева) в аммиачной среде дает с катионом никеля осадок внутрикомплексной соли. Реакция очень чувствительная: открываемый минимум – 0,16 мкг. Чувствительность реакции повышается, если проводить ее капельным методом.

В пробирку внесите 4 капли соли никеля, добавьте 1–2 капли пероксида водорода для окисления Fe^{2+} в Fe^{3+} и 5–6 капель концентрированного раствора аммиака; осадок (если он не растворился) центрифугируют.

Одну каплю раствора помещают в фарфоровую чашку и добавляют 1 каплю диметилглиоксима. Если присутствует катион никеля, то раствор окрашивается в интенсивный розовый цвет, а затем выпадает красный осадок.

Реакция протекает при $pH = 6-9$ (аммиачная среда). При наличии катионов Fe^{2+} их предварительно окисляют пероксидом водорода до Fe^{3+} . Катионы меди и кобальта мешают проведению реакции, так как они образуют с диметилглиоксимом окрашенные соединения.

ОПЫТ № 13. Капельный метод обнаружения катиона Ni^{2+} реакцией с диметилглиоксимом

На полоску фильтровальной бумаги нанести каплю раствора гидрофосфата натрия, затем в центр пятна – каплю испытуемого раствора и каплю пероксида водорода, после чего добавьте еще каплю гидрофосфата натрия и каплю диметилглиоксима. В присутствии катиона никеля все пятно или его периферическая часть окрашивается в розово-красный цвет.

4.6. Дробный метод анализа смеси катионов шестой аналитической группы

Открытие катиона меди целесообразно проводить действием концентрированного раствора аммиака. Если окраска получается не достаточно характерной для катиона меди, можно провести проверку. Для этого возьмите 3–4 капли испытуемого раствора, прибавьте 2 капли раствора щелочи, и образовавшийся осадок нагрейте 5 минут на водяной бане. В присутствии катиона меди осадок приобретает черный цвет вследствие образования CuO . Затем добавьте 6 капель раствора хлорида аммония, перемешайте палочкой и осадок отделите центрифугированием. Центрифугат отделите, и осадок обработайте 3–4 каплями азотной кислоты. К полученному раствору прибавьте 8–10 капель концентрированного раствора аммиака. В присутствии катионов меди раствор окрашивается в лазурно-синий цвет.

Открытие катионов Hg^{2+} производится из общего раствора иодидом калия или восстановлением до металлической ртути на медной пластинке.

Открытие катионов кадмия удобно и надежно проводить с сероводородной водой или тиосульфатом натрия капельным методом.

Открытие катионов кобальта проводится роданидом аммония.

Открытие катионов никеля проводится реакцией Чугаева с диметилглиоксимом капельным методом.

4.7. Систематический ход анализа смеси катионов шестой аналитической группы

К исследуемому раствору добавьте раствор аммиака и нагрейте. При нагревании в осадок (I) выпадают гидроксохлорид кобальта

и хлорид меркураммония. Осадок (I) отделите от центрифугата (I), обработайте серной кислотой и в фильтрате откройте катион кобальта реакцией с роданидом аммония. Осадок растворите в азотной кислоте и проверьте его на наличие иона ртути реакциями с иодидом калия и медью.

Из центрифугата (I) добавлением тиосульфата натрия осадите CuS , который затем растворите в азотной кислоте и откройте катион меди реакцией с раствором аммиака. В центрифугате после осаждения CuS откройте катион никеля реакцией с диметилглиоксимом.

5. Содержание отчета

Уравнение частных реакций катионов пятой группы должны быть написаны в полном и сокращенном ионном видах, окислительно-восстановительные реакции должны быть представлены методом электронно-ионного баланса.

Необходимо составить сводную таблицу частных реакций катионов пятой группы.

Схема систематического метода анализа смеси катионов пятой группы должна быть представлена в графической виде.

6. Контрольные вопросы

6.1. На чем основано отделение катионов Co^{2+} и Hg^{2+} от остальных катионов шестой группы?

6.2. Что образуется при действии на катионы шестой группы растворов аммиака (при недостатке и избытке) и едких щелочей?

6.3. Обоснуйте открытие катионов Co^{2+} роданидом аммония?

6.4. Напишите выражение константы нестойкости для аммиакатного комплекса меди(II).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10, 11
“Анализ смеси катионов четвертой, пятой и шестой аналитической групп (учебная и контрольная задачи)”

1. Цель работы

Изучить ход анализа катионов четвертой, пятой и шестой аналитических групп.

2. Задание

2.1. Провести анализ смеси катионов IV–VI аналитических групп дробным методом.

2.2. Провести систематический ход анализа смеси катионов IV–VI аналитических групп.

2.3. Составить отчет.

3. Теоретическая часть

Большинство катионов, относящихся к четвертой, пятой и шестой группам, можно открыть дробным методом анализа, применяя маскировку ионов. Дробный метод анализа основан на применении реакций, при помощи которых можно в любой последовательности обнаружить ионы в отдельных пропорциях пробы, не прибегая к их разделению. Преимуществом данного метода, детально разработанного Тананаевым, является его быстрота. Метод заключается в том, что отдельные небольшие пробы исследуемого раствора обрабатывают такими реактивами или их смесями, чтобы устранить влияние всех ионов, мешающих открытию искомым катионов, для открытия которых используются высокочувствительные специфические реакции. Влияние посторонних ионов устраняют с использованием комплексообразователей, окислителей, восстановителей, веществ, образующих с мешающими ионами трудно растворимые осадки и т.д. Этот прием называется маскировкой мешающих ионов. В качестве маскирующих неорганических веществ применяют цианиды, роданиды, фториды, фосфаты и тиосульфаты щелочных металлов и аммония. Органические вещества, используемые для маскировки ионов, применяются, главным образом, как комплексо-

образователи и восстановители. К ним относятся аскорбиновая, щавелевая, винная, лимонная, салициловая кислоты и их соли. Одним из важнейших условий маскировки является pH раствора. Так, при открытии кобальта роданидом аммония необходимо устранить мешающее влияние катиона Fe^{3+} , который образует с роданидом соединение кроваво-красного цвета, и поэтому синее окрашивание, вызываемое кобальтом, становится незаметным. С целью маскировки Fe^{3+} к исследуемому раствору добавляют фториды, фосфаты или оксалаты щелочных металлов, образующие с ионами Fe^{3+} в сильноокислой среде устойчивые комплексные анионы:

$[FeF_6]^{3-}$, $[Fe(PO_4)_2]^{3-}$, $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$, не мешают открытию кобальта.

Каждый из катионов четвертой, пятой и шестой аналитической групп может быть обнаружен из отдельных проб в присутствии остальных катионов или после предварительной обработки отдельных порций испытуемого раствора. Поэтому при исследовании смеси катионов этих групп используют как дробный, так и систематический ход анализа.

4. Порядок выполнения работы

4.1. Дробный метод анализа смеси катионов четвертой, пятой и шестой аналитических групп

Наличие катиона Fe^{2+} проверьте реакцией с раствором $K_3[Fe(CN)_6]$ в кислой среде, а катиона Fe^{3+} реакцией с раствором $K_4[Fe(CN)_6]$.

Открытие катиона Al^{3+} проведите капельным методом. Для этого на полоску фильтровальной бумаги поместите 1–2 капли раствора гексациано (II) феррата калия, в центре пятна поместите каплю исследуемого раствора, слегка подсушите в потоке теплого воздуха и добавьте 1–2 капли 0,1% раствора ализарина. После этого обработайте бумагу парами аммиака. Пятно окрашивается в фиолетовый цвет. Затем пятно смочите каплей 1н. раствора уксусной кислоты и высушите. При наличии катиона Al^{3+} появляется красное пятно.

Для открытия катиона Cr^{3+} к 3–4 каплям исследуемого раствора добавьте 5 капель раствора гидроксида калия и 3–4 капли пероксида водорода и нагрейте на водяной бане, до тех пор, пока зеленая

окраска не перейдет в желтую. Половину раствора перенесите в другую пробирку, охладите, добавьте 2 н. раствор азотной кислоты до кислой реакции на лакмус, снова добавьте 2 капли пероксида водорода и 5 капель смеси изоамилового спирта и эфира и взболтайте. При наличии катиона хрома органическая фаза окрашивается в синий цвет.

Для открытия катиона Zn^{2+} в фарфоровую чашку налейте 2–3 капли испытуемого раствора, 1 мл смеси 2 н. раствора уксусной кислоты и 2 н. раствора ацетата натрия, 4–5 капель 1 н. раствора тиосульфата натрия и 1 мл раствора дитизона в хлороформе или четыреххлористом углероде, перемешайте раствор. При наличии катиона цинка органическая фаза окрашивается в красный цвет.

Для открытия катиона Mn^{2+} проведите реакцию его окисления до перманганата при помощи сурика Pb_3O_4 или диоксида свинца PbO_2 .

Катион магния удобно открывать при помощи магнезона (I) или магнезона (II), а также микрокристаллоскопической реакцией с гидрофосфатом натрия. При обнаружении катиона магния магнезона поступают следующим образом: на предметное стекло нанесите 2–3 капли исследуемого раствора и 1 каплю реактива. При наличии катиона магния появляется синий осадок или посинение раствора. Если смесь окрашивается в желтый цвет, добавляют 2–3 капли 2 н. раствора гидроксида натрия.

Для открытия катионов Sb^{3+} и Sb^{5+} к 2–3 каплям раствора добавьте 10 капель воды, перемешайте. Образование осадка указывает на наличие катионов Sb^{3+} и (или) Sb^{5+} .

Для открытия катиона Sn^{2+} используйте реакцию восстановления катионом олова солей висмута. При наличии в растворе ионов Sb^{3+} реакцию проводят в присутствии анилина.

Для открытия катиона Sn^{4+} используйте реакцию его восстановления до двухвалентного металлическим магнием или железом с последующим открытием Sn^{2+} .

В присутствии катионов Sb^{2+} и Hg^{2+} катион висмута открывают хлоридом олова $SnCl_2$ в щелочной среде. В присутствии этих катионов катион висмута открывают следующим образом. В пробирку поместите 6 капель анализируемого раствора. Добавьте 5–7 капель 2 н. раствора серной кислоты и бросьте 2–3 кристаллика тиосульфата натрия; нагрейте на кипящей водяной бане 4–5 минут.

Осадок отделите. Обработайте его 10 каплями разбавленной азотной кислоты и отделите центрифугированием. В центрифугате открьйте катион висмута любой частной реакцией.

Катион кобальта открывают капельным методом на фильтровальной бумаге концентрированным раствором роданида аммония с предварительной маскировкой катиона Fe^{3+} фосфорной кислотой.

Катион никеля открывают реакцией с диметилглиоксимом.

Для открытия катиона Cd^{2+} в пробирку налейте 2–3 капли исследуемого раствора, добавьте 3–4 капли 2 н. раствора серной кислоты, добавьте 1–2 кристаллика тиосульфата натрия, нагрейте 5 минут на водяной бане и отделите осадок центрифугированием. На полоску фильтровальной бумаги нанесите 2–3 капли центрифугата и подержите над склянкой с сероводородной водой. В присутствии катиона кадмия появляется желтое окрашивание.

Катион меди открывают действием раствора аммиака.

Катион Hg^{2+} открывают при помощи реакции с иодидом калия или хлоридом олова $SnCl_2$ в присутствии анилина.

4.2. Систематический ход анализа смеси катионов четвертой, пятой и шестой аналитической групп

В отдельных пробах раствора проведите реакции на катионы Fe^{2+} и Fe^{3+} с соответствующими ферроцианидами калия, а на катион Sb^{3+} реакцию гидролиза (прибавлением воды).

Если анализируемый раствор содержит осадок, то раствор размешайте и возьмите 30–40 капель в коническую пробирку, добавьте 8 капель 2 н. раствора азотной кислоты, перемешайте стеклянной палочкой и нагрейте 5–6 минут на водяной бане. Если осадок не растворится, обратите внимание на его цвет.

Если после нагревания осадок стал черным или темно-серым, в нем кроме Sb^{3+} могут присутствовать восстановленные висмут и ртуть. В этом случае осадок перенесите в фарфоровую чашку, растворите 4–6 каплями концентрированной азотной кислоты, добавьте 5–7 каплями дистиллированной воды и проведите анализ на наличие катионов Sb^{3+} , Sb^{5+} , Hg^{2+} и Bi^{3+} используя частные реакции.

Если после нагревания осадок не имеет черного цвета, его отделите центрифугированием, промойте разбавленной азотной кислотой и затем добавьте несколько капель сероводородной воды.

При наличии катионов Sb^{3+} осадок окрашивается в оранжево-красный цвет.

Если осадок растворяется в разбавленной азотной кислоте полностью, к определению катионов четвертой аналитической группы приступают без предварительных испытаний.

К исследуемому раствору добавьте по каплям раствор гидроксида натрия до щелочной реакции ($pH = 9-10$), 5–6 капель пероксида водорода, нагрейте 2–3 минуты на водяной бане и отделите осадок центрифугированием. При этом в растворе (I) остаются катионы четвертой группы, а катионы пятой и шестой групп переходят в осадок (I) в виде гидроксидов.

Центрифугат (I), содержащий катионы четвертой группы нейтрализуйте соляной кислотой до $pH = 3-4$ и анализируйте как в лабораторной работе № 7 «Систематический анализ катионов четвертой аналитической группы».

Осадок (I) растворите в азотной кислоте, нагрейте, добавьте в избытке 25% раствор аммиака, несколько кристаллов нитрата аммония и перемешайте стеклянной палочкой. Смесь нагрейте на водяной бане и центрифугируйте. В центрифугате (II) содержатся катионы шестой группы и частично Mg^{2+} , в осадке (II) – катионы пятой группы.

Осадок (II), содержащий гидроксиды катионов пятой группы, растворите в соляной кислоте, и анализируйте согласно схеме систематического анализа смеси катионов пятой группы (лабораторная работа № 8 «Анализ катионов пятой аналитической группы»).

Центрифугат (II), содержащий смесь катионов шестой группы в виде аммиака, разделите на две части. В отдельной пробе откройте Mg^{2+} с гидрофосфатом натрия или магнезоном, остальной раствор подкислите 2 н. раствором HCl до $pH = 3-4$ и в нем определите катионы шестой группы, как указано в работе № 6 «Анализ катионов шестой аналитической группы».

5. Содержание отчета

Отчет должен содержать конспект систематического хода анализа смеси катионов четвертой, пятой и шестой аналитической групп. Конспект дробного хода анализа смеси катионов четвертой,

пятой и шестой аналитической групп. Конспект контрольного определения. Заключение и выводы.

6. Контрольные вопросы

6.1. Что является групповым реагентом на катионы четвертой аналитической группы? Какие соединения образуются при действии группового реагента на катионы четвертой аналитической группы?

6.2. Что является групповым реагентом на катионы пятой аналитической группы? Какие соединения образуются при действии группового реагента на катионы пятой группы?

6.3. Какие соединения образуются при действии гидроксида аммония на катионы шестой аналитической группы?

6.4. Что такое маскировка? Какие вещества применяются для маскировки? Какие явления при этом наблюдаются?

6.5. Как открыть ионы Co^{2+} в присутствии ионов Fe^{3+} ?

6.6. Как открыть ион Bi^{3+} в присутствии ионов Hg^{2+} и Sb^{3+} ?

6.7. Как открыть ион Zn^{2+} в присутствии других катионов?

ЧАСТЬ II. ЧАСТНЫЕ РЕАКЦИИ АНИОНОВ И АНАЛИЗ ИХ СМЕСЕЙ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 12 “Первая аналитическая группа анионов”

1. Цель работы

Изучить действие группового реагента и частные реакции анионов первой аналитической группы и выполнить анализ их смеси.

2. Задание

- 2.1. Изучить действие группового реагента на анионы первой группы
- 2.2. Изучить частные реакции анионов первой аналитической группы.
- 2.3. Провести анализ смеси анионов первой группы.
- 2.4. Оформить отчет.

3. Теоретическая часть

К первой аналитической группе относятся анионы кислот, дающие нерастворимые в воде осадки бариевых солей. Бариевые соли анионов первой группы растворимы в кислотах, за исключением сульфата бария. Поэтому осаждение ведут в нейтральной или слабощелочной среде.

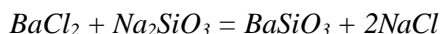
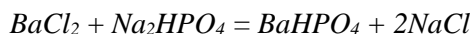
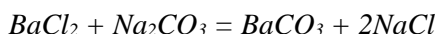
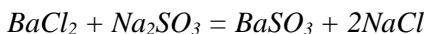
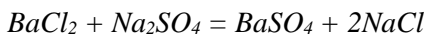
В I группу входят анионы кислородных кислот серы, углерода, фосфора, кремния и хрома. Анионы I группы также образуют нерастворимые соли серебра. В отличие от анионов II группы соли серебра анионов I группы растворимы в азотной кислоте. Нерастворимы в воде также свинцовые соли анионов I группы. Некоторые анионы первой группы (сульфит-, тиосульфат-, оксалат-ионы) обладают восстановительными свойствами. Хромат-ион, напротив, является окислителем.

Все анионы первой группы бесцветны, за исключением хромат-ионов, которые в растворах имеют желтый цвет. В кислых растворах хромат-ионы переходят в бихромат-ионы оранжевого цвета.

4. Порядок выполнения работы

4.1. Действие группового реагента

В качестве группового реагента на анионы 1 группы применяют обычно хлорид бария. При взаимодействии анионов первой группы с катионом бария в растворах образуются осадки соответствующих бариевых солей:



ОПЫТ № 1. Реакция с групповым реагентом

В пробирки налейте по 3–4 капли растворов сульфата, сульфита, карбоната, гидрофосфата и силиката натрия, добавьте по 2–3 капли раствора хлорида бария. Обратите внимание на характер и цвет образующихся осадков. К полученным осадкам добавьте 5–6 капель концентрированной соляной кислоты. В каких пробирках произошло растворение осадка? Сделайте вывод о растворимости анионов I аналитической группы в кислотах.

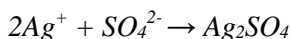
4.2. Реакции сульфат-ионов SO_4^{2-}

Соли серной кислоты, образованные катионами слабых оснований, в водных растворах имеют кислую реакцию среды.

Большинство сульфатов растворимо в воде. Малорастворимыми являются сульфаты кальция, стронция, бария, свинца и ртути (I). Анионы серной кислоты бесцветны. Все ее соли, образованные неокрашенными ионами тоже бесцветны.

ОПЫТ № 2. Реакция с нитратом серебра.

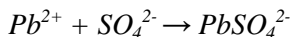
Нитрат серебра при взаимодействии с сульфат-ионом в концентрированных растворах образует белый осадок сульфата серебра:



К 3–4 каплям раствора нитрата серебра прибавьте 3–4 капли раствора сульфата натрия. Опишите свои наблюдения в отчете.

ОПЫТ № 3. Реакция с ацетатом свинца

Ацетат свинца образует белый осадок сульфата свинца, растворимый при нагревании в едких щелочах и ацетате аммония. При этом образуются плюмбиты и комплексные соли ацетата и сульфата свинца, растворимые в воде.



К 5–6 каплям ацетата свинца прибавьте 3–4 капли сульфата натрия. Какого цвета осадок образуется? Проверьте полученный осадок на растворимость в щелочах и ацетате аммония.

ОПЫТ № 4. Реакция с родизонатом бария

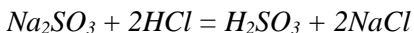
Родизонат бария обесцвечивается сульфатами и серной кислотой вследствие образования нерастворимого сульфата бария. Данная реакция является специфической и применяется только для открытия сульфатов.

На листок фильтровальной бумаги поместите каплю раствора $BaCl_2$ и каплю раствора родизоната натрия или родизоновой кислоты. Пятно смочите 1–2 каплями исследуемого раствора. Опишите свои наблюдения в отчете.

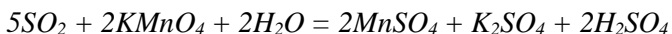
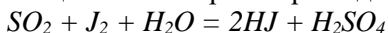
4.3. Реакции сульфит-иона SO_3^{2-}

ОПЫТ № 5. Реакция с минеральными кислотами

При взаимодействии солей сернистой кислоты с минеральными кислотами образуется сернистая кислота, разлагающаяся на сернистый ангидрид (диоксид серы) и воду:



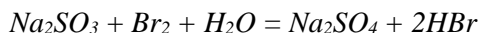
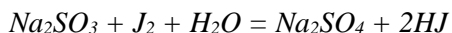
Выделение диоксида серы можно легко обнаружить по характерному запаху или обесцвечиванию раствора йода и перманганата:



В пробирку внесите 5 капель соляной кислоты и 5 капель раствора сульфита натрия. В верхнюю часть пробирки поместите полоску фильтровальной бумаги, смоченную каплей раствора крахмала и каплей разбавленного в 10 раз раствора йода. Пробирку неплотно закройте пробкой и нагрейте. Опишите происходящие изменения.

ОПЫТ № 6. Реакция с йодной или бромной водой.

Вследствие окисления сульфит-иона до сульфат-иона происходит обесцвечивание раствора йода или брома (йодной или бромной воды). Образуются сульфаты и соли йодисто- или бромистоводородной кислот:



К 4 каплям раствора сульфита натрия прилейте 5 капель 2 н. раствора серной кислоты и 2 капли раствора йода. Опишите свои наблюдения.

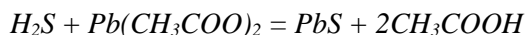
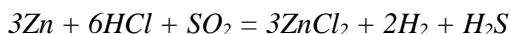
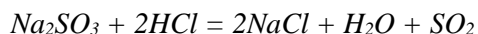
Проведению опыта мешают сульфид- и нитрит-ионы. Сульфит-ион способен также восстанавливать некоторые красители (фуксин). Присутствие сульфит-иона определяется по исчезновению окраски.

ОПЫТ № 7. Реакция сульфит-ионов с фуксином

В углубление капельной пластинки помещают каплю фуксина и каплю нейтрального раствора сульфита натрия. Опишите свои наблюдения.

ОПЫТ № 8. Реакция восстановления сульфит-ионов

В сильноокислой среде сульфиты восстанавливаются цинком (или водородом *in status nascendi*) до сероводорода. Выделение сероводорода легко обнаруживается по почернению бумажки, смоченной раствором ацетата свинца вследствие образования сульфида свинца черного цвета:



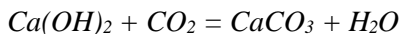
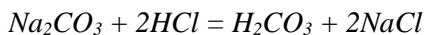
К 5 каплям раствора Na_2SO_3 добавьте 10 капель 2 н. раствора HCl и кусочек цинка. В верхнюю часть пробирки поместите фильтровальную бумажку, смоченной раствором ацетата свинца. Опишите свои наблюдения.

4.4. Реакции аниона CO_3^{2-}

ОПЫТ № 9. Реакция образования двуокиси углерода CO_2

Минеральные кислоты выделяют из солей угольной кислоты свободную угольную кислоту, которая распадается на углекислый газ и воду.

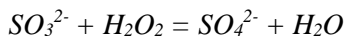
Выделение углекислого газа обнаружить с помощью газоотводной трубки, опущенной в известковую воду. Выпадает осадок карбоната кальция:



В пробирку поместите 10 капель раствора карбоната натрия и прилейте 10 капель 2 н. раствора соляной кислоты. В верхнюю часть пробирки неплотно вставьте газоотводную трубку и опустите ее в пробирку с известковой водой. Опишите свои наблюдения.

Следует иметь в виду, что помутнение известковой воды может скоро исчезнуть из-за образования гидрокарбоната кальция.

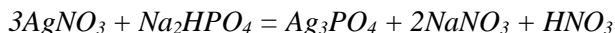
Проведению реакции мешают сульфит ионы, поэтому перед проведением реакции их окисляют до сульфат-ионов добавлением пероксида водорода.



4.5. Реакция аниона PO_4^{3-}

ОПЫТ № 10. Реакция с нитратом серебра

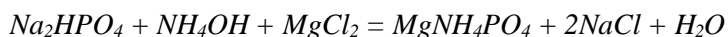
Фосфат-ионы с нитратом серебра образуют осадок фосфата серебра желтого цвета, растворимый в азотной кислоте:



В пробирку поместите 3 капли нитрата серебра и добавьте 3 капли раствора гидрофосфата натрия. Отметьте цвет образовавшегося осадка. Проверьте растворимость в соляной и азотной кислотах.

ОПЫТ № 11. Реакция с магниезиальной смесью

При взаимодействии солей фосфорной кислоты с гидроксидом аммония и хлоридом магния в присутствии NH_4Cl образуется белый кристаллический осадок фосфата магния-аммония:

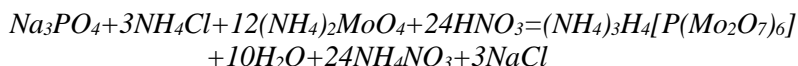


К 5–6 каплям хлорида магния прибавьте несколько капель раствора аммиака, образовавшийся осадок гидроксида магния растворите, добавляя хлорид аммония; затем прибавьте несколько капель испытуемого раствора. Отметьте цвет образовавшегося осадка.

Следует избегать избытка хлорида аммония, который может вызвать образование комплексных ионов.

ОПЫТ № 12. Реакция с молибдатом аммония

Молибдат аммония в азотнокислой среде образует с анионами PO_4^{3-} желтый кристаллический осадок фосформолибдата аммония. Определению мешают восстановители S^{2-} , SO_3^{2-} , которые восстанавливают молибдат-ион до молибденовой сини (смесь соединений молибдена различных степеней окисления). Для удаления восстановителей раствор предварительно кипятят с концентрированной азотной кислотой:



В пробирку поместите 8 капель раствора молибдата аммония и 8 капель концентрированной азотной кислоты. К смеси прибавьте 2–3 капли раствора фосфата натрия, перемешайте стеклянной палочкой и нагрейте на водяной бане до 40–50°C. Отметьте вид (аморфный, кристаллический) и цвет образовавшегося осадка.

4.6. Реакции аниона SiO_3^{2-}

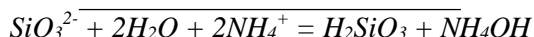
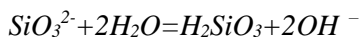
ОПЫТ № 13. Реакция с растворами кислот

Разбавленные кислоты при медленном прибавлении к не очень разбавленным растворам силикатов выделяют белый студенистый

осадок (гель) кремниевых кислот. При быстром прибавлении, особенно к разбавленным растворам силикатов, осадок выпадает не сразу или не выпадает в течение очень долгого времени. При этом кремниевые кислоты остаются в растворе в виде коллоида (золя). Поэтому осаждение кремниевых кислот при действии кислот не может быть полным.

Наиболее полно протекает реакция образования кремневой кислоты при добавлении к хлористоводородному раствору силикатов хлорида аммония, который способствует коагуляции H_2SiO_3 .

Процесс образования кремневой кислоты объясняется гидролизом растворимого силиката, усиливающимся при добавлении NH_4Cl :



В пробирку налейте 4–5 капель силиката натрия, добавьте 4–5 капель соляной кислоты, 2–3 кристаллика хлорида аммония и нагрейте. При этом образуется студенистый осадок кремневой кислоты.

Реакция протекает при избытке хлорида аммония. Нагревание способствует процессу гидролиза и ускоряет выделение осадка.

4.7. Анализ смеси анионов первой аналитической группы

Вначале исследуют раствор на присутствие анионов первой группы. Для этого в пробирку к 3–5 каплям нейтрального или слабощелочного раствора прибавляют 5–7 капель группового реагента (0,5 н. раствора хлорида бария). Образование осадка указывает на присутствие анионов первой группы.

Для обнаружение сульфат-ионов SO_4^{2-} к 4–5 каплям анализируемого раствора прибавьте 6–8 капель 2 н. раствора азотной кислоты и 4–5 капель 2 н. раствора хлорида бария. Образование осадка укажет на присутствие сульфат-иона.

Для обнаружение сульфит-иона в пробирку приливают 4–5 капель анализируемого раствора, добавляют 2–3 капли раствора соляной кислоты. Далее определение проводят как в опыте № 5.

Обнаружение карбонат-ионов проводят как в опыте № 9.

Обнаружение силикат-ионов проводят как в опыте № 13.

Обнаружение фосфат-ионов проводят как в опыте № 12.

5. Содержание отчета

Отчет должен содержать конспект реакций анионов первой группы с групповым реагентом, конспект частных реакций анионов первой группы, порядок анализа смеси анионов первой аналитической группы.

6. Контрольные вопросы

6.1. Какие существуют особенности при проведении качественного анализа анионов?

6.3. Классификация анионов.

6.4. Охарактеризуйте анионы первой аналитической группы.

6.5. Как определить карбонат-ионы в присутствии сульфит-ионов?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 13

“Анионы второй и третьей аналитических групп”

1. Цель работы

Изучить групповые и частные реакции анионов второй и третьей аналитических групп и провести анализ их смеси.

2. Задание

2.1. Изучить групповые реакции анионов второй аналитической группы.

2.2. Изучить частные реакции анионов второй аналитической группы.

2.3. Изучить групповые реакции анионов третьей второй аналитической группы.

2.4. Изучить частные реакции анионов третьей второй аналитической группы.

2.5. Провести анализ смеси анионов второй и третьей второй аналитических групп.

2.6. Составить отчет.

3. Теоретическая часть

Ко второй группе относятся анионы бескислородных кислот, дающие нерастворимые в воде и разбавленной азотной кислоте осадки солей серебра. Соли серебра в присутствии азотной кислоты являются групповым реагентом. Анионы первой аналитической группы также дают осадки серебряных солей, но эти осадки растворимы в азотной кислоте, поэтому в ее присутствии осаждение серебряных солей анионов первой группы не происходит.

Бариевые соли анионов второй группы растворимы в воде, поэтому анионы второй группы не осаждаются $BaCl_2$ в отличие от анионов первой группы.

К третьей аналитической группе относятся анионы кислородных кислот, бариевые и серебряные соли которых растворимы в воде (нитрат-, нитрит-, ацетат-ионы и др.). Общего группового реа-

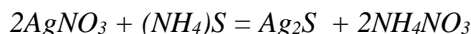
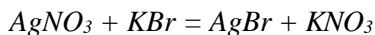
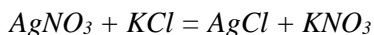
гента анионы третьей группы не имеют. Анионы третьей группы бесцветны, они образованы кислородосодержащими кислотами.

4. Порядок выполнения работы

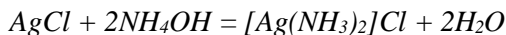
4.1. Реакции анионов второй группы

4.1.1. Действие группового реагента

Нитрат серебра в присутствии азотной кислоты осаждает из растворов осадки солей серебра с анионами второй группы:



Осадки нерастворимы в азотной кислоте, лишь сульфид серебра растворим в ней при нагревании. Осадок хлорида серебра хорошо растворим в водном растворе аммиака:



При подкислении растворов комплекс разрушается и хлорид серебра снова выпадает в осадок. Бромид серебра растворяется в аммиаке плохо, иодид серебра – нерастворим.

ОПЫТ № 1. В 3 пробирки налейте по 2–3 капли растворов хлорида, бромида и иодида натрия (или калия) и прибавляйте по 1–2 капли растворов нитрата серебра. Выпавшие осадки отделите центрифугированием и добавьте к ним по 5–6 капель раствора аммиака. Обратите внимание на растворимость осадков. К аммиачному раствору хлорида серебра добавьте 5–6 капель 2 н. раствора азотной кислоты. Выпадение осадка укажет на присутствие хлорид-иона.

Осадок хлорида серебра растворим в карбонате аммония, а бромид и иодид серебра нерастворимы, что может быть использо-

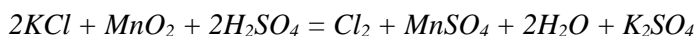
вано для открытия хлорид-иона в присутствии бромид- и иодид-ионов.

ОПЫТ № 2. В пробирку поместите по 2–3 капли растворов хлорида, бромид и иодида натрия и добавьте 5–6 капель раствора нитрата серебра. Осадок отделите, обработайте 12% раствором карбоната аммония и отцентрифугируйте. В центрифугате откройте хлорид-ион действием азотной кислоты.

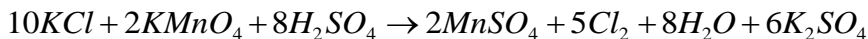
4.1.2. Реакции хлорид-ионов Cl^-

ОПЫТ № 3. Реакция с окислителями

Окисляющее действие на хлор оказывают марганиты, марганаты, перманганаты, двуокиси марганца и свинца, хромовый ангидрид, хлорноватистая, хлорная, азотная кислоты и т. п. Под действием сильных окислителей в кислой среде хлорид-ион способен окисляться до свободного хлора:



или



Поместите в пробирку 5 капель раствора, содержащего ион хлора, добавьте 5 капель концентрированной серной кислоты и нагрейте. При этом наблюдается частичное или полное обесцвечивание раствора перманганата калия и выделение газообразного хлора. Выделение хлора можно легко обнаружить по характерному запаху или по посинению иодид-крахмальной бумажки.

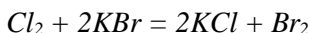
Бромид- и иодид-ионы мешают проведению реакции и должны быть предварительно удалены, как описано выше (опыт 2).

Реакцию следует проводить под тягой, так как хлор является отравляющим веществом.

4.1.3. Реакции бромид-ионов Br^-

ОПЫТ № 4. Реакция с хлорной водой

Окислители – перманганат калия, двуокись марганца, хлорная вода и др. в кислой среде способны окислять бромид-ион до свободного брома:



Выделение свободного брома можно обнаружить по побурению раствора или по окрашиванию в красно-бурый цвет слоя хлороформа или бензола, добавленного к реакционной смеси.

В пробирку поместите 1–2 капли раствора бромида калия, подкислите несколькими каплями 2 н. серной кислоты и прибавьте 1–2 капли хлорной воды. Вследствие выделения свободного брома раствор буреет. Добавьте 5–6 капель бензола и взболтайте. Бензол окрашивается в красновато-бурый цвет, а при избытке хлорной воды становится лимонно-желтым вследствие образования хлорида брома.

ОПЫТ № 5. Реакция с фуксин-сернистой кислотой

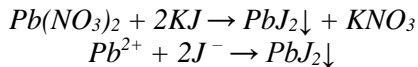
Фуксин при действии солей сернистой кислоты в кислой среде образует бесцветный продукт присоединения – фуксин-сернистую кислоту. При действии свободного брома на последнюю образуется бромпроизводное фуксин-сернистой кислоты, имеющее красно-фиолетовый цвет. Реакция специфична и позволяет открыть очень малые количества бромид-ионов в присутствии Cl^- и J^- .

В пробирке смешайте 5 капель раствора бромида натрия, 4 капли раствора перманганата калия и 4 капли 2 н. раствора серной кислоты. Пробирку неплотно закройте пробкой с трубочкой, содержащей 2 капли раствора фуксина, обесцвеченного сернистой кислотой. Опишите свои наблюдения.

4.1.4. Реакции иодид-иона J^-

ОПЫТ № 6. Реакция с солями свинца

Соли свинца дают с иодид-ионом желтый осадок иодида свинца, растворяющийся при нагревании и вновь выпадающий при охлаждении в виде золотисто-желтых кристаллов.



В пробирку внесите 5–6 капель нитрата (или ацетата свинца), добавьте 3–4 капли йодида калия. Нагрейте пробирку на водяной бане. Затем содержимое пробирки медленно охладите. Свои наблюдения отметьте в отчете.

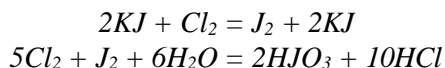
ОПЫТ № 7. Реакция с азотистой кислотой

Азотистая кислота и ее соли окисляют йодистоводородную кислоту до свободного йода, который окрашивает раствор крахмала в синий цвет:

На фарфоровую пластинку поместите 1–2 капли исследуемого раствора, прибавьте к нему по капле растворов крахмала, нитрата калия и уксусной кислоты.

ОПЫТ № 8. Реакция окисления

При добавлении хлорной воды к растворам иодидов происходит окисление иодид-ионов до свободного йода, который окрашивает крахмал в синий цвет, а органические растворители в фиолетовый. При избытке хлорной воды фиолетовая окраска исчезает вследствие образования йодноватой кислоты:



Смешайте по капле растворов иодида и бромида калия, разбавьте водой в 2 раза, подкислите 2–3 каплями раствора 2 н. серной кислоты, прилейте несколько капель бензола и прибавьте по капле хлорную воду, каждый раз, хорошо взбалтывая содержимое пробирки. При этом в соответствии с окислительными потенциалами, сначала окисляется йодид-ион, появляется характерная фиолетовая окраска бензольного кольца. Затем фиолетовая окраска исчезает и появляется красно-бурая окраска от брома, сменяющаяся затем на лимонно-желтую. Если в растворе присутствуют анионы S^{2-} или

SO_3^{2-} (более сильные восстановители, чем йодид- и бромид-ионы), то окисление J^- и Br^- начинается только после того, как сульфид- и сульфит-ионы будут окислены.

4.1.5. Реакции сульфид-ионов S^{2-}

ОПЫТ № 9. Реакция с кислотами

Сильные кислоты при взаимодействии с сульфидами разлагают их с выделением сероводорода, который может быть обнаружен по характерному запаху или по почернению смоченной уксусом свинца бумаги.

ОПЫТ № 10. Реакция с катионом кадмия

При взаимодействии сульфидов с растворами солей кадмия выпадает желтый осадок сульфида кадмия.

4.2. Частные реакции анионов третьей аналитической группы

4.2.1. Реакции нитрат-иона NO_3^-

ОПЫТ № 11. Реакция с дифениламином

Дифениламин дает с нитрит-ионами синее окрашивание.

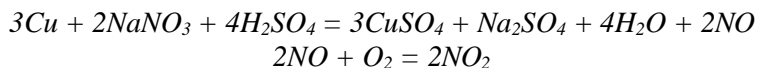
На чистое и сухое часовое стекло поместите 4–5 капель раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте, внесите туда каплю испытуемого раствора и перемешайте. В присутствии нитрит-ионов появляется интенсивное синее окрашивание раствора вследствие окисления дифениламина. Аналогичное окрашивание дает и нитрит-ион.

Проведению реакции мешают как другие окислители (например, хромат-ион), так и восстановители (сульфид-, сульфит-ионы и др.).

ОПЫТ № 12. Реакции восстановления

а) Реакция с металлической медью

Металлическая медь в концентрированной серной кислоте восстанавливает нитрит-ион до окиси азота, которая затем окисляется кислородом воздуха до двуокиси:

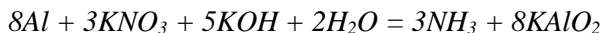


К 2–3 каплям раствора нитрата калия прилейте несколько капель концентрированной серной кислоты, внесите кусочек металлической меди и нагрейте. Выделяется бурый диоксид азота (белый экран).

При наличии нитрит-ионов их предварительно удаляют нагреванием с хлоридом аммония, так как они мешают проведению реакции.

б) Реакция с металлическим алюминием

Металлический алюминий в сильнощелочной среде восстанавливает нитрат-ионы до аммиака:

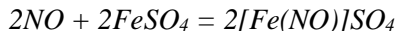
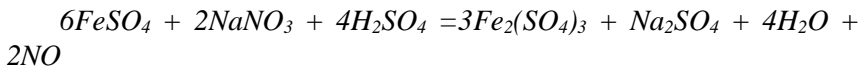


В пробирку поместите 4 капли раствора нитрата калия и добавьте 6 капель раствора гидроксида калия; затем внесите в пробирку кусочек алюминия. Определите выделение аммиака по характерному запаху или по посинению влажной лакмусовой бумажки.

Восстановление ведут в умеренно щелочной среде во избежание слишком интенсивного протекания процесса. Пробирку рекомендуется закрыть кусочком ваты во избежание уноса брызг щелочи выделяющимся газом. Проведению реакции мешают ионы аммония и нитрит-ионы, которые должны быть предварительно удалены.

ОПЫТ № 13. Реакция с сульфатом (II) железа

Сульфат (II) железа образует с нитрат-ионом в концентрированном растворе серной кислоты комплексную соль бурого цвета:



Поместите в пробирку 2 капли испытуемого раствора и кристаллик сульфата железа величиной с булавочную головку, после чего медленно прилейте по стенке пробирки 1 каплю концентрированной серной кислоты.

В месте соприкосновения двух жидкостей появляется бурое кольцо, особенно резко выделяющееся на фоне белого листа бумаги.

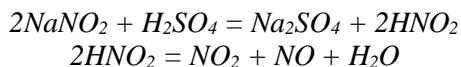
Аналогично нитратам с $FeSO_4$ реагируют и нитриты.

4.2.2. Реакции нитрит-иона NO_2^-

Описанные реакции с нитрат-ионом характерны и для нитрит-иона. Анион NO_2^- можно отличить от аниона NO_3^- следующими реакциями.

ОПЫТ № 14. Реакции с кислотами

Кислоты разлагают все нитриты с выделением окислов азота (реакция самоокисления – самовосстановления):



В пробирку внесите 3–4 капли раствора нитрита натрия и прибавьте 2–3 капли концентрированной серной кислоты. Наблюдается выделение бурого диоксида азота.

ОПЫТ № 15. Реакция с иодидом калия

Иодид калия в присутствии разбавленной серной кислоты окисляется нитритами до свободного йода:



К 4–5 каплям раствора нитрита калия добавьте 1–2 капли 2 н. раствора серной кислоты и 4–5 капель иодида калия. Выделяется свободный йод, который легко узнается по посинению крахмальной бумаги.

ОПЫТ № 16. Реакция с сульфаниловой кислотой и α -нафтиламином

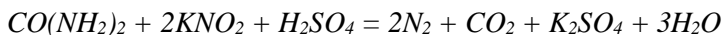
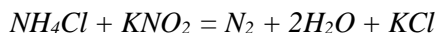
Сульфаниловая кислота и α -нафтиламин при взаимодействии с нитрит-ионами образуют окрашенный в красный цвет азокраситель.

К капле нейтрального или уксуснокислого исследуемого раствора, находящегося на часовом стекле, прибавьте по одной капле сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина. В присутствии нитрит-иона появляется характерная красная окраска.

Реакцию целесообразно проводить при малых концентрациях нитрит-ионов в растворе.

ОПЫТ № 17. Реакции с хлоридом аммония и мочевиной

Хлорид аммония и мочевина разлагают нитрит-ионы с выделением азота:



К 4–5 каплям раствора, содержащего нитрит-ион, прибавьте 5–6 капель раствора хлорида аммония и осторожно нагрейте. При этом образовавшийся нитрит аммония полностью разрушается с выделением свободного азота.

В 4–5 каплях раствора, содержащего нитрит-ион, растворите около 0,1 г мочевины, после чего в раствор прилейте 2–3 капли 2 н. раствора серной кислоты. Дайте жидкости некоторое время постоять и затем сделайте пробу на нитрит-ион с иодидом калия в присутствии крахмала (см. опыт № 15). *Обнаружение нитрат-иона в*

присутствии нитрит-иона возможно только после полного удаления последнего из раствора.

4.2.3. Реакции ацетат-иона CH_3COO^-

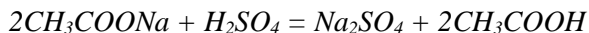
ОПЫТ № 18. Реакция с серной кислотой

Серная кислота, взаимодействуя с ацетатами, вытесняет из них свободную уксусную кислоту, которая, улетучиваясь при нагревании, придает раствору характерный запах уксуса.

В пробирку поместите 5–6 капель раствора ацетата натрия, добавьте 2 капли концентрированной серной кислоты и осторожно нагрейте. Обнаруживают уксусную кислоту по специфическому запаху.

ОПЫТ № 19. Реакция образования эфиров

При взаимодействии растворов ацетатов со спиртами образуются эфиры, имеющие характерный запах:



К нескольким каплям раствора ацетата натрия прибавьте 3–4 капли концентрированной серной кислоты и столько же амилового спирта. Смесь нагрейте на водяной бане, после чего содержимое пробирки вылейте в стакан с холодной водой. Образуется амилацетат с характерным запахом «грушевой эссенции».

Амиловый спирт не следует брать в избытке, так как, обладая резким запахом, он мешает обнаружению запаха амилацетата. Для ускорения реакции можно добавить кристаллик нитрата серебра, играющего роль катализатора.

ОПЫТ № 20. Реакция с хлоридом (III) железа

Хлорид (III) железа при взаимодействии с растворами ацетатов образует ацетат железа красно-бурого цвета, который при разбав-

лении и нагревании легко гидролизуетея с образованием осадка основной соли ацетата (III) железа:



К 6 каплям испытуемого раствора прибавьте столько же капель раствора хлорида железа. При разбавлении раствора водой в 2–3 раза и нагревании выпадает осадок основной соли ацетата железа.

Открывать ацетат-ионы этой реакцией нельзя в присутствии анионов CO_3^{2-} , J^- , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-} , которые необходимо осадить хлоридом бария и нитратом серебра.

4.3. Анализ смеси анионов второй и третьей групп

Предварительно определяют присутствие анионов второй группы. С этой целью к 2–3 каплям испытуемого раствора добавьте 3–4 капли 2 н. раствора азотной кислоты и 2–3 капли раствора нитрата серебра (группового реагента). Выпадение осадка укажет на наличие анионов второй аналитической группы. Если при этом выпавший осадок будет черного цвета, то это укажет на присутствии сульфид-иона. Добившись полного осаждения, осадок отделите центрифугированием и промойте его дистиллированной водой.

Полученный осадок, который может содержать $AgCl$, $AgBr$, AgI , Ag_2S обрабатывайте 1–2 мл 12% раствора карбоната аммония, при этом хлорид серебра перейдет в раствор в виде комплексной соли диаминоаргентохлорида $[Ag(NH_3)_2]Cl$. Осадок отделите центрифугированием. Центрифугат разделите на две части. К первой части прибавьте несколько капель азотной кислоты, ко второй – раствора иодида калия. Помутнение раствора в первой пробирке и более интенсивное выпадение осадка во второй укажет на присутствие хлорид-иона.

К осадку после растворения хлорида серебра добавьте 4–5 капель 2 н. раствора серной кислоты и небольшое количество цинковой пыли. Содержание пробирки нагрейте на водяной бане до полного прекращения выделения газа. Осадок, содержащий избыток цинка и свободное серебро, отделите центрифугированием. К центрифугату, содержащему бромид- и иодид-ионы, добавьте по несколько капель бензола и затем по каплям, хлорную воду при по-

стоянном встряхивании смеси. По изменению окраски сделайте заключение о наличии бромид- и иодид-ионов (опыт № 8).

При наличии в испытуемом растворе сульфид-ионов их необходимо предварительно удалить действием сульфата цинка.

Для обнаружения нитрит-ионов к 5–6 каплям испытуемого раствора добавьте 2–3 капли 2 н. раствора серной кислоты, 4–5 капель 10% раствора иодида калия и несколько капель раствора крахмала. Полученную смесь перемешайте. В присутствии нитрит-иона появляется интенсивное синее окрашивание.

Нитрат-ионы обнаруживают реакцией с дифениламиноом (опыт № 11) после удаления нитрит-ионов (опыты № 17).

Обнаружение ацетат-ионов производится частными реакциями.

5. Содержание отчета

Отчет по лабораторной работе должен содержать конспект реакций анионов второй группы с групповым реагентом, конспект частных реакций анионов второй группы, конспект частных реакций анионов третьей группы, схему анализа смеси анионов второй и третьей групп.

6. Контрольные вопросы

- 6.1. Какие анионы относятся ко второй аналитической группе?
- 6.2. Как определить анионы Cl^- , Br^- , J^- , S^{2-} при совместном присутствии?
- 6.3. Как определить нитрат-ион в присутствии нитрит-иона?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 14, 15

“Анализ смеси анионов первой, второй и третьей аналитических групп (учебная и контрольная задачи)”

1. Цель работы

Изучить ход анализа смеси анионов первой, второй и третьей аналитических групп.

2. Задание

2.1. Выполнить частные реакции анионов первой, второй и третьей групп при их совместном присутствии.

2.2. Выполнить контрольную задачу по анализу смеси анионов первой, второй и третьей групп.

3. Порядок выполнения работы

Для анализа возьмите 30–40 капель исследуемого раствора, в котором присутствуют только катионы щелочных металлов. Остальную часть раствора сохраните до окончания исследования и сдачи результатов работы.

3.1. Предварительные испытания

Проба на анионы первой группы. К 4–5 каплям нейтрального или слабощелочного раствора ($\text{pH} = 7\text{--}9$) прибавьте столько же раствора хлорида бария. Образование осадка укажет на присутствие анионов первой группы. В этом случае проведите частные реакции на каждый анион первой группы.

Проба на анионы второй группы. К 4–5 каплям исследуемого раствора прибавьте несколько капель азотной кислоты и 4–5 капель раствора нитрата серебра. Если осадок образуется, значит, в растворе присутствуют анионы второй группы. В отдельных порциях раствора проведите реакции на каждый анион второй группы.

Испытание реакции раствора на универсальную индикаторную бумагу. Если реакция среды анализируемого раствора кислая ($\text{pH} > 2$), то в растворе не могут присутствовать анионы CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , NO_2^- .

Проба на анионы-окислители. К 5–6 каплям исследуемого раствора, подкисленного 2 н. раствором серной кислоты, прибавьте 2–3 капли раствора иодида калия и несколько капель раствора крахмала. При наличии анионов-окислителей раствор окрашивается в синий цвет.

Испытание на анионы-восстановители. К 5–6 каплям исследуемого раствора прибавьте 2–3 капли 2 н. раствора серной кислоты и 2–3 капли разбавленного раствора перманганата калия. Если при этом перманганат калия обесцвечивается, то в растворе могут присутствовать анионы-восстановители SO_3^{2-} , NO_2^- , Br^- , I^- , возможно, также и Cl^- .

Проба на выделение газов. К 3–4 каплям исследуемого раствора прилейте 3 капли 4 н. раствора серной кислоты и слегка встряхните пробирку. Если выделение газа незаметно, слегка нагрейте раствор. Выделение пузырьков газа укажет на возможное присутствие в растворе анионов CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- . По свойствам газов CO_2 , SO_2 , H_2S , NO_2 (запах, цвет) установите их возможный состав.

На основании предварительных испытаний сделайте вывод о том, какие анионы могут присутствовать в растворе (лучше перестраховаться!), после чего приступайте к их обнаружению.

3.2. Обнаружение отдельных анионов

Сульфат-ион открывают дробным путем из отдельной пробы действием хлорида бария в подкисленной (азотной или соляной кислотами) среде.

Сульфит-ион SO_3^{2-} открывают из отдельной порции раствора разложением серной кислотой при нагревании. Выделяющийся газ пропускают через раствор перманганата калия.

Если в растворе присутствуют анионы NO_2^- , S^{2-} , то от них необходимо освободиться, так как они мешают открытию сульфит-иона, или к 4 каплям раствора прибавьте 4 капли раствора хлорида бария. Полученный осадок отделите центрифугированием, промойте водой и обработайте 2–3 каплями 2 н. раствора соляной кислоты. Выделяющийся газ исследуйте на наличие диоксида серы.

Карбонат-ионы CO_3^{2-} открывают из отдельной порции раствора частной реакцией. Если в растворе присутствуют сульфит-ионы, их необходимо предварительно окислить до сульфат-ионов, так как

они могут мешать обнаружению иона CO_3^{2-} . Для этого к исследуемому раствору добавьте 8% раствор пероксида водорода и нагрейте на водяной бане. После этого проведите частную реакцию на карбонат-ион.

Силикат-ион SiO_3^{2-} обнаруживают из отдельной пробы исследуемого раствора путем обработки ее раствором хлорида аммония (предпочтительнее) или соляной кислотой.

Фосфат-ион PO_4^{3-} открывают из отдельной пробы раствора магниальной смесью или молибденовой жидкостью. Если в растворе присутствуют анионы второй группы и ион SiO_3^{2-} , то открытие фосфат-иона производят следующим образом. К 5–6 каплям анализируемого раствора прилейте такой же объем хлорида бария. Осадок отделите центрифугированием, промойте водой и растворите его в 2 н. растворе соляной кислоты. Полученный солянокислый раствор нейтрализуйте раствором аммиака до $pH = 7-8$, добавьте несколько кристалликов хлорида аммония и слегка нагрейте. Если появится осадок поликремниевой кислоты, его отделите центрифугированием, а центрифугат проверьте на наличие фосфат-ионов.

Сульфид-ион S^{2-} открывают из отдельной пробы ацетатом свинца или окислением до свободной серы. Сульфид-ионы мешают открытию хлорид-, бромид- и иодид-ионов, поэтому их рекомендуется удалять. Для этого к 5–6 каплям нейтрального или слабощелочного раствора ($pH = 7-9$) добавляют раствор $ZnSO_4$ и нагревают. Образовавшийся сульфид цинка отделяют центрифугированием и в центрифугате открывают хлорид-, бромид- и иодид-ионы.

Если в испытуемом растворе отсутствует бромид-ион, хлорид-ионы открывают частными реакциями. В присутствии бромид-ионов хлорид-ионы открывают так же, но осадок солей серебра обрабатывают не раствором аммиака, а карбонатом аммония.

Открытие бромид ионов Br^- осуществляют окислением их хлорной водой до свободного брома в присутствии бензола. Если присутствуют анионы восстановители, то их сначала окисляют раствором перманганата калия в кислой среде.

Для этого возьмите 5–6 капель анализируемого раствора, добавьте 2 капли 2 н. раствора серной кислоты и прибавьте при помешивании по каплям раствор перманганата калия до слабмалиновой окраски. Полученный раствор проверьте на присутствие бромид-ионов.

Для обнаружения иодид-ионов к 5 каплям испытуемого раствора добавьте 2 капли концентрированной серной кислоты ($d = 1,84$). При наличии йода он выделяется в свободном виде, и его можно обнаружить при помощи влажной крахмальной бумаги. При наличии в растворе ионов-восстановителей поступают так же, как при открытии бромид-ионов.

Если по предварительным испытаниям отсутствуют нитрит-ионы, то нитрат-ионы открывают с дифениламином. Если же в растворе присутствуют нитрит-ионы, их предварительно удаляют при помощи хлорида аммония или мочевины.

Анионы NO_2^- открывают из отдельной пробы действием минеральных кислот (выделение бурого газа) или иодида калия, или сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина.

Ацетат-ионы CH_3COO^- открывают из отдельных проб частными реакциями.

4. Содержание отчета

Отчет должен содержать схему анализа смеси анионов первой, второй и третьей аналитических групп и описание хода выполнения контрольной задачи.

5. Контрольные вопросы

- 5.1. Какими способами можно разделить анионы PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} , SO_3^{2-} ?
- 5.2. Как определяется нитрат-ион в присутствии натрит-ионов?
- 5.3. Как можно открыть хлорид-, бромид- и иодид-ионы в присутствии сульфид-иона?

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1

Произведения растворимости важнейших малорастворимых веществ

Формула вещества	ПР	pПР = - lg ПР
<i>AgBr</i>	$5,3 \cdot 10^{-13}$	12,28
<i>AgCl</i>	$1,78 \cdot 10^{-10}$	9,75
<i>AgCNS</i>	$1,1 \cdot 10^{-12}$	11,95
<i>Ag₂CrO₄</i>	$1,1 \cdot 10^{-12}$	11,95
<i>Ba(NO₃)₂</i>	$4,5 \cdot 10^{-3}$	2,35
<i>Ba(OH)₂</i>	$5,0 \cdot 10^{-3}$	2,3
<i>BaSO₄</i>	$1,1 \cdot 10^{-10}$	9,97
<i>Bi(OH)₃</i>	$3,2 \cdot 10^{-40}$	39,5
<i>CaCO₃</i>	$4,8 \cdot 10^{-9}$	8,32
<i>CaC₂O₄</i>	$2,3 \cdot 10^{-9}$	8,64
<i>CaSO₄</i>	$2,5 \cdot 10^{-5}$	4,6
<i>CoS α</i>	$4,0 \cdot 10^{-21}$	20,40
<i>CoS β</i>	$2,0 \cdot 10^{-25}$	24,70
<i>CuS</i>	$6,3 \cdot 10^{-36}$	35,20
<i>Fe₄[Fe(CN)₆]₃</i>	$3,0 \cdot 10^{-41}$	40,52
<i>Fe(OH)₂ (Fe²⁺, 2OH⁻)</i> <i>(FeOH⁺, OH⁻)</i> <i>(H⁺, HFeO₂⁻)</i>	$8 \cdot 10^{-16}$ $3 \cdot 10^{-10}$ $8 \cdot 10^{-20}$	15,1 9,5 19,1
<i>Fe(OH)₃ (Fe³⁺, 3OH⁻)</i> <i>(свежеосажденная)</i>	$6,3 \cdot 10^{-38}$	37,2
<i>Fe(OH)₃ (Fe³⁺, 3OH⁻)</i>	$6,3 \cdot 10^{-39}$	38,2
<i>Mg(OH)₂</i> <i>(свежеосажденная)</i>	$6,0 \cdot 10^{-10}$	9,22
<i>Mg(OH)₂ (Mg²⁺, 2OH⁻)</i> <i>(MgOH⁺, OH⁻)</i> <i>(после старения)</i>	$7,1 \cdot 10^{-12}$ $2,7 \cdot 10^{-9}$	11,15 8,57
<i>PbCl₂</i>	$1,6 \cdot 10^{-5}$	4,79
<i>PbSO₄</i>	$1,6 \cdot 10^{-8}$	7,80
<i>SrSO₄</i>	$3,2 \cdot 10^{-7}$	6,49
<i>Zn(CN)₂</i>	$2,6 \cdot 10^{-13}$	12,59
<i>ZnS α</i>	$1,6 \cdot 10^{-24}$	23,80

Нормальные окислительно-восстановительные потенциалы

Высшая степень окисления	Количество электронов	Низшая степень окисления	E° (вольт)
$S_2O_8^{2-}$	2	$2SO_4^{2-}$	+2
$H_2O_2+2H^+$	2	$2H_2O$	+1,77
$MnO_4^-+8H^+$	5	$Mn^{2+}+4H_2O$	+1,51
PbO_2+4H^+	2	$Pb^{2+}+2H_2O$	+1,455
Cl_2+2H^+	2	$Cl_2^-+2H_2O$	+1,36
$Cr_2O_7^{2-}+14H^+$	6	$2Cr^{3+}+7H_2O$	+1,33
HNO_2+4H^+	1	$NO\uparrow+H_2O$	+0,99
$NO_3^-+4H^+$	3	$NO+2H_2O$	+0,96
$NO_3^-+2H^+$	1	NO_2+H_2O	+0,80
Fe^{3+}	1	Fe^{2+}	+0,0771
J_2	2	$2J$	+0,536
Cu^{2+}	2	$Cu\downarrow$	+0,337
Sn^{4+}	2	Sn^{2+}	+0,15
$S\downarrow+2H^+$	2	H_2S	+0,14
$2H^+$	2	$H_2\uparrow$	⁺ 0,00 ₋
Sn^{2+}	2	Sn	-0,14
$2CO_2\uparrow+2H^+$	2	$H_2C_2O_4$	-0,49
Cr^{3+}	1	Cr^{2+}	-0,41
$As\downarrow+3H^+$	3	$AsH_3\uparrow$	-0,60
Zn^{2+}	2	$Zn\downarrow$	-0,7628

ЛИТЕРАТУРА

Основная

1. *Васильев В.П.* Аналитическая химия: учебник. Кн.1. – М.: Дрофа, 2007. – 366 с.

2. *Васильев В.П.* Аналитическая химия: учебник. Кн.2. – М.: Дрофа, 2007. – 383 с.

Дополнительная

3. *Белик В.В.* Физическая и коллоидная химия: учебник. – М.: Академия, 2005. – 288 с.

4. *Ипполитов Е.Г.* Физическая химия: учебник. – М.: Академия, 2005. – 448с.

5. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы: учеб. пособие/ под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2004. – 412 с.

