Министерство высшего и среднего специального образования республики Узбекистан.

Ташкентский химико-технологический институт

кафедра «Аналитической химии»

Лабораторные работы

по аналитической химии

Химические методы анализа

ТАШКЕНТ-2004

В данном методическом указании освещены лабораторные работы качественного и количественного химического анализа. В качественном анализе приведены реакции I-II и III групп катионов, реакции анионов, анализ их смесей, а также методики анализа сухой соли.

В количественном анализе приведены методики выполнения работ по титриметрическому анализу, основанных на реакциях нейтрализации, окисления-восстановления, комплексообразования и методы расчётов результатов анализа.

Методическое указание предусмотрено для студентов очного и заочного обучения технологических вузов.

Утверждено на методическом совете ТашХТИ (протокол № ).

Составители:доц. Закиров Б.Б.

проф. Назирова Р.А.

ст.пр. Мухамедова М.А.

асс. Жураев В.Н.

Рецензент:проф. Рахмонбердиев А.

**Качественный анализ**

**Лабораторная работа №1**

**Общая характеристика катионов I группы**

В I группу входят катионы NН4+, К+, Na+, Mg2+ и др.

Многие их соли хорошо растворимы в воде, особенно их сульфаты, хлориды, карбонаты, что немаловажно маловажно для анализа. В отличие от других групп катионы I группы не имеют группового реагента.

Цель работы **:** Изучении характерных качественных реакций I- группы катионов.

Реакции катионов NH4+

1. Открытие реактивом Несслера – K2[Hg J4] · 4 KOH.

Для выполнения реакции отбираем в пробирку 1-2 капли раствора соли аммония, приливаем 2-4 капли реактива Несслера. Красно-бурый осадок говорит о присутствии катиона NH4+.

Нg

NH4Cl+2K2 [Hg J4] 4KОН→[O NH2] J↓+7KJ+KCl+2H2O

Na

1. Реакции со щелочами:

t 0

NH4Cl+NaOH→ NH4OH+NaCl

NH3↑ H2O

К 2-3 каплям раствора соли аммония приливаем 3-4 капли щелочи и нагреваем в водяной бане. По запаху аммиака или по посинению лакмусовой бумажке, смоченной водой и приложенной к горлышке пробирки определяем наличие катионов аммония.

Реакции катионов К**+**

1. Открытие действием кобальтинитритом натрия

2KCl+Na3[СО(NO2) 6]→K2Na[СО(NO2) 6] ↓+2NaCl

В этой реакции в пробирку приливаем 1-2 капли раствора соли калия и добавляем 3-4 капли Na3[СО(NO2) 6]. Образование жёлтого осадка говорит о присутствии катионов K+.

2. Действие винной кислотой или кислым виннокислым натрием.

Н2C4Н4O6+CН3CОONa→NaHС4H4O4+ CH3СООН

KCl+NaHС4H4O6→KHC4H4O6↓+NaCl

В пробирку приливаем 2-3 капли раствора соли калия, добавляем 3-4 капли винной кислоты и 3-4 капли CH3СООNa. Пробирку со смесью охлаждаем под струёй водопроводной воды и потираем стенки пробирки с раствором стеклянной палочкой. Образуется белый кристаллический осадок. Осадок сразу не выпадает потому что образуются пересыщенные растворы и частицы стекла, образованные потиранием стеклянной палочкой, являются центром кристаллизации и способствуют выпадению осадка.

Реакции катионов Mg2+

1. Открытие гидрофосфатом натрия.

NH4Cl

MgCl2+Na2HPO4+NH4OH MgNH4PO4↓+2NaCl+H2O

рН=9.2

В этой реакции в пробирку проливаем 2-3 капли раствора соли магния, добавляем 1-2 капли аммонийной буферной смеси и 3-4 капли Na2HPO4. Образуется белый кристаллический осадок.

2. Действие щелочей.

MgCl2+2NaOH→Mg(OH)2+2NaCl

MgCl2+2KOH→Mg(OH)2+2KCl

В пробирку приливаем 2-3 капли раствора соли магния, 2-3 капли воды и 3-4 капли щёлочи. Образуется белый аморфный осадок.

**Лабораторная работа №2**

**Общая характеристика катионов II группы**

Ко II группе катионов откосятся Ca2+, Ba2+, Sr2+ и другие. Сульфаты, фосфаты, оксалаты и карбонаты II группы катионов мало растворимые в воде. Групповым реагентом II группы катионов является (NH4)2СО3, который в присутствии аммонийной буферной смеси (рH=9.2) ocаждает их в виде карбонатов CaСО3,BaСО3 и SrСО3.

Цель работы–ознакомление с общими и характерными реакциями II группы катионов.

Реакции катионов Ba2+

1. Бихромат калия K2Cr2O7 осаждает катионы бария в виде жёлтого осадка:

2BaCl2+2CH3СООNa+K2Cr2O7+H2O→2BaCrO4+ 2NaCl + 2CH3СООН + KCl

В пробирку приливают 2-3 капли BaCl2, добавляют 2-3 капли СH3СООNa и 3-4 капли K2Cr2O7. В результате образуется осадок жёлтого цвета. Открытию бария по этой реакции не мешают катионы Cа2+и Sr2+.

2. Открытие карбонатом аммония.

BaCl2+(NH4)2СО3 →BaСО3↓+ 2NH4Cl

В пробирку приливают 2-3 капли BaCl2 и добавляют 3-4 капли (NH4)2СО3 . Образуется белый кристаллический осадок.

Реакции катионов Са+2

1. Открытие оксалатом аммония (NH4)2C2O4:

CaCl2+(NH4)2C2O4→CaC2O4↓+2NH4Cl

К 2-3 каплям CaCl2 приливают 3-4 капли (NH4)2C2O4. Образуется белый кристаллический осадок.

2. Действие карбонатом аммония.

CaCl2+(NH4)2СО3→CaСО3↓+2NH4Cl

K 2-3 каплям CaCl2 приливаем 3-4 капли (NH4)2СО3. Образуется белый осадок.

**Лабораторная работа №3**

**Систематический анализ смеси I и II группы катионов.**

1. Открытие катионов NH4+.

Для этого в пробирку приливают 1-2 капли контрольной смеси, добавляют 3-4 капли реактива Несслера. Красно-бурый осадок свидетельствует о присутствии катионов NH4+.

2. Разделение I и II групп катионов.

В центрофужную пробирку приливают 10 капель контрольной смеси, добавляют 5-6 капель аммонийной буферной смеси и 15 капель (NH4)2СО3  Образовавшийся осадок (II группа катионов) центрифугируют, к раствору над осадком добавляют 2-3 капли (NH4)2СО3 (проверочная реакция). Если образуется, белая муть, добавляют 5-6 капель (NH4)2СО3  и центрифугируют, раствор переливают в другую пробирку и надписывают, что это I группа катионов. К осадку приливают четверть пробирки воды. Вытряхивают и вновь центрифугируют. Раствор сливают в раковину, к осадку приливают 3-4 капли СН3СООН. Если осадок не растворился, нагревают в водяной бане и добавляют еще 2 капли CH3СООН, т.е. стараются растворить в возможно малом количестве уксусной кислоты. После растворения осадка раствор разбавляют 5 каплями воды, переливают в другую пробирку и надписывают, что это II группа катионов.

3. Открытие Ba2+.

В центрофужную пробирку приливают 2-3 капли раствора II группы катионов, добавляют 2 капли CH3СООNа и 3-4 капли бихромата калия. Жёлтый осадок говорит о присутствии катионов Ba2+.

4. Удаление Ba2+ и открытие Ca2+ .

Центрофужную пробирку с осадком BaCrO4 центрифугируют, раствор переливают в другую пробирку и добавляют 3-4 капли оксалата аммония. Если образуется белый осадок, то присутствует катион Ca2+.

5. Открытие Mg2+.

В пробирку приливают 2-3 капли раствора I группы, добавляют 2 капли аммонийной буферной смеси и 3-4 капли гидрофосфата натрия. Если образуется белый осадок, значит, присутствует катион Mg2+.

6. Удаление NH4+ и открытие K+.

В центрофужную пробирку 2-3 капли приливают контрольного раствора I группы, добавляют 1 каплю фенолфталеина, 5 капель формалина и по каплям раствор Na2СО3 до покраснения раствора. Смесь нагревают 1 минуту, охлаждают и обесцвечивают, добавляя по каплям уксусную кислоту. Если образуется муть смесь центрифугируют, раствор переливают в другую пробирку и добавляют к ней 3-4 капли кобальтинитрита натрия. Если образуется жёлтый осадок, то присутствует катион калия.

**Лабораторная работа № 4**

**Реакции катионов III группы.**

В III группу входят катионы Fe2+, Fe3+, Ni2+, СО2+, Mn2+ катионы подгруппы Al3+ и другие катионы рассеянных элементов.

Реакция катионов Fe2+.

1. Fe2+ с гексацианоферратом калия K3[Fe(CN)6] образует осадок “турнбулевой сини”.

3 Fe2++2K3[Fe(CN)6]→Fe[Fe(CN)6]2+6K+

В этой реакции к 1-2 капелям сульфата железа (+2) приливаем 3-4 капли K3[Fe(CN)6]. Образуется осадок синего света, зеленоватый по краю пробирки.

2. Реакция со щелочами:

Fe2++KOH-→Fe(OH)2↓

К 2-3 каплям Fe2+ приливают 3-4 капля раствора щелочи (KOH, NaOH). Образуется осадок грязно-зеленого цвета.

Реакции катионов Fe3+

1.Реакция с K4[Fe(CN6)] (гексоцианоферрат калия).

4Fe3++3[Fe(CN6)]4 -→Fe4[Fe(CN) 6] 3↓

К 2-3 каплям Fe3+ приливают 3-4 капли раствора K4[Fe(CN6)]. Образуется синий осадок “берлинской лазури”.

2.Реакция с роданидом аммония NH4CHS.

Fe3++3NH4CNS→Fe(CNS)3+3NH4+

К 1-2 каплям Fe3+ приливаем 3-4 капли роданида аммония. Образуется раствор кроваво-красного цвета.

Реакции катионов Ni2+.

1.Реакции с реактивом Чугаева (диметилглеоксимом)

2

CH

3

-

C=N

-

OH

CH

3

-

C=N

-

OH

+

Ni

+2

CH3- C=N

Ni

N=C

-

CH

3

O

H ∙∙∙ O

N=C

-

CH

3

O

H ∙∙∙ O

+

2H+

CH3- C=N

К 2-3 каплям Ni2+ приливаем 2-3 капли диметилглеоксима и 1-2 капли разбавленного NH4OH. Образуется осадок ярко-красного цвета. Определению Ni2+ мешают катионы Fe2+, которые необходимо предварительно удалить.

2.Реакция со щелочами:

Ni2++2OH-→Ni(OH)2↓

К 2-3 каплям Ni2+ приливаем 2-3 капли щелочи. Образуется осадок зеленного цвета.

Реакции катионов Со2+

1.Открытие нитритом калия KNO2:

Со2++7NО2-+3K++2CН3СООН→K3[СО(No2)6]↓+NО↑+2CH3СОО-+H2O

К 2-3 каплям Со2+ добавляют 1 шпатель сухой соли KNО2 и 1 каплю CН3СООН. При этом образуется осадок желтого цвета.

2. Открытие роданидом аммония NH4CNS:

Со2++4CNS-→[Со(CNS)4]2-

К 2-3 каплям Со2+ приливают 5 капель насыщенного раствора NH4CNS и 1 шпатель сухой соли NH4CNS.

Образуется раствор ярко-синего цвета.

Реакции катионов Mn2+.

1. Открытие висмутатом натрия NaBiO3:

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

В этой реакции к 1-2 каплям Mn2+ приливаем 3-4 капли 6N азотной кислоты, 3-4 капли воды и на кончике шпателя сухой соли NaBiO3. Образуется малиновокрасный раствор над осадком.

2. Открытие двуокисью свинца PBO2:

2Mn2++5PbO2+4H+→2MnO-4+5Pb2++2H2O

К 1 капли Mn2+ добавляют 1 шпатель PbO2 и 5-6 капель концентрированной азотной кислоты.

Образуется фиолетово-красный раствор.

**Лабораторная работа №5**

**Анализ смеси катионов III группы.**

1.Открытие катионов Fe2+:

К 2-3 каплям контрольной смеси приливают 3-4 капли K3[Fe(CN)6]. Синий осадок говорит о присутствии катионов Fe2+.

2.Открытие катионов Fe3+:

К 2-3 каплям контрольной смеси приливают 3-4 капли K4[Fe(CN) 6]. Если образуется синий осадок, то в растворе присутствуют катионы Fe3+

3.Открытие катионов Ni2+:

К 2-3 каплям контрольной смеси приливают 3-4 капли диметилглеоксима и 1-2 капли NH4OH. Если образуется ярко-красный осадок, значит присутствуют катионы никеля.

Если в контрольном растворе присутствуют катионы Fe2+, то они тоже в этих условиях реагируют с диметилглеоксимом и образуют красный осадок.

В этом случае реакцию выполняют на фильтровальной бумаге. В центр фильтра приливают 1 каплю аммонийной буферной смеси, 1 каплю Na2HPO4, 1 каплю контрольной смеси. При добавлении каждой капли ждут пока капля рассосётся, а фильтр держат в руке горизонтально. В этих условиях катионы железа образуя осадок с гидрофосфатом натрия остаются в центре фильтра, а катионы никеля рассасываются на периферии фильтра. Приливаем 1 каплю воды, чтобы остатки никеля смыть на периферию фильтра. Пипетку с диметилглеоксимом проводят по внутренней стороне влажного пятна. Если присутствуют катионы никеля, то образуется красное кольцо.

4.Открытие катионов Cо2+:

К 2-3 каплям контрольной смеси добавляют 1 шпатель NaNО2, 2-3 капли KCl, и 1-2 капли CН3СООН. Если образуется жёлтый осадок, значит присутствуют катионы кобальта.

5. Открытие катионов Mn2+.

К 2-3 каплям контрольной смеси приливают 3-4 капли 6N HNO3 3-4 капли воды. К смеси добавляют 1 шпатель сухой соли NaBiO3. Если над осадком образуется раствор красного цвета, значит присутствуют катионы марганца.

**Лабораторная работа №6**

**Обшая характеристика анионов**

Анионы подразделяются на III аналитические группы. В I группу входят анионы СО32-, HPO42-, SO42-,SO32-,CrO42- и другие Групповой реагент для I группы анионов BaCl2, который осаждает их в нейтральной и слабощелочной среде, образуя белые осадки.

Во II группу входят анионы Cl­-, Br-, J-, S-, CNS-, CN- и другие. Они осаждаются групповым реагентом AgNО3 из слабокислых растворов.

В III группу входят анионы NO3-, NO2-, CH3СОО-, ClO3-, MnO4- и другие. Соли бария и серебра III группы анионов растворимы в воде и групповой реагент у них отсутствует.

Реакции анионов I группы.

При действии на анионы I группы раствором BaCl2 образуются осадки, растворимые в различных кислотах. Этим воспользуемся при обнаружении анионов I группы.

1. СО32 + BaCl­2 → BaСО3 ↓ +2Cl-

К 2-3 каплям СО32- приливают, 2-3 капли BaCl2 образуется белый осадок растворимый в уксусной кислоте с выделением газов:

↓ BaСО3+2CN3СООН → Ba(CН3СОО)2 + H2O + СО2 ↑

2. HPO42‑ + BaCl2 → BaHPO4↓ + 2Cl-

Осадок гидрофосфата бария растворяется в сильных кислотах без выделения газа:

↓ BaHPO4 + 2НCl → BaCl2 + H3PO4

3. Сульфат кислоты тоже образуют с BaCl2 белый осадок, но не растворимый ни в каких кислотах.

SO42- + BaCl2  → BaSO4 ↓ + 2Cl-

К 2-3 каплям SO42- приливают 2-3 капли раствора ВaCl2. Образуется белый осадок не растворимый в кислотах.

Реакция анионов II группы

II группа анионов (Cl-, J-) образуют с AgNO3 осадки белого и жёлтого цветов.

1. Cl-  + AgNO3 → AgCl ↓+ NO3-

К 2-3 каплям ионов Cl- приливают 2-3 капли раствора AgNO3. Образуется белый осадок. Если к осадку прилить 3-4 капли NH4OH осадок растворяется, образуя аммиачный комплекс:

AgCl ↓ + 2 NH4OH → [Ag(NH3)2] Cl + 2H2O

2. J- + AgNO3 → AgJ↓ + NO3-

К 2-3 каплям ионов J- приливают, 2-3 капли AgNO3 образуется жёлтый осадок не растворимый в NH4OH

Чтобы убедиться, что J- присутствует, используют его реакцию с Pb(NO3)2

2J- + Pb(NO3)2 → PbJ2 ↓ + 2NO3-

К 2-3 каплям ионов J- приливают 2-3 капли Pb(NO3)2 образуется осадок ярко жёлтого цвета.

Реакция анионов III группы

Анионы III группы (NO3- и CH3СОО-) не имеют группового реагента и их можно открывать дробным методом, т.е. открытию одного иона не мешает другой.

Реакция открытия анионов NO3-

Реакция с сульфатом железа.

2NO3- + 2Fe2+ + 8H+ → 2Fe3+ + 2NO↑ + 4H2O

К 2-3 каплям NO3- добавляют 2 шпателя сухой соли FeSO4 и 3-4 капли концентрированной серной кислоты. Образуется газ NO который, окисляясь кислородом воздуха из бесцветного переходят в бурый:

2NO + O2 → NO2 ↑

Реакция открытия анионов CH3СОО-

Реакция открытия ионов CH3СОО- хлоридом железа (III)

FeCl3 + 3CH3СООNa → Fe (CH3СОО)3 + 3NaCl

К 2-3 каплям ацетат ионов приливаем 1-2 капли хлорида железа. Образуется раствор красноватого цвета.

**Лабораторная работа №7**

**Анализ смеси анионов трёх групп**

К 2-3 каплям контрольной смеси приливают 2-3 капли BaCl2. Если образуется белый осадок, то присутствует анионы I группы. К осадку приливают 3-4 капли уксусной кислоты. Если осадок растворяется с образованием газа СО2, значит присутствуют анионы карбоната. Если осадок не растворяется, то приливают 2-3 капли азотной кислоты. Если осадок растворится, то присутствуют анионы гидрофосфата, если не растворится, присутствуют сульфат ионы.

2. Открытие анионов II группы.

К 2-3- каплям контрольной смеси приливают 2-3- капли AgNO3. Если образуется осадок, то присутствуют анионы II группы. К осадку приливают 3-4 капли гидроокиси аммония. Если осадок полностью растворяется, то присутствуют анионы хлора. Если осадок не растворяется то его, центрифугируют, раствор переливают в другую пробирку и добавляют 2-3 капли азотной кислоты. Если вновь образуется осадок белого цвета, значит присутствуют ионы хлора.

Для определения ионов йода к 2-3 каплям контрольного раствора приливают 2-3 капли нитрата свинца. Если образуется осадок ярко-жёлтого цвета, то присутствуют ионы йода.

3. Анализ III группы анионов.

Ионы нитрата и ацетата определяют по реакциям указанным выше, т.е. нитрат ион действием FeSO4 и концентрированной серной кислотой, а ацетат-ион действием хлорида железа.

**Лабораторная работа №8**

**Анализ сухой соли**

I. Растворение сухой соли.

Часть сухой соли переносят в пробирку, приливают четверть пробирки воды и тщательно встряхивают. Если соль не растворяется, то вначале его растворяют в уксусной, далее в азотной кислоте.

II. Анализ катионов.

1. Если соль состоит из катионов III группы, образование осадка с сульфидом аммония, то определение проводят согласно анализу смеси III группы катионов.

2. Если не образуется осадок с (NH4)2S, то катион или I или II группы. В этом случае проверяют наличие II группы действием карбоната аммония. При образовании белого осадка проводят реакции открытия бария и кальция.

2. Если при действии карбоната аммония не образуется белый осадок, значит присутствуют катионы только I группы и проводят открытие катионов аммония, магния и калия.

III. Открытие анионов.

Это определение проводят по методу анализа смеси анионов трех групп, что указано было выше.

**Лабораторная работа №9**

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ**

**Гравиметрический метод анализа**

Определение кристаллизационной воды в соли BaCl2∙2H2O

Гравиметрический (весовой) анализ проводят двумя методами:

1) метод отгонки

2) метод осаждения

Определение кристаллизационной воды проводят методом отгонки.

Воду, входящую в структуру кристаллов некоторых веществ-кристаллогидратов, называют кристаллизационной водой. Содержание кристаллизационной воды в различных кристаллогидратах различная и отвечает определенным химическим формулам: H2C2O4∙2H2O, BaCl2∙2H2O, CuSО4∙5H2O, Na2SO4∙10H2O и т.д. Однако в зависимости от температуры, влажности воздуха и природы кристаллогидратов вода может выветриваться из кристаллов, т.е. количественно может уменьшаться или даже увеличиваться. Поэтому чтобы знать точную химическую формулу кристаллогидратов проводят определение кристаллизационной воды.

Метод основан на выделении воды при нагревании, т.е. на методе отгонки. Если рассмотреть на примере BaCl2∙2H2O, то точную навеску этой соли (1-1.% г) помещают в тигель и нагревают в сушильном шкафу при 120-125оС. Пока не перестанет изменяться масса (высушивание до постоянной массы)

BaCl2 2H2O → BaCl2 + 2H2O

Ход определения

Фарфоровый тигель или бюкс тщательно моют и высушивают 5-10 мин в сушильном шкафу и охлаждают 20 мин. в эксикаторе и взвешивают вначале на технохимических, затем на аналитических весах.

Точную навеску соли BaCl2∙2H2O (1-1,5 г.) помещают в тигель и высушивают в сушильном шкафу 2 часа при 120-125оС. Тигель с солью вынимают щипцами и переносят в эксикатор, охлаждают 20 мин. и взвешивают на аналитических весах записав массу. Тигель вновь помещают в сушильный шкаф и высушивают 1 час. Охладив тигель в эксикаторе вновь взвешивают. Если разница в массе составляет не более 0,0002 г. считается, что вода полностью удалена.

После высушивания до постоянной массы производят расчет содержания кристаллизационной воды.

РАСЧЕТЫ:

Положим, что результаты взвешивания таковы:

Масса тигля 10,6572 г.

Масса тигля с веществом 11,9746 г.

Навеска соли будет 1,3274 г.

Масса тигеля с веществом после высушивания

1 е взвешивание 11,7629

2 е взвешивание 11,7624

3 е взвешивание 11,7622

Из результатов взвешивания видно, что второе и третье взвешивание достаточно близки, поэтому отбрасывают первый результат и берут средний из двух последующих:

(11,7624+11,7622) / 2 = 11,7623

По разности массы тигля с веществом до высущивания и после находят массу кристаллизационной воды:

11,9846 - 11,7623 = 0,2223 г.

Процентное содержание кристаллизационной воды находят из пропорции:

В 1,3272 г. навески содержится 0,2223 г. H2O

в 100 г . Х2 H2O



**ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**Метод нейтрализации**

В титриметрическом (объемном) анализе раствор с точно известной концентрацией (титрованный или стандартный раствор) помещают в бюретку и по каплям приливают к исследуемому раствору с известным объемом, помещённый в коническую колбу и постоянно перемешивают. По изменению окраски индикатора или другим признакам определяют эквивалентный объем, затраченный на реакцию и подставляя его значение (V) в расчетные формулы определяют количество исследуемого вещества.

Метод нейтрализации или кислотно-основного титрования основан на реакции:

H+ + OH- = H2O

и позволяет определять концентрации кислот, щелочей, гидролизирующихся солей и т.д.

**Лабораторная работа №10**

**Определение процентного содержания кислот**

Работа проводится в следующей последовательности.

1. Приготовление 250 мл 0,1 нормального стандартного раствора щавелевой кислоты.

2. Приготовление 250 мл 0,1 нормального раствора щелочи из 4%-ного раствора.

3. Определение точной концентрации приготовленной щелочи.

4. Определение процентного содержания контрольного раствора кислоты.

Теоретический расчёт

1. Расчёт массы щавелевой кислоты для приготовления 250 мл 0,1 нормального раствора

М H2C2O4 2H2O = 126 г.

г-экв. H2C2O4 2H2O = 126:2 = 63 г.

Если: 1000мл — 1г-экв — 1 N

значит: 1000 мл — 63 г. — 1 N

1000 мл — 6,3 г. — 0,1N

250 мл — Х г. — 0,1 N

отсюда:



Значит, для приготовления 0,1 N раствора на аналитических весах отмеряем 1,5757 г щавелевой кислоты, переносим в колбу на 250 мл, растворяем в небольшой порции воды, приливаем до метки воду и тщательно перемешиваем.

2. Приготовление 250 мл 0,1 N раствора NaOH из 4% раствора.

М NaOH = 40 г. Г — экв NaOH = 40 г.

Если: 1000 мл — 40 г — 1 N

1000 мл — 4 г — 0,1N

250 мл — Х г — 0,1 N

отсюда: Х = (250 · 4): 1000 = 1 г

Значит для приготовления 250 мл 0,1N растворы NaOH необходимо взять 1г щелочи. Но NaOH сильно притягивает влагу и практически навеску его на аналитических весах отвесить невозможно. Поэтому раствор будем готовить из заранее приготовленного ~ 4%-ного раствора. Рассчитаем сколько мл 4%-ного NaOH необходимо взять, чтобы раствор содержал 1 г

Если 100 мл — 4 г — 4%

Х мл — 1 г

Х = (100 1): 4 = 25 мл

Значит, чтобы приготовить 250 мл 0,1 N раствора NaOH, отбираем мерным цилиндром 25 мл 4%го раствора NaOH, приливаем в колбу на 250 мл, приливаем до метки воду и тщательно перемешиваем.

3. Определение точной концентрации NaOH

В коническую колбу при помощи пипетки или бюретки приливаем 10 мл 0,1N щавелевой кислоты, добавляем 1-2 капли индикатора - фенолфталеина (ф-ф) и титруем, приливая по каплям из бюретки раствор NaOH до появления слаборозовой окраски.

H2C2O4 + 2NaOH — Na2C2O4 + 2H2O

Опыты повторяем 4 раза и результаты записываем в таблицу

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| V H2C2O4,мл | 10 | 10 | 10 | 10 |
| V NaOH, мл |  |  |  |  |

Из трех близких значений вычисляем средний результат и по формуле рассчитываем нормальность NaOH:



4. Определение % содержания кислоты.

В мерную колбу на 250 мл приливают 5-10 мл контрольной кислоты, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают. При помощи пипетки или бюретки отбирают 10 мл кислоты, приливают в коническую колбу, добавляют 1-2 капли фенолфталеина и титруют рабочим раствором NaOH до бледно-розовой окраски. Опыты повторяют 4 раза и результаты титрований записывают в таблицу.

Из трех близких результатов рассчитывают средний и по формуле определяют процентное содержание кислоты:



**Лабораторная работа №11**

**МЕТОДЫ ОКИСЛИТЕЛЬНО - ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ**

**Перманганатометрия**

Метод основан на высокой окислительной способности перманганат ионов в кислой среде, например ионов Fe2+ по реакции:

5Fe2+ + MnO4- + 8H+ — 5Fe3+ + Mn+2 + 4H2O



Порядок выполнения работы:

1. Приготовление 250 мл 0,05N раствора КМnO4 из ~ 3% раствора.

2. Определение точной концентрации KMnO4

3. Определение граммового содержания железа.

Теоретические расчеты

1. Рассчитаем сколько мл. 3% раствора KMnO4 необходимо для приготовления 250 мл 0,05 раствора

1000 мл — 1 г - экв — 1N

1000 мл — 31,61 г — 1N

1000 мл — 1,5805 г — 0,05N

250 мл — Х г — 0,05N



Наш исходный раствор 3% поэтому:

100 мл — 3 г — 3%

Х мл — 0,395 г — 3%



Значит, чтобы приготовить 250 мл. 0.05N раствор KMnO4 отбираем мерным цилиндром 13,2 мл 3% раствора KMnO4, приливаем в колбу на 250 мл, доливаем до метки воду и тщательно перемешиваем.

2. Определение точной концентрации KMnO4: при помощи пипетки или бюретки отбираем 5 мл 0,1N щавелевой кислоты, приливаем в коническую колбу, добавляем 10-15 мл 10% ной H2SO4 нагреваем до ~ 80оС и титруем в горячем виде раствором KMnO4 до слабо-розовой окраски. После добавления 1-2 капель KMnO4 смесь тщательно перемешиваем до обесцвечивания затем продолжаем титровать обычным способом.

5C2O42- + KMnO4- + 16 H+ — KMn2+ + 8H2O + 10СО2↑

Опыты повторяем 4 раза и из трёх близких результатов берем средний и по формуле рассчитываем нормальность KMnO4



3. Определение граммового содержания Fe2+

К контрольному раствору железа в конической колбе приливаем 10-15 мл 10% раствора H2SO4 и титруем рабочим раствором KMnO4 до бледно-розовой окраски. После добавления 1-2 капель KMnO4 раствор тщательно перемешиваем до обесцвечивания и далее титруем обычным способом.

Граммовое содержание железа рассчитываем по формуле:



**Лабораторная работа № 12**

**ЙОДОМЕТРИЯ**

**Определение граммового содержания меди (Cu2+)**

Метод основан на окислительно-восстановительных процессах, связанных с окислением ионов J- до J2

2J- - 2e → J2

Порядок выполнения работы.

1. Приготовление 250 мл 0,1N раствора K2Cr2O7

2. Определение концентрации рабочего раствора Na2S2O3

3. Определение граммового содержания меди.

Теоретические расчеты

1. Приготовление 250 мл 0,1N раствора K2Cr2O7.



Значит 1000 мл — 49,03 г — 1N

1000 мл — 4,903 г — 0,1N

250 мл — Х г — 0,1N



Значит, чтобы приготовить 250 мл 0,1N раствора необходимо на аналитических весах взвесить 1,2257 г K2Cr2O7 перенести в медную колбу, растворить в небольшом количестве воды, долить до метки водой и тщательно перемешать.

2. Определение концентрации Na2S2O3:

В коническую колбу приливают мерным цилиндром 5-7 мл 20%-ного раствора KJи 1—15 мл 10%-ного раствора H2SO4. При помощи пипетки или бюретки добавляют 1- мл 0,1N раствора K2Cr2O7, накрывают колбу часовым стеклом и оставляют в темноте 5 мин для завершения реакции:

Cr2O72- + 6J- + 14H+ — 3J2 + 2Cr3+ + 7H2O

Образовавшийся J2 раствор бурого цвета титруют тиосульфатом (Na2S2O3) до соломенно-жёлтого цвета. Затем приливают 5 мл раствора крахмала и образовавшийся раствор синего цвета оттитровывают тиосульфатом до бледно-зелёного цвета:

J2 + 2S2O32- — 2J - + S4O62-

Опыт повторяют 4 раза и из трех близких рассчитывают средний результат и нормальность тиосульфата вычисляют по формуле:



3. Определение граммового содержания Cu2+:

В коническую колбу с исследуемым раствором меди приливают из мерного цилиндра 15 мл 20%-ного раствора KJ и 2 мл 10% K2SO4 колбу накрывают часовым стеклом и оставляют в темноте на 5 минут для завершения реакции:

Cu2+ + 4J- — 2CuJ↓ + J2

Образовавшую бурую муть титруют тиосульфатом до бледно-жёлтого цвета, приливают 5 мл раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски. Опыты повторяют 4 раза, из близких 3 значений вычисляют средний результат и рассчитывают граммовое содержание Cu2+по формуле:



г-экв Cu2+ = Г-атому = 63,54 г.

**Лабораторная работа №13**

**Методы комплексообразования**

На практике аналитической химии чаще используют комплексон-III. Это двунатриевая соль этилен диаминотетроуксусной кислоты, который образует со многими металлоионами внутрикомплексные соединения.

Регулируя pH среды и подбирая соответствующие индикаторы методом комплексонометрии можно определять очень многие металлы, общую жёсткость воды и т.д.

Индикаторы, применяемые в комплексонометрии называют металлохромными индикаторами. Они тоже образуют с ионами металлов комплексы, окрашенные в разные цвета.

Определение общей жёсткости воды.

Порядок выполнения работы.

1. Приготовление 250 мл ~ 0,1 N раствора комплексона - III

2. Определение точной концентрации комплексона - III

3. Определение общей жёсткости водопроводной воды.

1. Приготовление 250 мл 0,1N раствора комплексона-III теоретический расчет.

МК-III = 372 г.



Значит: 1000 мл — 186 г. — 1N

1000 мл — 18,6 г. — 0,N

250 мл — Х2 — 0,1N



Значит, чтобы приготовить 250 мл 0,1N раствора на аналитических весах отбираем 4,65 г комплексона III, переносим в колбу на 250 мл, растворяем в небольшом объеме воды, приливаем затем до метки воду и тщательно перемешиваем.

2. Определение точной концентрации комплексона III

В коническую колбу при помощи пипетки или бюретки отбираем 10 мл 0,1N раствора нитрата или хлорида цинка, добавляем 10-15 мл аммонийной буферной смеси, на кончике штапеля индикатор хромоген чёрный и образовавшийся раствор красного цвета титруем комплексном-III до синей окраски. Из четырёх определений берем средний результат трёх близких результатов и рассчитываем нормальность комплексона III по формуле:



3. Определение общей жёсткости воды.

В коническую колбу приливаем отмеренный мерным цилиндром 100 мл водопроводной воды, добавляем 10-15 мл аммонийной буферной смеси, на кончике штапеля индикатор хромоген чёрный и титруем красноватый раствор комплексоном III до синего цвета.

Определение повторяем четыре раза и результаты записываем в таблицу. Из трех близких результатов рассчитываем средний и рассчитываем общую жёсткость воды по формуле:



**ЛИТЕРАТУРА**

1. Миркамилова М.С. «Аналитик кимё», Тошкент, 2003 й.

2. Миркомилова М.С. «Аналитик кимё», Тошкент, 2000 й.

3. Васильев В.П. «Аналитическая химия» 1-2 том. М., Химия, 1089 г.

4. Алексеев В.Н. Курс качественного химического полмикроанализа. М., Химия, 1972 г.

5. Алексеев В.Н. «Количественный анализ». М., Химия, 1972 г.

6. Крешков А.Н. «Основы аналитической химии» 1-2 том. М., Химия, 1965 г.