Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Шебзухова Татьяна Александровна
Должность: Директор Пятигорского института (филиал) Северо-Кавказского федерального университета
Дата подписания: 22.05.2024 10:36:44
Уникальный программный ключ:
d74ce93cd40e39275c3ba2f58486412a1c8ef96f

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Пятигорский институт (филиал) СКФУ

Методические указания

по выполнению лабораторных работ
по дисциплине «Физическая, коллоидная и аналитическая химия» для студентов
направления подготовки 19.03.04 Технология продукции и организация
общественного питания
направленность (профиль) Технология и организация ресторанного дела

Пятигорск, 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение

Лабораторная работа №1. Изучение кинетики реакции инверсии сахарозы.

Лабораторная работа №2. Изучение кинетики реакции взаимодействия хлорида железа с иодидом калия.

Лабораторная работа №3. Получение эмульсий и изучение их физико-химических свойств.

Лабораторная работа №4. Получение пен и изучение их устойчивости.

Лабораторная работа №5 Реакции обнаружения катионов I-III аналитических групп.

Лабораторная работа №6. Реакции обнаружения катионов IV-VI аналитических групп.

Лабораторная работа №7. Реакции обнаружения анионов I аналитической группы.

Лабораторная работа №8. Реакции обнаружения анионов II и III аналитических групп.

Лабораторная работа №9. Анализ смеси веществ неизвестного состава.

ВВЕДЕНИЕ

Дисциплина «Физическая, коллоидная и аналитическая химия» осваивается студентами в течение 180 часов. Часть этого времени отводится на самостоятельную, или внеаудиторную, работу студентов, другая часть– это аудиторные формы работы (лекционные и лабораторные занятия), которые организуются непосредственно преподавателем.

Лабораторное занятие является важнейшей формой усвоения знаний. Очевидны три структурные его части: предваряющая (подготовка к занятию), непосредственно сама работа (выполнение практической части) и завершающая часть (работа студентов по устранению обнаружившихся пробелов в знаниях).

Лабораторное занятие является средством проверки знаний, отработки практических навыков по дисциплине. Выполняя лабораторную работу, слушатели должны показать умение выделить основные положения, изучить их действие на практике, а также делать практически значимые выводы из теоретических положений.

Ко всем лабораторным занятиям дан перечень наиболее важных вопросов, необходимых для усвоения, а также приведен список основной и дополнительной литературы, необходимой для изучения.

Для выполнения лабораторной работы необходимо вести конспект в отдельной тетради. Такой конспект может быть в форме плана с описание цели работы, основных материалов и оборудования, эксперимента и вывода.

Если слушатель не выполнил лабораторную работу или пропустил его по какой-то причине (в том числе и по болезни), он обязан во внеурочное время отработать ее отчитаться перед преподавателем, ведущим занятие в группе. При возникновении трудностей при изучении курса, необходимо посетить консультацию преподавателя, ведущего занятия, в соответствии с графиком консультаций, который имеется на кафедре технологии продуктов питания и товароведения.

Лабораторная работа № 1

Тема: Изучение кинетики реакции инверсии сахарозы

***Цель работы*:** Изучение кинетических характеристик реакции первого (псевдопервого) порядка.

Формируемые компетенции: ПК-4.

Теоретическая часть:

Сахароза и продукты её гидролиза являются оптически активными веществами, поэтому для контроля за ходом данной реакции возможно использование поляриметрического метода. По мере накопления продуктов гидролиза происходит изменение знака угла вращения плоскости поляризованного света с отрицательного на положительный. Это явление называется **инверсией.**

Реакция гидролиза сахарозы в присутствии ионов H^+:

$$C_{12}H_{22}O_{11} \text{ ----> } C_6H_{12}O_6 + C_6H_{12}O_6$$

сахароза глюкоза фруктоза

является бимолекулярной и её скорость может быть рассчитана по уравнению

$$v = k\, C_{\text{сахарозы}} C_{\text{воды}}$$

Однако при проведении гидролиза в разбавленном растворе, когда концентрация воды в ходе процесса меняется незначительно, величину $C_{\text{воды}}$ можно считать постоянной и тогда уравнение закона действующих масс можно записать следующим образом:

$V = k' C_{\text{сахарозы}}$

где $k' = k\, C_{\text{воды}}$.

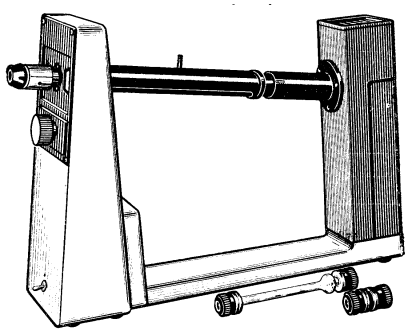
При этом течение гидролиза подчиняется кинетическому уравнению для реакции 1-го порядка:

$$k = \frac{1}{t} \ln \frac{C_0}{C}$$

где C_0 – начальная концентрация сахарозы; С –концентрация сахарозы, наблюдаемая ко времени t, прошедшему от начала реакции. Поэтому данную реакцию относят к псевдомономолекулярным (или реакциям псевдопервого порядка).

Устройство и принцип действия поляриметра:

Монохроматический свет от источника (натриевой лампы), расположенного в отделении (1) проходит через поляризатор (2), становясь при этом поляризованным. Далее луч поляризованного света попадает в кюветное отделение (3), где располагается кювета (4) с исследуемым раствором. Если в кювете имеется оптически активное вещество, плоскость поляризации света поворачивается вправо или влево в зависимости от природы вещества. Вследствие поворота плоскости поляризации луч света может пройти через анализатор (5) и попасть в окуляр (6) только в том случае, если анализатор повернут на тот же угол и в том же направлении. Поворот анализатора осуществляется регулятором (7).



Отсчет показаний производится с помощью шкал, расположенных по обе стороны от окуляра в окошках (8). Включение и выключение прибора осуществляется тумблером (9).

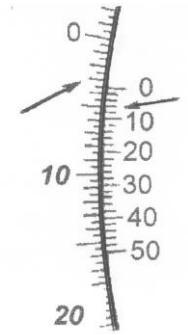
Измерения с помощью поляриметра проводятся следующим образом:

1. После включения прибор прогревается около 10 мин до появления яркого желтого света в вентиляционных отверстиях отделения (1).
2. Кювета (4) заполняется без пузырьков воздуха исследуемым раствором и помещается в кюветное отделение (3), крышка кюветного отделения закрывается.
3. Вращением регулятора (10) устанавливается резкость изображения в окуляре (6). При этом на черном фоне должен быть виден желтый кружок, разделенный вертикальной линией; одна из половин кружка может быть более темной, чем другая.
4. Поворотом регулятора (7) достигается такое положение, при котором обе половины освещенного кружка приобретают одинаковую яркость и вертикальная граница полукружий исчезает.

ВНИМАНИЕ! Если при вращении регулятора (7) вокруг светового кружка вместо черного фона появляется желтое свечение, значит анализатор выведен из чувствительной области. В этом случае следует ориентируясь по шкале (8) совместить нули подвижной шкалы и неподвижного нониуса и начать измерение снова.

5. Угол поворота (“вращения”) плоскости поляризации светового луча определяется с помощью шкал (8). При прецизионных измерениях угол отсчитывается дважды (по левой и по правой шкале) с вычислением среднего арифметического; при учебных измерениях можно ограничиться одним отсчетом по левой шкале.

Принцип отсчета показаний приведен на рисунке ниже. Деления подвижной шкалы нанесены через каждые 0,5 градуса. Неподвижный нониус позволяет определить угол с точностью 0,02°. Сначала определяется число градусов, отделяющих нуль нониуса от нуля подвижной шкалы. Затем среди делений нониуса находится такое, которое сливается в одну линию с каким-либо делением подвижной шкалы. Это деление нониуса дает десятые и сотые доли градуса. Оба показания складывают. Так, изображение на рисунке соответствует углу $3,5 + 0,06 = 3,56^{O}$.



Оборудование и материалы:

Поляриметр с кюветой, водяная баня, склянка с притертой пробкой, термометр, цилиндры на 10 мл, раствор сахарозы 20%, растворы соляной кислоты 1н., 2н., 3н., 4н.

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной

кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

<u>Практическая часть:</u>

1. Проверить оснащение рабочего места. Измерить и записать температуру опыта.

2. Включить водяную баню или термостат и довести температуру до 60^{o}C. Включить поляриметр и дать ему прогреться не менее 10 мин.

3. Наполнить кювету дистиллированной водой (проверив отсутствие пузырьков воздуха), установить ее в поляриметр и убедиться, что угол вращения у оптически неактивной воды равен 0^0. Удалить из кюветы воду.

4. Отмерить раствор сахарозы и раствор HCl (концентрации и объёмы растворов указываются преподавателем). Слить оба раствора в склянку с притертой пробкой. В момент смешивания начать отсчет времени.

5. Полученной реакционной смесью заполнить кювету поляриметра и измерить углы вращения плоскости поляризации (α_t) через 5, 10, 15, 20, 30, 40 минут от начала реакции. <u>Примечание.</u> Сахароза и продукт её гидролиза – глюкоза вращают плоскость поляризации вправо, а фруктоза – влево, поэтому в ходе реакции угол поворота анализатора уменьшается от (примерно) -7^0 до 0^o, а к концу реакции вращение становится положительным из-за большего удельного вращения фруктозы по сравнению с глюкозой.

6. Оставшуюся в склянке смесь поместить в водяную баню или термостат при 60^{o}C на 30 мин. При этом реакция проходит практически до конца.

Смесь охладить, заполнить ею кювету и определить угол вращения, соответствующий наступлению равновесия (α_∞).

Концентрация раствора HCl:
Температура опыта T = ^{o}C

№	Время от начала опыта t, мин	1/t	Угол вращения α, °	$\alpha_t-\alpha_\infty$	$\ln(\alpha_t-\alpha_\infty)$	$\ln\frac{\alpha_0-\alpha_\infty}{\alpha_t-\alpha_\infty}$	k, $мин^{-1}$
1	0	–	–	–		–	–
2	5						
3	10						
…	…						
6	∞	–		–	–	–	–
							$k_{средн}$=

7. Результаты показать преподавателю и занести в таблицу.

8. Привести в порядок рабочее место и сдать дежурному.

9. Построить график зависимости $\ln(\alpha_t-\alpha_\infty)$от времени и продлить его до пересечения с осью ординат, как показано на рисунке.

10.Измерить отрезок ОА, равный $\ln(\alpha_0-\alpha_\infty)$, и записать его значение в таблицу

11. Вычислить величины

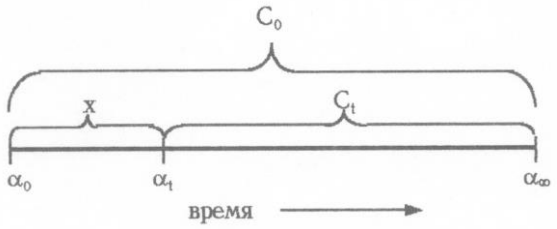
$$\ln\frac{(\alpha_0-\alpha_\infty)}{} = \ln(\alpha_0-\alpha_\infty) - \ln(\alpha_t-\alpha_\infty)$$

и 1/t для каждого момента времени; результаты занести в таблицу.

12. Рассчитать для каждого интервала времени константу скорости инверсии сахарозы:

$$k = \frac{1}{t}\ln\frac{(\alpha_0-\alpha_\infty)}{(\alpha_t-\alpha_\infty)} = \frac{1}{t}[\ln(\alpha_0-\alpha_\infty) - \ln(\alpha_t-\alpha_\infty)].$$

Данное уравнение получается из кинетического уравнения для реакции 1-го порядка $k = (1/t) \bullet \ln(C_0/C_t)$ при подстановке вместо C_o и C_t пропорциональных им величин $\alpha_0-\alpha_\infty$ и $\alpha_t-\alpha_\infty$. Это можно проиллюстрировать схемой:



где отрезок $\alpha_o-\alpha_\infty$ пропорционален C_o, отрезок $\alpha_o-\alpha_t$ — количеству сахарозы x, прореагировавшему за время t, а отрезок $\alpha_t-\alpha_\infty$ пропорционален оставшемуся непрореагировавшим количеству сахарозы C_t, или, что то же самое, C_o—x. Поскольку величину

α_0 невозможно определить экспериментально, её находят графически, причем сразу в виде ln ($\alpha_0 - \alpha_\infty$).

13. После того, как будут найдены константы скорости инверсии для каждого момента времени, вычислить среднее значение $k_{средн}$.

14. Рассчитать энергию активации по уравнению Аррениуса:

$$E^* = \frac{R\,T_1\,T_2}{T_2 - T_1} \ln \frac{k_2}{k_1},$$

используя указанные преподавателем значения k_2 и T_2 из таблицы и принимая температуру опыта за T_1, а среднее (теоретическое) значение константы скорости – за k_1.

Константы скорости инверсии сахарозы в присутствии соляной кислоты

Концентрация HCl	$k \times 10^3$, мин$^{-1}$			
	20°C	25°C	30°C	35°C
0,1 í.	0,288	0,738	1,19	1,54
1 н.	3,35	8,49	13,69	17,71
2 н.	4,23	10,77	17,37	22,48
	$k \times 10^2$, мин$^{-1}$			
3 н.	1,80	4,6	6,21	8,07
4 н.	2,52	6,45	10,41	13,46

15. Рассчитать время полупревращения ($t_{1/2}$) и время инверсии сахарозы по уравнениям:

$$t_{1/2} = \frac{\ln 2}{k} = \frac{0{,}6932}{k};$$

$$t_{10\%} = \frac{\ln 1{,}1111}{k} = \frac{0{,}1054}{k}.$$

16. Сформулировать выводы.

Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1. Дайте определение скорости реакции, порядка реакции. Поясните физический смысл константы скорости реакции.

2. Какие физические явления используются в устройстве поляриметра?

3. Запишите уравнение реакции. Поясните, как особенности химического строения исходных веществ и продуктов реакции влияют на оптические свойства рассматриваемой системы?

4. Запишите кинетическое уравнение для реакции гидролиза сахарозы. Объясните, почему эта реакция протекает по первому порядку.

5. Выведите формулы для расчета константы скорости реакции первого порядка и периода полупревращения. Укажите физический смысл и размерность константы скорости такой реакции.

6. Почему константы скорости инверсии сахарозы, вычисленные на основании первых двух-трех измерений, большей частью не принимают во внимание?

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 2

Тема: Изучение кинетики реакции взаимодействия хлорида железа с иодидом калия

Цель работы: изучение кинетических характеристик реакции 2 порядка (случай одинаковых начальных концентраций реагентов).

Формируемые компетенции: ПК-4

Теоретическая часть:

В ходе реакции железа (III) хлорида и калия иодида выделяется окрашенное вещество - иод, динамику накопления которого можно описать количественно, используя прибор для определения оптической плотности – фотоэлектроколориметр (ФЭК).

Реакция

$$2FeCl_3 + 2KI = 2FeCl_2 + 2KCl + I_2$$

является бимолекулярной и её скорость зависит от концентрации обоих реагентов:

$$v = k\, C_{FeCl3}\, C_{KI}$$

Поскольку концентрации обоих реагентов в данном случае берутся равными друг другу ($C_{FeCl3} = C_{KI} = C$), то можно записать $v = k\, C^2$. Кинетическое уравнение в этом случае выглядит так:

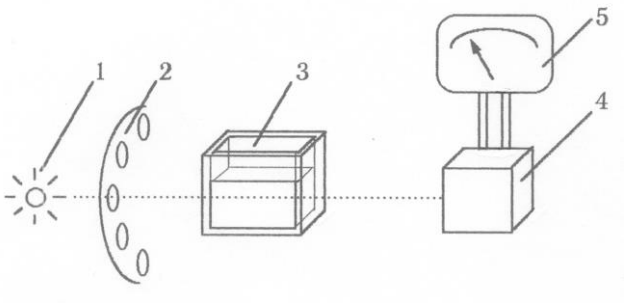
$$k = \frac{1}{t} \bullet \frac{C_t}{C_{max}\,(C_{max} - C_t)}$$

где C_{max} – концентрация реагентов в момент окончания реакции;

C_t – концентрация продукта в данный момент времени.

Устройство и принцип действия фотоколориметра

Принципиальная схема прибора изображена на рисунке.



Луч света от источника (1) проходит через светофильтр (2) и попадает в кювету с исследуемым раствором (3). В растворе часть светового потока поглощается. Ослабленный луч попадает на фотоэлемент (4), преобразующий световой сигнал в электрический, который передается на показывающий прибор (5).

Измерения с помощью фотоколориметра сводятся к следующему:

1. Прибор включается в сеть и прогревается в течение ≈20 мин. Во время прогрева крышка кюветного отделения должна быть открытой.
2. Специальным переключателем подбирается светофильтр, обеспечивающий максимальное поглощение света в исследуемом растворе. Как правило, цвет светофильтра должен быть дополнительным к цвету исследуемого раствора.
3. Перед началом работы прибор балансируется. Для этого в кюветодержатель помещается кювета с эталонным раствором и стрелка показывающего прибора устанавливается на нуль регуляторами «Установка нуля», «Грубо» и «Точно».
4. Кювета с исследуемым раствором помещается во второй кюветодержатель, вводится в световой луч и с помощью показывающего прибора определяется его оптическая плотность.

Оборудование и материалы:

Фотоколориметр, мерная посуда, стаканы на 100 мл, салфетка , растворы KI и $FeCl_3$ 2×10^{-3} моль/л, секундомер

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

<u>Практическая часть:</u>

1. Проверить оснащение рабочего места. Измерить и записать температуру, при которой проводится опыт.

2. Подготовить фотоколориметр к работе в соответствии с инструкцией. Включить прибор и дать ему прогреться не менее 20 мин. Установить светофильтр с длиной волны света 490 нм.

3. Приготовить раствор сравнения для балансировки прибора. Для этого смешать равные объёмы (если не указано особо, то по 2 мл) исходного раствора $FeCl_3$ и дистиллированной воды.

4. Залить раствор сравнения в кювету и установить её в дальний кюветодержатель перпендикулярно направлению луча. Закрыть крышку кюветного отделения и регуляторами «Установка нуля», «Грубо» и «Точно» установить стрелку показывающего прибора на нуль шкалы оптической плотности D.

5. Отмерить равные объемы (если не указано особо, то по 2 мл) растворов хлорида железа (III) и иодида калия. Слить эти растворы и тщательно перемешать. В момент сливания начать отсчет времени.

6. Полученной смесью заполнить кювету и установить её во второй кюветодержатель прибора. С помощью соответствующего рычажка ввести его в луч света. Измерить величину оптической плотности D точно на 2-й минуте от начала реакции.

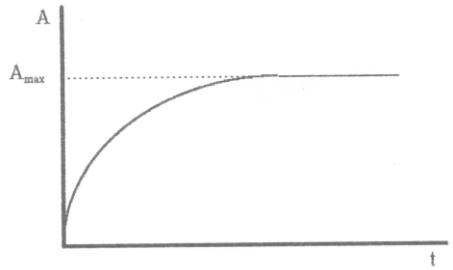
Примечание. *Для коррекции показаний прибора необходимо время от времени (с интервалом ≈ 6 мин) вводить в луч света кювету с эталонным раствором и проверять, стоит ли при этом стрелка прибора на нулевом делении шкалы.*

7. Измерять оптическую плотность раствора через каждые 2 минуты до полного прекращения реакции. Сигналом её окончания служит получение трех одинаковых значений D подряд. Все данные занести в таблицу.

Температура T = °C		Объёмы растворов реагентов, $V_1 = V_2 =$ мл Концентрация реагентов $C_1 = C_2 = \times 10^3$ моль/л		
Время от начала реакции t, мин.	Оптическая плотность D	Концентрация иода C_t, моль/л	Константа скорости, л/моль•мин	
			k_t	$k_{средн}$
2				
4				
6				
...				
∞				

Сверить полученные данные у преподавателя.

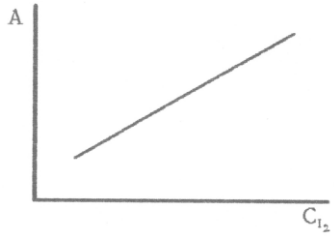
8.Выключить прибор. Привести в порядок рабочее место. По экспериментальным данным построить график зависимости D = f(t) (см. рисунок ниже) и определить по нему $D_{макс}$.



9. По данным, приведенным в таблице, построить калибровочный график

Концентрация иода, $C\times10^3$, моль/л	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
Оптическая плотность, D	0,12	0,20	0,28	0,37	0,44	0,52	0,59	0,66	0,74	0,81

зависимости D = f (C) (см. рис. ниже). С его помощью методом интерполяции определить концентрации иода в момент окончания реакции ($C_{макс}$) и в моменты времени, указанные преподавателем. Занести их значения в соответствующие строки таблицы экспериментальных данных.



10. Пользуясь уравнением

$$k = \frac{1}{t} \bullet \frac{C_t}{C_{max}(C_{max} - C_t)},$$

рассчитать константу скорости реакции в каждый момент времени и вычислить среднее арифметическое. Занести результат в таблицу.

11. Рассчитать время полупревращения для изучаемой реакции по уравнению

12. Рассчитать энергию активации реакции, принимая, что при температуре T_2 = 320 К константа скорости $k_2 = 2{,}8 \times 10^2$:

$$t_{1/2} = \frac{1}{k_{ср}\, C_{max}}$$

$$E_{акт} = \frac{R\, T_2\, T_1}{T_2 - T_1} \ln \frac{k_2}{k},$$

где Т1 – температура опыта.

13. Сформулировать выводы.

<u>Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:</u>

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1.Сформулируйте закон действующих масс. Каков физический смысл константы скорости реакции ?

2. Почему скорость химической реакции максимальна при стехиометрическом соотношении компонентов ?

3. Приведите примеры простых и сложных реакций. Что понимают под механизмом сложной реакции?

4. В чем заключается метод стационарных концентраций? Какая стадия реакции называется лимитирующей?

5. Почему на константу скорости реакции оказывает влияние ионная сила раствора (J)? Как рассчитывается значение J?

6. Какой физический смысл имеют параметры линейной регрессии a и b уравнения

$$\ln k = a + b\sqrt{J}$$

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 3

Тема: Получение эмульсий и изучение их физико-химических свойств

Цель работы: Получение эмульсии первого рода и наблюдение за явлением обращения фаз; определение устойчивости эмульсий методом диаграмм стабильности; определение пороговой концентрации эмульгатора.

Формируемые компетенции: ПК-4.

Теоретическая часть:

Конденсационный метод. Пар одной жидкости (дисперсная фаза) инжектируется под поверхностью другой, образующей дисперсионную среду. В таких условиях пар становится пересыщенным и конденсируется в виде капель с размерами порядка 1 мкм.

Конденсационный метод широко применяют для получения аэрозолей. Если в слегка пересыщенный пар ввести очень маленькие (до 10^{-6} см) частицы и позволить им расти в течение некоторого времени, как было установлено, все капли будут иметь практически одинаковые размеры. Если такие аэрозоли станут оседать в жидкую среду, то тем самым образуется монодисперсная эмульсия.

Минимальную концентрацию ПАВ, при которой существует устойчивая эмульсия, принимают за пороговую концентрацию.

Методика проведения работы.

Из исходного раствора ПАВ приготовить последовательным разбавлением в два раза 10 растворов.

Ручным встряхиванием приготовить эмульсии с содержанием неполярной фазы 30% в градуированных пробирках на 20 мл.

На гомогенизаторе приготовить эмульсии общим объемом 50 мл, непосредственно после перемешивания отбирая 20 мл эмульсии в градуированные пробирки.

Через час после приготовления эмульсий проверяют наличие отделившейся неполярной фазы и определяют пороговую концентрацию стабилизатора.

Сравнивают значения пороговой концентрации стабилизатора для различных способов диспергирования и объясняют полученный результат.

Теоретическая часть.

Эмульсией называется дисперсная система, состоящая из двух (или нескольких) жидких фаз. Условие образования таких систем – полная или частичная нерастворимость вещества дисперсной фазы в среде. Поэтому вещества, образующие различные фазы, должны сильно различаться по своей полярности. Практический интерес и наибольшее распространение получили эмульсии, в которых одна из фаз – вода. В этих случаях вторую фазу представляет неполярная или малополярная жидкость, называемая в общем случае маслом (бензол, хлороформ, керосин, растительные и минеральные масла и т.д.). Эти фазы обуславливают два основных типа эмульсий – дисперсии масла в воде (М/В) и воды в масле (В/М), прямые и обратные эмульсии соответственно. В зависимости от концентрации дисперсной фазы (C_α) эмульсии подразделяют на три класса: разбавленные (C_α<0,1%); концентрированные (0,1%<C_α<74%) и высококонцентрированные, по структуре близкие к пенам (C_α > 74%). Граница между двумя последними классами определяется тем, что частицы дисперсной фазы могут сохранить сферическую форму вплоть до объемной доли, соответствующей плотнейшей упаковке шаров.

Эмульсии в основном относятся к грубодисперсным системам с размером капель от 1 до 100 мкм. Как и все дисперсные системы, эмульсии занимают промежуточное положение между молекулярными системами и сосуществующими макрофазами. Поэтому и к получению их ведут два пути: либо дробление крупных капель до требуемой дисперсности, либо объединение молекул в агрегаты указанных размеров.

Конденсационный метод. Пар одной жидкости (дисперсная фаза) инжектируется под поверхностью другой, образующей дисперсионную среду. В таких условиях пар становится пересыщенным и конденсируется в виде капель с размерами порядка 1 мкм.

Конденсационный метод широко применяют для получения аэрозолей. Если в слегка пересыщенный пар ввести очень маленькие (до 10^{-6} см) частицы и позволить им расти в течение некоторого времени, как было установлено, все капли будут иметь практически одинаковые

размеры. Если такие аэрозоли станут оседать в жидкую среду, то тем самым образуется монодисперсная эмульсия.

Минимальную концентрацию ПАВ, при которой существует устойчивая эмульсия, принимают за пороговую концентрацию.

Эмульсии – гетерогенные системы, состоящие из двух взаимно нерастворимых жидких фаз. одна из которых диспергирована в виде капель размером 0.1-100 мкм в другой непрерывной фазе, являющейся дисперсионной средой. Различают эмульсии неполярной жидкости в полярной – прямые эмульсии типа масло/вода (М/В), и эмульсии полярной жидкости в неполярной – обратные эмульсии типа вода/масло (В/М).

Концентрированные эмульсии нельзя получить без введения в систему небольших добавок специальных веществ, называемых мульгаторами. Механизм стабилизирующего действия эмульгаторов определяется их химической природой и различается для эмульсий различных типов.

Стабилизаторами эмульсий могут быть:

1. Низкомолекулярные ПАВ. Стабилизирующее действие ПАВ прежде всего связано с их адсорбцией и специфической ориентацией дифильных молекул. Для стабилизации прямых эмульсий необходимо, чтобы ПАВ хорошо растворялось в воде (мыла щелочных металлов, алкилсульфаты, алкилсульфонаты), для получения обратных – в масле (мыла щелочноземельных металлов) – правило Банкрофта. В зависимости от типа ПАВ (катионные, анионные, амфолитные, неионогенные) частицы эмульсий бывают незаряженными или несут положительны или отрицательный заряды.

2. Высокомолекулярные ПАВ. К этому классу стабилизаторов относятся относятся синтетические и природные высокомолекулярные соединения – полимыла (полимеры винилового ряда), белки (желатин, сывороточный альбумин, казеин), сапонины. На границе раздела водный раствор/масло в результате адсорбции ВМС возникает гелеобразный межфазный слой, обладающий высокой структурной вязкостью.

Твердые эмульгаторы должны отвечать следующим требованиям:

1) Размер частиц порошка должен быть очень малым по сравнению с размером капли. 2) Частицы должны обладать способностью избирательно смачиваться одной из жидкостей и вследствие этого концентрироваться на границе раздела фаз. Гидрофильные частицы (глины, гипс, кремнезем, кальциты) стабилизируют прямые эмульсии, гидрофобные (сажа, полимерные порошки) – обратные. 3) Концентрация частиц на границе раздела фаз должна быть достаточной для образования фазовой пленки из плотно упакованных частиц.

Эмульсию одного типа можно превратить в эмульсию другого типа. Это явление называется обращением фаз эмульсии. Для того, чтобы вызвать такое обращение, надо изменить

природу эмульгатора. Например, эмульсию бензола в воде, стабилизированную растворимым в воде олеатом натрия, легко превратить в эмульсию воды в бензоле. Для этого надо добавить раствор какой-нибудь соли с двух- или трехзарядным катионом, например $CaCl_2$. Хлорид кальция реагирует с олеатом натрия, и образуется нерастворимый в воде олеат кальция, который растворяется в бензолеи стабилизирует эмульсию воды в бензоле.

Оборудование и материалы:

Реактивы, необходимые для данной работы, выставляют на полки лабораторных столов. Редкие реактивы, концентрированные кислоты и щёлочи, пахучие вещества (например, сероводород, бромная вода и др.) хранят в вытяжном шкафу.

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. Щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной

кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

Практическая часть:

Получение эмульсий

В две плоскодонные колбы наливают по 10 мл гексана, для наглядности окрашенного красителем судан-3 (судан хорошо растворяется в неполярных жидкостях и нерастворим в воде). В одну из колб добавляют 10 мл воды, в другую по каплям – 10 мл 2%-ного раствора олеата Na при непрерывном взбалтывании. Колбы плотно закрывают пробками и снова энергично встряхивают для получения эмульсии. Сопоставляют устойчивость эмульсий в 1-й и 2-й колбах.

Обращение фаз эмульсий

Половину эмульсии, стабилизированной олеатом натрия, переносят в чистую колбу и добавляют при встряхивании по каплям 0,5 мл 30%-ного раствора $MgSO_4$ до образования устойчивой эмульсии. Определяют тип эмульсий, стабилизированных олеатом натрия и магния (колбы 2 и 3).

Определение типа эмульсии

а) Каплю эмульсии помещают на предметное стекло (при этом следует избегать пены) и под микроскопом определяют какая часть эмульсии окрашена – дисперсионная среда или фаза.

б) Глазной пипеткой переносят по 1 капле эмульсии на предварительно обезжиренную поверхность предметного стекла и на пластинку, покрытую ровным слоем парафина. На стекле капля растекается в том случае, если эмульсия 1-го рода. На поверхности парафина капля этой эмульсии сохраняет сферическую форму.

в) Метод разбавления фаз основан на том, что эмульсия легко разбавляется жидкостью, служащей ее дисперсионной средой. В 2 бюкса помещают по 2-3 мл эмульсии, стабилизированной олеатом Na. В один бюкс добавляют 2-3 мл воды, а в другой – 2-3 мл гексана. Наблюдают, в каком из бюксов происходит смешение эмульсии и добавляемой жидкости. Аналогичный опыт проводят с эмульсией, стабилизированной олеатом Mg.

г) Для выяснения типа эмульсий чаще всего применяют кондуктометрический метод. Если электрическая проводимость достаточно высока (близка к электропроводности чистой воды), это означает, что данная эмульсия первого рода. Электропроводность эмульсий 2-го рода обычно не менее чем в $10^3 – 10^4$ раз ниже.

Разрушение эмульсии

В оставшуюся в колбе эмульсию добавляют по каплям при встряхивании 1 н раствор HCl. Что происходит? В отчете необходимо объяснить причину обращения фаз и разрушения эмульсии, а

также нарисовать схемы строения полученных в обоих случаях эмульсий с указанием ориентировки молекул эмульгатора на границе между дисперсной фазой и дисперсионной средой.

Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1. Понятие эмульсий, их классификация.
2. Методы установления типа эмульсий.
3. Стабилизация эмульсий. Свойства эмульгаторов.
4. Обращение фаз эмульсий, их разрушение.

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 4

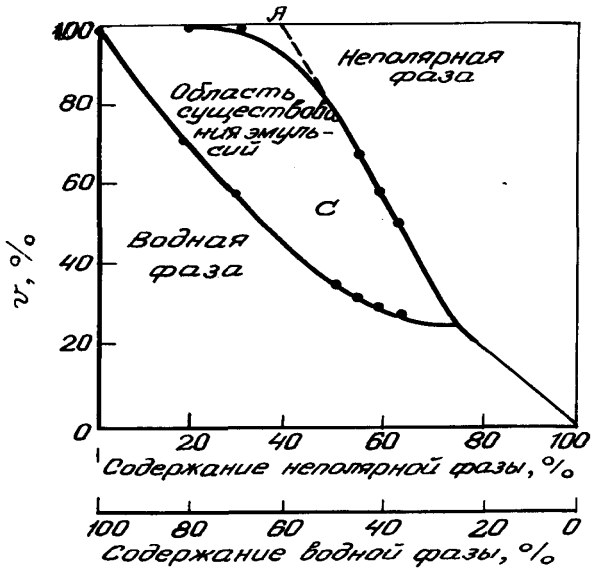
Тема: Получение пен и изучение их устойчивости

Цель работы: Получение пены и изучение влияния pH, вязкости дисперсионной среды, добавок высокомолекулярного соединения на ее устойчивость..

Формируемые компетенции: ПК-4.

Теоретическая часть:

Пена – дисперсия газа (чаще всего воздуха) в жидкой или твердой дисперсионной среде, представляет собой типичную лиофобную систему. Различают разбавленные дисперсии газа в жидкости, которые за сходство с разбавленными эмульсиями обычно называют газовыми эмульсиями, и собственно пены с содержанием газовой фазы более 70 объемных процентов.



Определение пороговой концентрации эмульгатора.

Сущность метода. Метод позволяет определить пороговую концентрацию эмульгатора при определенном способе получения эмульсии.

Эмульсии типа масло в воде приготовляют двумя способами: ручным встряхиванием и на лабораторном гомогенизаторе. При этом получают эмульсии с существенно разными распределениями по размерам и величинами дисперсности.

Эмульгирование проводят при постоянном соотношении полярной и неполярной фаз, варьируя концентрацию эмульгатора.

Эмульсию считают устойчивой, если за промежуток времени в один час не наблюдают отделения неполярной фазы.

Наиболее распространенными методами получения эмульсий являются диспергационные методы, в которых эмульгирование осуществляется с помощью пропеллерных мешалок, коллоидных мельниц, ультразвука, гомогенизаторов и др.

Эмульсии – термодинамически нестабильные системы, обладающие значительной свободной энергией. Исключение составляют самоэмульгирующиеся системы с низким межфазным натяжением. Поэтому вопросы изучения устойчивости являются основными при исследовании эмульсий.

Обычно выделяют три вида устойчивости: седиментационная (кинетическая); коагуляционная (агрегативная); по отношению к коалесценции.

Седиментационная устойчивость. Седиментация – оседание или всплывание капель дисперсной фазы. Этот процесс приводит к образованию слоя концентрированной эмульсии («Сливок») и происходит преимущественно в разбавленных эмульсиях.

Коагуляция (флокуляция) – образование агрегатов частиц дисперсной фазы в объеме дисперсионной среды. Коагуляция эмульсий экспериментально исследована слабо, так как до последнего времени отсутствовали надежные методы изучения этого процесса. Необходимо

отличать коагуляцию эмульсий, стабилизированных низкомолекулярными ПАВ, от слипания эмульсионных оболочек высокомолекулярных ПАВ из-за переплетения их цепей.

Значительная часть современных фундаментальных работ по теории стабильности эмульсий посвящена вопросу, в какой степени классическая теория устойчивости коллоидов ДЛФО объясняет свойства эмульсий. Нужно подходить с осторожностью в применении этой теории к микроскопическим каплям масла, стабилизированным адсорбированными эмульгирующими агентами. Она может довольно хорошо описывать стабилизацию эмульсий ионными низкомолекулярными ПАВ. Однако ее нельзя использовать для определения скорости коалесценции, так как этот процесс зависит от разрушения адсорбционной пленки. Она не применима к эмульсиям, стабилизированным твердыми частицами или гидрофильными коллоидами. В случае обратных эмульсий в непрерывной фазе отсутствует двойной электрический слой. При стабилизации эмульсий следует учитывать не только силы отталкивания-притяжения между каплями, но и адсорбцию ПАВ. Иначе трудно объяснить, почему только определенные ПАВ являются стабилизаторами эмульсий.

Коалесценция – слияние мелких капель в крупные с конечным выделением вещества дисперсной фазы в гомогенный слой. Лишь процесс коалесценции приводит к необратимому разрушению эмульсий. Возможно также разрушение эмульсии при растворении малых капель и конденсации вещества на более крупных каплях (изотермическая перегонка) в результате зависимости давления насыщенного пара над каплей от ее кривизны $RT\ln P^0/P^r=2\sigma V_i r$ – уравнение Томсона-Кельвина. Однако этот процесс может вносить заметный вклад в разрушение лишь крайне высокодисперсных эмульсий ($r<10^{-5}$см), имеющих при этом достаточно широкое распределение по размерам, и, видимо, не является лимитирующим.

Как и всякий кинетический процесс, коалесценция определятся движущей силой и сопротивлением. Разрушаются эмульсии благодаря тому, что разделяющая фазы пленка стремится приобрести меньшую свободную энергию за счет сокращения поверхности. Следовательно, поверхностное натяжение и межмолекулярные силы создают тенденцию к коалесценции. Препятствуют коалесценции силы, удерживающие молекулы ПАВ на поверхности раздела показывают строение слоя эмульгатора на поверхности капель, пользуясь общепринятыми символами молекулы поверхностно-активного вещества:

Олеат натрия

Олеат кальция

Определение устойчивости эмульсий методом диаграмм стабильности.

Сущность метода. Метод диаграмм стабильности характеризует устойчивость эмульсий по отношению к коалесценции и флотации. Приготавливают серию эмульсий с различным

соотношением масло/вода, но постоянным суммарным объемом. Эмульсии помещают в градуированные пробирки и выдерживают в них до полного разделения фаз. Затем измеряют объемы водной и неполярной фаз. Таким образом, получают две точки на одном вертикальном сечении диаграммы. Линии, соединяющие экспериментальные точки, определяют области существования свободных фаз и эмульсии. Диаграммы (рис.2.4) позволяют определить следующие качественные характеристики эмульсии: начальное содержание неполярной фазы, при котором резко снижается устойчивость эмульсии (точка А на диаграмме), и отношение площади, соответствующей существованию эмульсии, к полной площади диаграммы С.

Оборудование и материалы:

Пробирки, пипетки, микроскоп, предметные и покровные стекла, толуол, подкрашенный суданом III, растворы олеата натрия и хлорида кальция, колба емкостью 100 мл, раствор ПАВ. Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

<u>Практическая часть:</u>

Методика проведения работы.

Приготовить 100 мл раствора ПАВ указанной преподавателем концентрации. Приготовить эмульсии, содержащие 20, 30, 40, 50, 55, 60, 65, 70, 75 и 80% декана (или другой неполярной жидкости) с суммарным объемом 10 мл. Перелить эмульсии в градуированные пробирки и выдержать до конца занятия.

Провести замеры отделившихся фаз. На следующем занятии провести повторные замеры. Построить диаграмму стабильности и определить значения А и С насыщенного адсорбционного слоя. Отсюда C_e можно определить из уравнения Ленгмюра при условии $\Gamma/\Gamma_\infty \to I$, т.е. $C_e = C$. Однако при этих расчетах необходимо задаваться соотношением Γ/Γ_∞ близким, а не равным I, так как при $\Gamma/\Gamma_\infty = I$ $C_e = \infty$. Отношение Γ/Γ_∞, при котором ПАВ стабилизирует эмульсии, различается для разных классов ПАВ, и, как правило, превышает 0,9.

<u>Получение эмульсии масло/вода и наблюдение за явлением обращения фаз.</u>

В пробирку наливают 0,5 мл толуола, подкрашенного маслорастворимым красителем суданом III и добавляют 0,5 мл воды. Пробирку сильно встряхивают. Убеждаются в том, что образовавшаяся эмульсия неустойчива.

Далее в ту же пробирку добавляют 0,5 мл 3%-ного раствора олеата натрия и вновь сильно встряхивают. Каплю эмульсии помещают на предметное стекло и рассматривают в микроскопе при небольшом увеличении. Добавляют в пробирку 0,5 мл 2%-ного раствора хлорида кальция и 0,5 мл толуола и пробирку сильно встряхивают. Рассматривают в микроскопе каплю эмульсии и убеждаются, что произошло обращение фаз. Микроскопическую картину эмульсии м/в и в/м зарисовывают в тетрадь, затушевывая области, соответствующие углеводородной фазе. Схематически

(работа адсорбции), так как при опалесценции происходит десорбция ПАВ. Таким образом, работа адсорбции служит энергетическим барьером.

При приближении двух капель друг к другу защитный слой ПАВ должен предотвратить опалесценцию, сохраняя расстояние между каплями больше, чем радиус действия

дисперсионных сил в жидкости (10Å). Следовательно, часть молекулы ПАВ, находящаяся в непрерывной фазе, должна быть более 10Å; молекулы ПАВ должны прочно удерживаться на границе раздела фаз, т.е. не десорбироваться ни в одну из граничащих фаз; концентрация ПАВ на поверхности должна быть такой, чтобы не образовывались участки поверхности без защитного слоя, т.е. адсорбция практически равна предельной монослойной.

Второе условие предотвращения опалесценции соблюдается при величинах работы адсорбции ПАВ, определяемых по каждой из граничащих фаз, больших Wmin= 17 КДж/моль.

На устойчивость к опалесценции большое влияние оказывает вязкость непрерывной фазы. В высоковязкой среде каплям трудно приблизиться друг к другу, они как бы «замурованы» в непрерывной фазе и вероятность их столкновения низка. При таких условиях возможно существование устойчивых эмульсий и без стабилизаторов.

При адсорбции высокомолекулярных ПАВ на границе жидкость/жидкость образуются слои, обладающие значительной толщиной и, как правило, гелеобразной структурой (структурно-механический барьер), адсорбция подобных ПАВ необратима. Кроме того, коалесценции капель препятствует и энтропийный фактор. При перекрывании адсорбционных слоев полимерных ПАВ сокращается число доступных конформаций макромолекул, что термодинамически невыгодно.

Для полиэлектролитов определенный вклад в устойчивость эмульсий вносит и электростатический фактор. Большинство растворов полимерных ПАВ также обладают повышенной вязкостью. Поэтому эмульсии, стабилизированные природными (белки, полисахариды) и синтетическими (поливиниловый спирт, твины) полимерными ПАВ, обладают крайне высокой стабильностью к опалесценции.

Устойчивость эмульсий к опалесценции в основном определяется структурно-механическими характеристиками адсорбционных слоев ПАВ.

Тип эмульсии, образующейся при механическом диспергировании, в значительной мере зависит от соотношения объемов фаз. Жидкость, содержащаяся в большом объеме, обычно становится дисперсионной средой. При равном объемном содержании двух жидкостей при диспергировании возникают эмульсии обоих типов, но "выживает" из них та, которая имеет более высокую агрегативную устойчивость и определяется природой эмульгатора. Способность эмульгатора обеспечивать устойчивость эмульсии того или иного типа определяется энергетикой взаимодействия его с полярной и неполярной средами, которая может быть охарактеризована при помощи полуэмпирической характеристики - числа гидрофильно-липофильного баланса (ГЛБ) поверхностно-активных веществ. ПАВ, имеющие низкие значения ГЛБ (2-6), лучше растворимы в органических средах и стабилизируют эмульсии в/м, тогда как при ГЛБ = 12-18 ПАВ лучше растворяются в воде и стабилизируют эмульсии м/в.

Щелочные соли жирных кислот средней молекулярной массы всегда дают эмульсии типа м/в, а соли двухвалентных металлов, например магния, - эмульсии в/м. При постепенном увеличении концентрации двухвалентных ионов в эмульсии м/в, стабилизированной мылом с катионом однозарядного металла, происходит обращение эмульсии и ее переход в эмульсию типа в/м.

В настоящее время существует две количественные характеристики эмульсии, полученной с помощью определенного раствора ПАВ: максимальный объем эмульсии (V_∞) и максимальная поверхность эмульсии (S_∞). Однако V_∞ недостаточно объективная характеристика, так как зависит от метода получения эмульсии. При более интенсивном смешении фаз капли получаются меньшего размера и при одном и том же количестве ПАВ V_∞ будет меньше, чем при слабом перемешивании. S_∞ является константой, не зависящей от внешних параметров. Одна и та же поверхность в эмульсии может реализоваться по-разному – в виде различных соотношений крупных и мелких капель. Размер капель и распределение их по размерам зависит от метода получения эмульсии и служит характеристикой самой эмульсии, а не ПАВ. Экспериментально показано, что S_∞ не зависит от поверхностной активности ПАВ, а определяется предельной адсорбцией Γ_∞ и концентрацией ПАВ в системе. S_∞ не связана с устойчивостью эмульсий: при большом значении S_∞ эмульсии могут быть неустойчивыми и наоборот. Появление в последнее время автоматических анализаторов изображений, позволяющих быстро определять распределение капель эмульсии по размерам, сделало возможным гораздо менее трудоемкое экспериментальное определение параметров Γ_∞ и S_∞ .

Нижний предел концентрации ПАВ. Пределы концентрации, в которых ПАВ проявляют эмульгирующие свойства, необходимо знать при практическом использовании ПАВ, ибо ниже определенной концентрации (Ce) ПАВ не только не проявляют эмульгирующих свойств, но и практически не понижают поверхностное натяжение. ПАВ являются стабилизаторами эмульсий при образовании.

<u>Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:</u>

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1. Пенообразование, строение пен. Две группы пенообразователей.
2. Способы получения пен.
3. Факторы устойчивости пленок: эффект Гиббса и эффект Марангони.
4. Свойства пен.
5. Факторы устойчивости пен. Чем обусловлено разрушение пен? Чем определяется устойчивость пен?
6. Применение пен.

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 5

Тема: Реакции обнаружения катионов I-III аналитических групп

Цель работы: приобрести навыки обнаружения катионов I-III аналитических групп.

Формируемые компетенции: ПК-4.

Теоретическая часть:

Аналитическая классификация катионов связана с их разделением на аналитические группы при последовательном действии групповыми реагентами. В соответствии с кислотно-щелочной классификацией:

Номер группы	Катионы
I	Li(I), NH_4^+, Na(I), K(I), Mg(II)
II	Ca(II), Sr(II), Ba(II)
III	Ag(I), Hg(I), Pb(II), W(VI)
IV	Zn(II), Al(III), Sn(II, IV), V(V), Cr(Ш), Mo(VI)
V	Ti(IV), Zr(IV), Sb(III, V), Bi(III), Mn(II), Fe(II, III)
VI	Co(II), Ni(II), Cu(II), Cd(II), Hg(II), Mg(II)

1 группа-катионы, не имеющие группового реактива (K^+, Na^+, NH^{+4}), -характеризуются тем, что с минеральными кислотами и щело-чами они осадка не образуют, их хлориды и сернокислые соли, а также гидроксиды растворимы в воде.

II группа-катионы группы соляной кислоты (Ag^+, Pb^{2+},Hg^{2+}) -характеризуются тем, что с разбавленной соляной кислотой катионы образуют осадки хлоридов.

III группа-катионы группы серной кислоты (Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}). С разбавленной серной кислотой они образуют осадки сульфатов.

IVгруппа-катионы амфотерных оксидов (Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}, Sn^{2+}, As^{3+}, As^{5+}),которые характеризуются тем, что с избытком едкой щело-чи образуют растворимыещелочные солю $NaAlO_2$, $NaCrO_2$, Na_2SnO_2, Na_3AsO_3, Na_3AsO_4. Если же вместе сизбытком щелочи действовать окислителем, например, H2O2, то катионы данной группыобразуют растворимые соли такогосостава:$NaAlO_2$,Na_2CrO_4,Na_2ZnO_2, Na_3AsO_4, Na_2SnO_3

V группа-катионы типичных гидроксидов (Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mg^{2+}, Mn^{2+}, Bi^{3+}, Sb^{3+}), которые характеризуются нерастворимостью их гид-роксидов ни в сильных, ни в слабых щелочах.

VI группа–катионы-комплексообразователи аммиакатов (Cu^{2+}, Hg^{2+}, Cd^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}). Для них характерна растворимость их гидроксидов в растворе аммиака с образованием комплексных солей –аммиакатов.

Для обнаружения каждого катиона используются, систематический или дробный или тот и другой вместе. У каждого из этих мето-дов есть свои достоинства.Прежде чем приступить к обнаружению катионов в контрольных задачах, каждый студент должен:

-научиться чётко производитьобщеаналитические и характерные реакции на каждый катион с соблюдением всех необходимых условий при проведении этих реакций;

-производить характерные реакции на каждые однотипные катионы в том случае, если они находятся в растворе: а) только одни; б) в присутствии не мешающих их открытию других катионов; в) после удаления из раствора катионов, мешающих открытию данного катиона;

-из растворов, содержащих катионы, мешающие открытию данных катионов, уметь:

а) добиваться полноты их осаждения;

б) проводить проверку этой полноты осаждения;вести в рабочей тетради четкую и ясную запись в молекулярной форме уравнений каждой производимой аналитической реакции с подробным описанием получаемого при этом внешнего эффекта (цвет и форма осадка, изменение цвета раствора, быстрое или медленное появление осадка и т.д.);

в)научиться сопоставлять результаты анализа со всеми наблюдениями и предложениями, сделанными в процессе работы.

Оборудование и материалы:

Реактивы, необходимые для данной работы, выставляют на полки лабораторных столов. Редкие реактивы, концентрированные кислоты и щёлочи, пахучие вещества (например, сероводород, бромная вода и др.) хранят в вытяжном шкафу.

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

Практическая часть:

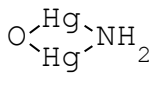
Первая группа катионов

Аммоний

1. Гидроксид калия (натрия). При действии щелочей на раствор соли аммония при нагревании выделяется газообразный аммиак , который можно обнаружить по изменению окраски влажной универсальной индикаторной или лакмусовой бумаги:

$NH_4^+ + OH^- = NH_3 + H_2O$

Выделяющийся аммиак можно также обнаружить по почернению фильтровальной



бумаги, пропитанной раствором солей Hg(I):

$2Hg_2(N0_3)_2 + 4NH_3 + H_20 = [\quad\quad\quad\quad\quad\quad]NO_3 + 2Hg + 3NH_4NO_3$

Выполнение реакции. На предметное стекло помещают стеклянный цилиндр, высота и диаметр которого ~ 1 см, внутрь цилиндра помещают 1 — 2 капли раствора, содержащего ионы аммония, и 1 — 2 капли 2 М NaOH или КОН, следя за тем, чтобы раствор щелочи не попал на верхнюю часть цилиндра. Накрывают цилиндр другим предметным стеклом, прикрепив к его внутренней стороне влажную индикаторную бумагу или фильтровальную бумагу, смоченную раствором $Hg_2(NO_3)_2$.

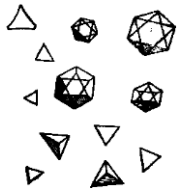
2. Реактив Несслера в щелочной среде образует с ионами аммония оранжевый осадок:

$NH_4Cl + 2K_2HgJ_4 + 4KOH = [\ O\langle^{Hg}_{Hg}\rangle NH_2\ ]\ J\downarrow + 7KJ + KCl + 3H_2O$

Выполнение реакции. К 1—2 каплям раствора, содержащего ионы аммония, добавляют 1 — 2 капли реактива Несслера. Образуется оранжевый осадок.

Натрий

1. Октаацетат-триуранилат цинка (никеля) (микрокристаллоскопическая реакция). При взаимодействии с ионами натрия при pH 7 образуются тетраэдрические или октаэдрические кристаллы $NaM(UO_2)_3 \times (CH_3COO)_9 \times 9H_2O$, где M = Zn(II), Ni(II). Нонаацетат-триуранилат-цинкат (II) натрия обладает яркой флуоресценцией зеленого цвета.



Выполнение реакции. На предметное стекло помещают каплю раствора, содержащего ионы натрия, рядом помещают каплю раствора реагента и стеклянной палочкой соединяют капли. Дают постоять и рассматривают образовавшиеся кристаллы под микроскопом.

2. Гексагидроксоантимонат (V) калия $K[Sb(OH)_6]$ в нейтральной среде осаждает из растворов солей натрия белый кристаллический осадок $Na[Sb(OH)_6]$:

$Na^+ + [Sb(OH)_6]^- = Na[Sb(OH)_6]$ (т)

3. Окрашивание пламени. Летучие соли натрия (NaCl) окрашивают пламя газовой горелки в желтый цвет.

Калий

1. Гидротартрат натрия образует с ионами калия при pH 4 - 5 белый кристаллический осадок $KHC_4H_4O_6$:

$K^+ + HC_4H_4O_6^- = KHC_4H_4O_6\downarrow$

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы калия, прибавляют 2 — 3 капли раствора $NaHC_4H_4O_6$ и для ускорения образования осадка потирают стеклянной палочкой по стенкам пробирки. Выпадает белый кристаллический осадок.

При использовании в качестве реагента винной кислоты необходимо добавить 2 — 3 капли раствора CH_3COONa.

2. Гексанитрокобальтат (III) натрия образует с ионами калия при pH 4 — 5 желтый осадок $K_nNa_mCo(NO_2)_6$, где n + m = 3 (основным соединением является $K_2NaCo(NO_2)_6$):

$$2KC1 + Na_3Co(NO_2)_6 = K_2NaCo(NO_2)_6\downarrow + 2NaCl$$

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы калия, добавляют 2 — 3 капли раствора реагента и слегка нагревают на водяной бане. Образуется желтый осадок. Если раствор кислый, необходимо добавить CH_3COONa до pH 4 — 5.

3. Окрашивание пламени. Летучие соли калия (КС1) окрашивают пламя газовой горелки в бледно-фиолетовый цвет.

Вторая группа катионов

Кальций

1. Оксалат аммония образует с ионами кальция кристаллический осадок $CaC_2O_4 \times H_2O$:

$$Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} = CaC_2O_4\downarrow$$

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы кальция, добавляют 2 — 3 капли раствора реагента. Выпадает белый кристаллический осадок.

2. Гексацианоферрат(II) калия при pH > 7 в присутствии NH_4C1 взаимодействует с ионами кальция с образованием белого кристаллического осадка состава $K_n(NH_4)_mCaFe(CN)_6$, где n и m в зависимости от условий могут меняться от 0 до 2:

$$CaCl_2 + K_4Fe(CN)_6 + NH_4Cl = KNH_4CaFe(CN)_6\downarrow + 3KC1$$

Выполнение реакции. На часовом стекле перемешивают каплю исследуемого раствора с 2 — 3 каплями раствора реагента, затем добавляют 1 — 2 капли раствора NH_4C1, каплю этанола и снова перемешивают. Помутнение или появление кристаллического осадка указывает на присутствие кальция. Удобнее пользоваться черной капельной пластинкой или часовое стекло помещать на черную бумагу.

3. Окрашивание пламени. Летучие соли кальция ($CaC1_2$, $Ca(NO_3)_2$) окрашивают пламя газовой горелки в кирпично-красный цвет.

Стронций

1. Гипсовая вода (насыщенный водный раствор $CaSO_4 * 2H_2O$) образует с ионами стронция белый кристаллический осадок:

$$SrCl_2 + CaSO_4 = SrSO_4\downarrow + CaC1_2$$

Выполнение реакции. К нескольким каплям раствора, содержащего ионы стронция, добавляют равный объем гипсовой воды и, потирая стеклянной палочкой по стенкам пробирки, нагревают в водяной бане 10 мин. Образуется белый осадок.

2. Окрашивание пламени. Летучие соли стронция ($SrCl_2$, $Sr(NO_3)_2$) окрашивают пламя газовой горелки в карминово-красный цвет.

Барий

1. Дихромат калия в ацетатном буферном растворе образует с ионами бария желтый кристаллический осадок

$2BaCl_2 + K_2Cr_2O_7 + H_2O + 2CH_3COONa = 2BaCrO_4\downarrow + 2KCl + 2CH_3COOH + 2NaCl$

Ca(II) и Sr(II) при pH < 7 не образуют осадков с $K_2Cr_2O_7$ и не мешают обнаружению бария. Эту реакцию используют и для отделения Ba от Sr и Ca.

Выполнение реакции. К 1 — 2 каплям раствора, содержащего ионы бария, добавляют 3 — 4 капли раствора CH_3COONa и 1 — 2 капли раствора дихромата калия. Пробирку нагревают на водяной бане. Образуется желтый осадок хромата бария.

2. Окрашивание пламени. Летучие соли бария ($BaCl_2$, $Ba(NO_3)_2$) окрашивают пламя газовой горелки в желто-зеленый цвет.

Третья группа катионов

Серебро

1. Сероводород и сульфид аммония. При действии сероводорода или сульфида аммония на раствор, содержащий ионы серебра, осаждается сульфид серебра Ag_2S черного цвета.

Выполнение реакции. К 1 — 2 каплям раствора, содержащего ионы серебра, добавляют 1 — 2 капли 30%-ного раствора CH_3COOH и 1 — 2 капли сульфида аммония. Образуется черный осадок сульфида серебра.

2. Хлориды, бромиды и иодиды щелочных металлов при взаимодействии с ионами серебра образуют творожистые осадки AgCl, AgBr и AgI белого, бледно-желтого и желтого цветов соответственно. С увеличением концентрации Cl^-, Br^- и I^- растворимость галогенидов серебра увеличивается из-за образования AgX_2^- и AgX_4^{3-}, в небольших количествах образуются также AgX_3^{2-}.

Хлорид серебра растворяется не только в аммиаке, но и в карбонате аммония, так как в результате кислотно-основных реакций последний содержит достаточное количество аммиака:

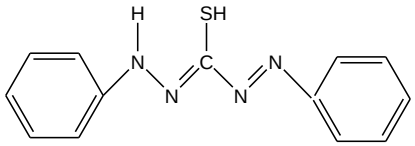
$AgCl + 2NH_3 = Ag(NH_3)_2Cl$

$NH_4^+ + H_2O = NH_3 + H_3O^+$

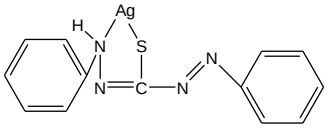
$CO_3^{2-} + H_2O = HCO_3^- + OH^-$

Выполнение реакции. 1) В пробирке к 3 —4 каплям раствора, содержащего ионы серебра, добавляют 2 — 3 капли 2 М HNO_3 и 3 — 4 капли 2 М HCl. Образуется осадок белого цвета. Его центрифугируют, промывают и обрабатывают 4 — 5 каплями концентрированного раствора NH_3. Снова центрифугируют и к центрифугату добавляют либо HNO_3 (1:1) до pH 1 — 2 (выпадает белый осадок), либо раствор KI (образуется желтый осадок AgI).

3. Дитизон (дифенилтиокарбазон) (I) образует с Ag(I) внутрикомплексное соединение (II), окрашенное в желтый цвет и экстраэкстрагируемое $CHCl_3$ и CCl_4:



I



II

Выполнение реакции. К 1 — 2 каплям анализируемого раствора добавляют 2 — 3 капли 2 М H_2SO_4 и экстрагируют 0,002%-ным раствором дитизона в $CC1_4$. В присутствии серебра органический слой окрашивается в желтый цвет.

Свинец

1. Дихромат или хромат калия. При добавлении дихромата или хромата калия к нейтральному или уксуснокислому раствору соли свинца образуется желтый осадок $PbCrO_4$:

$2Pb(NO_3)_2 + K_2Cr_2O_7 + 2CH_3COONa + H_2O = 2PbCrO_4 +$

$+ 2CH_3COOH + 2KNO_3 + 2NaNO_3$

$Cr_2O_7^{2-} + H_2O = 2CrO_4^{2-} + 2H^+$

Осадок $PbCrO_4$ малорастворим в разбавленных HNO_3 или HC1; практически нерастворим в аммиаке, уксусной кислоте, ацетате и тартрате аммония. Растворяется в NaOH и концентрированной HNO_3. Например:

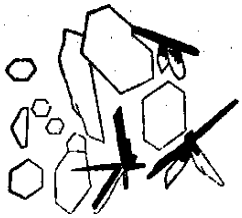
$PbCrO_4 + 4NaOH = Na_2Pb(OH)_4 + Na_2CrO_4$

Эта реакция позволяет отличить $PbCrO_4$ от $BaCrO_4$, который не растворяется в NaOH.

Выполнение реакции. 1) К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы свинца, добавляют 2 — 3 капли 2М CH_3COOH, 2 — 3 капли CH_3COONa и 2 — 3 капли $K_2Cr_2O_7$. Образуется желтый осадок. Центрифугируют, отделяют осадок от раствора и к осадку добавляют 2 — 3 капли 2 М NaOH. Осадок растворяется.

2. Иодид калия. Ионы свинца осаждаются иодид-ионами в виде желтого осадка PbI_2, легкорастворимого при нагревании и вновь выпадающего при охлаждении раствора. Это одна из наиболее красивых аналитических реакций. Предел обнаружения свинца — 100 мкг.

Выполнение реакции. 1) В пробирке к 2 - 3 каплям раствора, со содержащего ионы свинца, прибавляют 2 капли 2 М раствора CH_3COOH и 2 - 3 капли KI. Образуется желтый осадок. Нагревают до кипения и охлаждают. Выпадает золотисто-желтый осадок в виде красивых блестящих лепестков.



3. Дитизон. В нейтральных и слабощелочных растворах дитизон реагирует с ионами

свинца, образуя внутрикомплексное соединение красного цвета. Предел обнаружения свинца — 0,8 мкг.

Выполнение реакции. В пробирку помещают 2 — 3 капли исследуемого раствора, добавляют 2 М NH_3 до pH 8 — 10 и 2 — 3 капли 0,05%-ного раствора дитизона в $CC1_4$. Смесь сильно встряхивают в течение 30 с. В присутствии свинца зеленая окраска реагента переходит в красную. В присутствии мешающих ионов металлов к 2 — 3 каплям исследуемого раствора добавляют каплю 0,6%-ного раствора KCN, каплю 0,3%-ного раствора Na_2SO_3 и 10%-ный раствор NH_3 до pH 8 — 10 и 2 — 3 капли раствора дитизона в $CC1_4$. Смесь встряхивают. В присутствии свинца зеленая окраска реагента переходит в красную.

Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

При изучении реакций обнаружения все этапы работы следует фиксировать в лабораторном журнале. Форма записи приведена ниже:

Реакции обнаружения иона магния

Реагент	Уравнение реакции	Наблюдения	Условия проведения реакции
Na_2HPO_4, NH_3	$Mg^{2+}+HPO_4^{2-}+$ $+NH_3=MgNH_4PO_4\downarrow$	Образуется белый кристаллический осадок	Реакцию следует проводить в аммиачном буферном растворе

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1.Чем отличается I аналитическая группа катионов от других групп кислотно-основной классификации?

2.Почему обнаружение катиона К+ гидротартратом натрия необходимо проводить в нейтральной среде?

3.Можно ли катион К+ осадить практически полностью винной кислотой?

4.Можно ли обнаружить катион К+ в присутствии катиона NH^{4+}?

5.Можно ли обнаружить катион Na+в присутствии катиона NH^{4+}?

6. Какая из реакций обнаружения катиона NH^{4+}является специфической?

7.Почему при обнаружении катиона NH4+щелочами необходимо нагревание и смачивание индикаторной бумаги?

8.Какие реактивы используют для обнаружения катиона К+?

9. Какой реактив является групповым на II аналитическую группу катионов?

10.Можно ли практически полностью осадить катион Pb^{2+}действием HC1?

11.Как выполняется реакция обнаружения Pb^{2+}действием KJ?

12.На чем основано растворение осадка AgCl в растворе аммиака?

13.Чем можно разрушить аммиачный комплекс серебра? Что при этом наблюдается?

14.Что произойдет при действии раствора аммиака на осадок Hg_2Cl_2?

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон.

текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 с. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 с. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 с.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 с. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 6

Тема: Реакции обнаружения катионов IV-VI аналитических групп

Цель работы: приобрести навыки обнаружения катионов IV -VI аналитических групп
Формируемые компетенции: ПК-4.
Теоретическая часть:

Общая характеристика катионов IV аналитической группы.

К четвертой группе относят катионы Zn^{2+}, $A1^{3+}$, Cr^{3+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, As^{3+}, As^{5+}, гидроксиды которых проявляют амфотерные свойства (As^{3+}и As^{5+} гидроксидов не образуют). Групповым реактивом являются щелочи КОН, NaOH. Гидроксиды катионов IV группы растворяются в избытке щелочи и переходят в раствор в виде комплексных ионов $Zn(OH)_4^{2-}$, $A1(OH)^{4-}$, $Cr(OH)^{4-}$, $Sn(OH)_6^{2-}$ (при иной форме записи реакций эти ионы записывают соответственно ZnO_2^{2-}, $A1O_2^-$, CrO_2^-, SnO_2^{2-}, SnO_3^{2-}, AsO_3^{3-}, AsO_4^{3-}). Эти анионы устойчивы только в сильнощелочной среде. В кислой среде ионы IV группы существуют в виде гидратированных катионов Zn^{2+}, $A1^{3+}$, Cr^{3+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, As^{3+}, As^{5+}.Соли катионов IV группы подвергаются гидролизу, при этом соли катионов $A1^{3+}$и Cr^{3+} и очень слабых летучих кислот (сульфиды, карбонаты) гидролизуются полностью и не могут существовать в водных растворах. Катионы Zn^{2+}и $A1^{3+}$, будучи образованными элементами с законченными 8-и 18-электронными внешними уровнями, имеют постоянную степень окисления и не участвуют в окислительно-восстановительных реакциях. Хром, олово и мышьяк проявляют в соединениях переменную сте-пень окисления (Sn^{2+}-Sn^{4+}; Cr^{3+}-CrO_4^{2-}-$Cr_2O_7^{2}$; AsO_3^{3-}-AsO_4^{3-}), поэтому для обнаружения их ионов используют окислительно-восстановительные ре-акции. При действии на катионы IV группы избытка щелочи в присутствии пероксида водорода все ионы переменной степени окисления находятся в растворе в высшей степени

окисления (CrO_4^{2-}, SnO_3^{2-}, AsO_4^{3-}). Окислительно-восстановительные свойства ионов часто зависят от кислотности раствора. Так, восстановительные свойства иона Sn^{2+} усиливаются при повышении pH раствора, окислительные свойства ионов CrO_4^{2-} и $Cr_2O_7^{2-}$ усиливаются с понижением pH раствора. Катионы IV группы склонны к комплексообразованию. Хлориды, нитраты, сульфаты катионов IV группы растворимы в воде. Соединения катионов Zn^{2+}, Al^{3+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, As^{3+}, As^{5+} бесцветны, все соединения хрома окрашены в цвет соответствующего иона: CrO_4^{2-}-желтого цвета, $Cr_2O_7^{2-}$-оранжевого, Cr^{3+}-сине-зеленого.

Общая характеристика катионов V аналитической группы.

К пятой аналитической группе относят катионы Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Mg^{2+}, Bi^{3+}, Sb(III), Sb(V). Они образованы элементами, имеющими различную электронную конфигурацию атома (Mg-s-элемент; Bi, Sb-p-элементы; Fe, Mn-d-элементы), поэтому свойства этих катионов различны. Объединяет их то, что гидроксиды катионов V группы не растворяются в щелочах и в растворе аммиака. Следовательно, катионы этой группы могут быть выделены из смеси катионов всех групп действием щелочей. Раствор щелочи - групповой реактив на катионы этой группы. Растворимость гидроксидов катионов V группы различна. Особенно мала растворимость гидроксидов, образованных катионами с высокой степенью окисления:

Гидроксид	$Mg(OH)_2$	$Mn(OH)_2$	$Fe(OH)_2$
P, моль/дм	$31,5 \cdot 10^{-4}$	$1,05\text{-}10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$
Гидроксид	$Bi(OH)_3$	$Fe(OH)_3$	$Sb(OH)_3$
P, моль/дм	$31,1 \cdot 10^{-8}$	$1,8 \cdot 10^{-9}$	$1,9 \cdot 10^{-11}$

Наименее растворимые гидроксиды образуются при более низких значениях pH растворов. Так, $Fe(OH)_3$ осаждается при pH = 2,3 ÷ 4,1, а $Fe(OH)_2$ - при pH = 7,5 ÷ 9,7. Наиболее растворимые гидроксиды катионов Fe^{2+}, Mn^{2+}, Mg^{2+} не осаждаются в присутствии солей аммония, понижающих pH раствора. Соли катионов V группы подвергаются гидролизу, степень гидролиза их различна, что подтверждается значением pH их 0,25 М растворов нитратов.Наиболее легко гидролизуются соли висмута и сурьмы, которые при растворении в воде дают белые осадки основных солей. Катионы Fe^{2+}, Bi^{3+} и Mn^{2+}могут изменять степень окисления - Fe^{2+}до Fe^{3+}; Bi^{3+}до Bi(V) и Bi°; Mn^{2+}до Mn(IV), Mn(VI) и Mn(VII) - и участвовать в окислительно-восстановительных реакциях. Катионы Fe^{2+}, Fe^{3+}, Bi^{3+}, Sb^{3+}, Sb^{5+} склонны к комплексообразованию. В практике анализа используют оранжевый комплекс $[BiJ4]^-$; в солянокислых растворах сурьма (III) и (V) существует в виде хлоридных комплексов $[SbCl_6]^{3-}$, $[SbCl_6]$-; маскировку Fe(II) и Fe(III) часто проводят путем перевода их в прочные бесцветные комплексы. Ионы Mn^{2+}, Bi^{3+}, Sb(III) бесцветны, катион Fe^{2+}-бледно-зеленого цвета, катион Fe^{3+}-слабо-фиолетовый, а гидролизованный —желтого цвета, катион Mn^{2+}-бледно-розового цвета, ион MnO4⁻фиолетовый.

Оборудование и материалы:

Реактивы, необходимые для данной работы, выставляют на полки лабораторных столов. Редкие реактивы, концентрированные кислоты и щёлочи, пахучие вещества (например, сероводород, бромная вода и др.) хранят в вытяжном шкафу.

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

Практическая часть:

Четвертая группа катионов

Цинк

1. Тетрароданомеркурат (II) аммония образует с ионами цинка в слабокислой среде белый кристаллический осадок $ZnHg(SCN)_4$:

$ZnCl_2 + (NH_4)_2Hg(SCN)_4 = ZnHg(SCN)_4\downarrow + 2NH_4Cl$

Мешают реакции большие количества никеля и железа (II, III). Никель и железо (II) образуют осадки зеленоватого цвета, железо (III) — фиолетового цвета. Мешающее влияние железа (III) устраняют добавлением фторидов, оксалатов, фосфатов. Мешают обнаружению цинка Cd, Sn(II).

Выполнение реакции. а) К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы цинка, добавляют каплю разбавленного раствора соли кобальта и 2 — 3 капли реагента. Слегка потирают палочкой по стенкам пробирки. В присутствии цинка образуется голубой осадок. Рекомендуется провести контрольный опыт. Для приготовления разбавленного раствора соли кобальта в пробирку помещают 1 — 2 капли 0,1 М раствора кобальта и разбавляют дистиллированной водой (3 — 5 мл).

б) Микрокристаллоскопическая реакция. На предметное стекло помещают каплю раствора, содержащего ионы цинка, рядом помещают каплю реагента. Капли соединяют стеклянной палочкой. Кристаллы рассматривают под микроскопом. С $(NH_4)_2Hg(SCN)_4$ в слабокислой среде ионы цинка образуют характерные кристаллы — кресты, дендриты; в подкисленных минеральной кислотой или разбавленных растворах кристаллы имеют вид неравносторонних треугольников и клиньев. Мешают Cd(II), Co(II), Cu(II) и Fe(II).

2. Дитизон образует с ионами цинка внутрикомплексное соединение, хорошо растворимое в органических растворителях (CCl_4, $CHCl_3$). Это соединение в отличие от дитизонатов других катионов окрашивает в щелочной среде не только органическую, но и водную фазу в красный цвет. Предел обнаружения цинка — 1 мкг. Мешают Ag(I), Hg(II), Pb(II), Cu(II), Cd(II), Co(II), Ni(II), Bi(III). Их маскируют тиосульфатом, цианидом либо осаждают в виде сульфидов.

Выполнение реакции. 1) К 3 — 4 каплям раствора, содержащего ионы цинка, прибавляют 3 — 4 капли 2 М NaOH. Каплю полученного щелочного раствора наносят капилляром на фильтровальную бумагу. Пятно обводят по периферии капилляром с раствором дитизона в CCl_4. Образуется характерное красное кольцо, которое сравнивают с контрольным опытом. Для этого рядом помещают на бумагу каплю 2 М NaOH и также обводят по периферии капилляром с раствором дитизона в CCl_4. Образуется оранжевое пятно.

Алюминий

1. Гндроксид натрия (калия) и аммиак с ионами алюминия образуют белый осадок гидроксида алюминия (pH 4 — 7,8):

$Al(H_20)_6^{3+} + H_20 = Al(H_2O)_5OH^{2+} + H_3O^+$

$2A1(H_20)_4(OH)_2^+ + nH_20 = A1_20_3 * xH_2O\downarrow + 2H_3O^+$

$H_3O^+ + OH^- = 2H_2O$

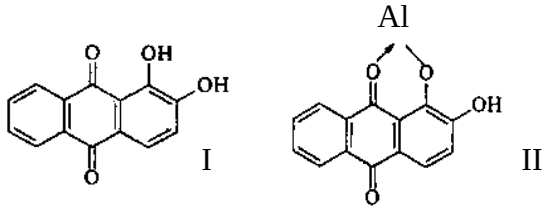
$(H_30^+ + NH_3 = NH_4^+ + H_20)$

Полное осаждение $A1_2O_3*xH_2O$ достигается при pH~5. При pH>10 осадок растворяется с образованием гидроксокомплексов.

В присутствии фторид-, оксалат- и тартрат-ионов нельзя осадить гидроксид алюминия, так как образуются устойчивые комплексные соединения.

Выполнение реакции. К 3 - 4 каплям раствора, содержащего ионы алюминия, осторожно, по каплям добавляют 2 М NaOH (КОН) до образования белого осадка гидроксида алюминия. При добавлении избытка щелочи осадок растворяется. Если добавить твердый NH_4C1 и нагреть, вновь образуется осадок гидроксида алюминия.

2. Ализариновый красный (I) с ионами алюминия в щелочной среде образует осадок ярко-красного цвета (лак) (II)



Железо (III), хром (III), марганец (II) мешают определению алюминия, так как образуют окрашенные ализариновые лаки. Для их маскировки используют $K_4[Fe(CN)_6]$, с которым мешающие ионы образуют нерастворимые в воде гексацианоферраты.

Выполнение реакции. 1) На фильтровальную бумагу наносят каплю раствора $K_4[Fe(CN)_6]$, затем в центр влажного пятна наносят каплю раствора, содержащего ионы алюминия, прикасаясь к бумаге кончиком капилляра. Далее также наносят каплю реагента и обрабатывают пятно газообразным аммиаком, помещая бумагу над отверстием склянки с концентрированным раствором аммиака. Образующееся фиолетовое пятно обрабатывают 1М CH_3COOH. Фиолетовая окраска реагента переходит в желтую и можно наблюдать красную окраску алюминиевого лака.
2) В пробирке к 2 — 3 каплям кислого раствора, содержащего ионы алюминия, добавляют 2 — 3 капли раствора ализарина, твердый ацетат натрия до слабокислой среды и нагревают. Выпадает красный хлопьевидный осадок.

Олово (II)

1. Сероводород в сильнокислой среде (2 М HCl) образует с ионами олова (II) осадок шоколадного цвета:

$SnCl_4^{2-} + H_2S = SnS\downarrow + 4Cl^- + 2H^+$

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы олова (II), прибавляют 2 — 3 капли 2 М HCl и пропускают H_2S. Образуется осадок шоколадного цвета. Осадок отделяют и к нему добавляют несколько капель раствора $(NH_4)_2S_2$, осадок растворяется. К полученному раствору добавляют 2 М HCl до кислой среды, выпадает золотисто-желтый осадок SnS_2.

2. Хлорид ртути (II). Ионы олова (II) в солянокислой среде восстанавливают ионы Hg(II) до Hg(I), при этом образуется белый осадок каломели Hg_2Cl_2:

$$2HgCl_2 + SnCl_4^{2-} = Hg_2Cl_2\downarrow + SnCl_6^{2-}$$

В избытке ионов олова (II) осадок каломели постепенно чернеет, так как Hg(I) восстанавливается до металлической ртути.

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям солянокислого раствора, содержащего ионы олова (II), добавляют 1 каплю раствора нитрата ртути (II). Выпадает белый шелковистый осадок Hg_2Cl_2, который при стоянии постепенно чернеет.

Хром (III)

1. Пероксид водорода в щелочной среде окисляет Cr(Ш) до Cr(VI):

$$2Cr(OH)_4^- + 3H_2O_2 + 2OH^- = 2CrO_4^{2-} + 8H_2O$$

Образуется желтый раствор хромата натрия. При действии H_2O_2 на растворы хроматов в зависимости от условий опыта образуются разнообразные пероксокомплексы хрома, например в кислой среде — голубой $CrO(O_2)_2S$ (S — молекулы воды или кислородсодержащего органического растворителя) и в нейтральной среде — фиолетовый:

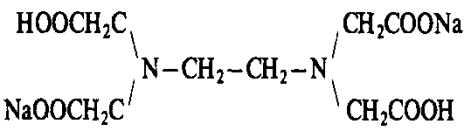
$$H_2Cr_2O_7 + 4H_2O_2 + 2S = 2CrO(O_2)_2S + 5H_2O$$

$$K_2Cr_2O_7 + 6H_2O_2 = 2KCrO(O_2)_2OH + 5H_2O + O_2$$

В водных растворах пероксидные соединения хрома неустойчивы; они устойчивы в органических растворителях (диэтиловом эфире, амиловом спирте и др.). Реакция практически селективна.

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы хрома (III), добавляют по каплям 2 М NaOH до образования осадка гидроксида хрома и далее до его растворения и образования гидроксокомплексов. Затем добавляют 1 каплю 30%-ного или 6 — 8 капель 3%-ного раствора H_2O_2 и нагревают. Образуется желтый раствор хромата. К части полученного раствора после охлаждения добавляют 1 каплю 3%-ного раствора H_2O_2, несколько капель эфира и по каплям при встряхивании серную кислоту (1:4). Образующееся пероксидное соединение хрома экстрагируют эфиром, эфирный слой окрашивается в синий цвет.

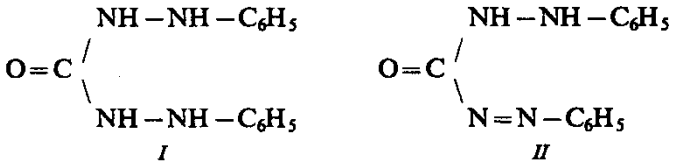
2. Этилендиаминтетраацетат натрия (ЭДТА) с ионами хрома (III) при pH 4 — 5 образует комплексное соединение фиолетового цвета состава CrY^{4-}, где Y^{4-} — анион ЭДТА:



Окрашенные комплексные соединения ЭДТА образует также с Fe(III), Cu(II), Co(II) и Ni(II), поэтому они могут мешать обнаружению хрома (III).

Выполнение реакции. К 3 — 4 каплям раствора, содержащего ионы хрома (III), добавляют 3 — 5 капель 30%-ного раствора CH_3COOH, 12 — 15 капель 5%-ного раствора ЭДТА (избыток ЭДТА обязателен), проверяют pH раствора (pH 4 — 5) и нагревают в водяной бане. В присутствии хрома (III) появляется фиолетовое окрашивание.

3. Дифенилкарбазид (I) взаимодействует с ионами Cr(VI) в сильнокислой среде, при этом появляется фиолетовое окрашивание. Хром (VI) в кислых растворах окисляет дифенилкарбазид до бесцветного дифенилкарбазона (II), восстанавливаясь до Cr(Ш). Ионы Cr(Ш) образуют красно-фиолетовое внутрикомплексное соединение с дифенилкарбазоном:



I *II*

В присутствии фторид-ионов и ЭДТА в качестве маскирующих реагентов реакция обнаружения хрома селективна.

Выполнение реакции. К 1 —2 каплям исследуемого раствора, содержащего ионы Cr(VI), прибавляют 2 — 3 капли насыщенного раствора NaF, 1 — 2 капли 5%-ного раствора ЭДТА, каплю концентрированной H_2SO4 и 1 —2 капли 1%-ного этанольного раствора реагента. Экстрагируют изоамиловым спиртом. Органическая фаза в присутствии хрома окрашивается в фиолетовый цвет. Если анализируемый раствор содержит Cr(Ш), его предварительно окисляют в Cr(VI).

Пятая группа катионов

Висмут (III)

1. Хлорид олова (II) в щелочной среде восстанавливает висмут (III) до металлического висмута (осадок черного цвета):

$SnCl_4^{2-} + 4OH^- = Sn(OH)_4^{2-} + 4Cl^-$

$2Bi(OH)_3 + 3Sn(OH)_4^{2-} = 2Bi\downarrow + 3Sn(OH)_6^{2-}$

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего ионы олова (II), прибавляют по каплям 30%-ный раствор NaOH до образования осадка гидроксида олова (II) и последующего его растворения. К полученному раствору добавляют каплю раствора нитрата висмута. Образуется черный осадок.

2. Иодид калия образует с ионами висмута (III) в кислой среде BiI_3 — осадок черного цвета, растворимый в избытке реактива:

$BiCl_3 + 3KI = BiI_3\downarrow + 3KCl$

$BiI_3 + KI = KBiI_4$

При сильном разбавлении раствора, содержащего BiI_4, получается оранжевый осадок соли BiOI:

$KBiI_4 + H_2O = BiOI + KI + 2HI$

Выполнение реакции. 1) К 3 — 5 каплям раствора, содержащего ионы висмута (III), добавляют по каплям раствор KI. Наблюдают образование осадка и его растворение в избытке KI, при этом раствор окрашивается в оранжевый цвет.

3. Дитизон в интервале pH 3 - 10 образует с ионами висмута (III) внутрикомплексное соединение, при растворении в $CC1_4$ образующее растворы оранжевого цвета.

Выполнение реакции. К 1 — 2 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 — 3 капли раствора KCN, доводят pH раствора до 9 раствором аммиака и экстрагируют 0,02%-ным раствором дитизона в $CC1_4$.

Железо (II)

1. Гексацианоферрат (III) калия образует с ионами железа (II) синий осадок, по-видимому, состава $MFeFe(CN)_6$, (где М — К(1), Na(I)), называемый «турнбулевой синью». Осадок нерастворим в кислотах, но разлагается щелочами с выделением гидроксидов Fe(II, III). Реакция специфична.

Выполнение реакции. К 1 —2 каплям слабокислого раствора, содержащего ионы железа (II), добавляют 1 — 2 капли раствора реагента. Образуется синий осадок.

2. Диметилглиоксим образует с ионами железа (II) в аммиачных растворах устойчивое комплексное соединение красного цвета.

Мешают ионы никеля (II), образующие нерастворимый в воде диметилглиоксимат никеля красного цвета. Мешающее влияние железа (III), образующего в аммиачной среде окрашенный гидроксид, устраняют добавлением лимонной, щавелевой или винной кислоты.

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы железа (II), добавляют каплю 20%-ного раствора винной кислоты, 1 каплю диметилглиоксима и по каплям раствор аммиака до щелочной реакции. Раствор окрашивается в красный цвет.

Железо (III)

1. Гексацианоферрат (II) калия с ионами железа (III) образует темно-синий осадок «берлинской лазури» $MFeFe(CN)_6$, аналогичный по составу «турнбулевой сини». Сначала проходит окислительно-восстановительная реакция:

$FeCl_3 + K_4Fe(CN)_6 = FeCl_2 + K_3Fe(CN)_6 + KC1$

Далее продукты реакции взаимодействуют между собой с образованием темно-синего осадка «берлинской лазури»:

$FeCl_2 + K_3Fe(CN)_6 = KFeFe(CN)_6\downarrow + 2KC1$

Выполнение реакции. К 1 — 2 каплям раствора, содержащего ионы Fe(III) и имеющего pH 1 — 3, добавляют 1 — 2 капли реагента. Наблюдают образование темно-синего осадка «берлинской лазури».

2. Тиоцианат аммония (калия) в слабокислых растворах образует с Fe(III) комплексные соединения кроваво-красного цвета. Комплексы $Fe(SCN)_3$ и $HFe(SCN)_4$ экстрагируются эфиром и изоамиловым спиртом. Предел обнаружения железа — 0,5 мкг. Мешают фосфаты, арсенаты, оксалаты, цитраты, тартраты, фториды, образующие с Fe(III) устойчивые комплексные соединения.

Выполнение реакции. К 1 —2 каплям раствора, содержащего ионы железа (III), добавляют каплю раствора NH_4SCN. Появляется кроваво-красное окрашивание раствора. Добавляют несколько капель изоамилового спирта или эфира и встряхивают. Органическая фаза окрашивается в красный цвет.

Шестая группа катионов

Кобальт

1. Тиоцианат аммония (калия) в уксуснокислом растворе при pH 4 — 5 с ионами кобальта (II) образует окрашенные в синий цвет комплексные соединения различного состава. Кислородсодержащие растворители (эфир, ацетон, изоамиловый спирт) экстрагируют темно-синие малоустойчивые комплексы кобальта состава $Co(SCN)_4^{2-}$. Для понижения диссоциации комплексных соединений необходимо вводить большой избыток тиоцианата.

Мешают ионы железа (III), которые маскируют добавлением фторид-ионов.

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы кобальта (II), добавляют твердый тиоцианат аммония (калия), твердый фторид аммония, 5 — 7 капель изоамилового спирта и встряхивают. Слой изоамилового спирта окрашивается в синий цвет.

2. Нитрит калия в уксуснокислом растворе при pH 4 — 5 образует с ионами кобальта (II) желтый осадок, в котором кобальт имеет степень окисления III:

$Co(CH_3COO)_2 + 7KN0_2 + 2CH_3COOH = K_3Co(NO_2)_6 + NO + H_2O + 4CH_3COOK$

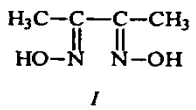
В разбавленных растворах осадок образуется при нагревании и стоянии. Эту реакцию используют для отделения кобальта от мешающих ионов.

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы кобальта (II), добавляют 2 капли 2 М CH_3COOH, 2 капли раствора CH_3COONa и твердый KNO_2. Смесь нагревают несколько минут на водяной бане. Образуется желтый осадок.

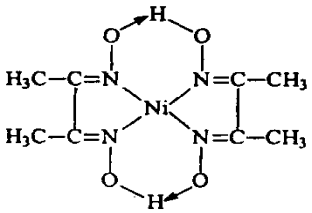
Никель

1. **Диметилглиоксим (I)** образует с ионами никеля (II) в интервале pH 5 — 10

малорастворимое в воде комплексное соединение ало-красного цвета структуры (II):



I



II

С диметилглиоксимом образуют комплексные соединения также Cu(II) (оранжево-желтого цвета), Fe(II) (красноватого цвета), Co(II) (коричнево-красного цвета). При обнаружении никеля в аммиачных растворах в присутствии ионов металлов, образующих окрашенные гидроксиды, добавляют цитраты и тартраты для предотвращения выпадения гидроксидов.

Выполнение реакции. 1) К 1 — 2 каплям раствора, содержащего Ni(II), добавляют 1—2 капли 1%-ного этанольного раствора диметилглиоксима и 1 — 2 капли 2 М NH_3. Образуется характерный ало-красный осадок.

Медь

1. Гексацианоферрат (II) калия при pH ≤ 7 осаждает ионы меди в виде красно-бурого осадка $Cu_2Fe(CN)_6$, растворимого в аммиаке с образованием аммиакатов меди. Мешают ионы Fe(III), Ni(II), Co(II), образующие с реагентом цветные осадки. Поэтому их предварительно отделяют или связывают в устойчивые растворимые комплексные соединения. При очень малых концентрациях меди осадок не выпадает, но раствор окрашивается в розовый цвет.

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы меди (II) (pH ≤ 7), прибавляют 1 — 2 капли раствора реагента. Образуется красно-бурый осадок.

2. Аммиак при взаимодействии с ионами меди сначала осаждает основные соли переменного состава зеленого цвета, легкорастворимые в избытке реагента. При pH > 9 образуются аммиачные комплексы меди интенсивно-синего цвета: $Cu(NH_3)(H_2O)_5^{2+}$; ...; $Cu(NH_3)_4(H_2O)_2^{2+}$.

Выполнение реакции. К 2 — 3 каплям раствора, содержащего ионы меди (II), добавляют большой избыток раствора аммиака до pH>9. Появление интенсивно-синей окраски указывает на присутствие меди.

3. Дитизон при pH 1 — 4 с Cu(II) образует внутрикомплексное соединение красно-фиолетового цвета, экстрагируемое $CHCl_3$ и CCl_4. Предел обнаружения меди — 0,1 мкг. Мешают Ag(I) и Hg(II). Если в качестве маскирующего реагента использовать KI при pH 1 — 2, то медь можно обнаружить с дитизоном без помех со стороны других ионов металлов.

Выполнение реакции. К 1 — 2 каплям анализируемого раствора с pH 1 — 2 прибавляют 5 — 6 капель 5%-ного раствора KI и экстрагируют 0,02%-ным раствором реагента в $CC1_4$. В присутствии меди органический слой окрашивается в красно-фиолетовый цвет.

Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

При изучении реакций обнаружения, все этапы работы следует фиксировать в лабораторном журнале. Форма записи приведена ниже:

Реакции обнаружения иона магния

Реагент	Уравнение реакции	Наблюдения	Условия проведения реакции
Na_2HPO_4, NH_3	$Mg^{2+}+HPO_4^{2-}+$ $+NH_3=MgNH_4PO_4\downarrow$	Образуется белый кристаллический осадок	Реакцию следует проводить в аммиачном буферном растворе

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1.Какое свойство гидроксидов катионов IV группы позволило выделить их в отдельную аналитическую группу?

2.Для каких катионов IV группы характерны окислительно-восстановительные реакции?

3.О чем свидетельствует отсутствие окраски раствора смеси катионов IV группы?

4. Какими свойствами обладают гидроксиды катионов V группы?

5.Какие катионы V группы можно обнаружить дробным методом?

6.Какие катионы Vгруппы можно обнаружить с помощью окислительно-восстановительных реакций?

7.При действии щелочей на смесь катионов V группы выпал белый осадок. Какие катионы отсутствуют в исследуемом растворе?

8.Какова роль нитрата серебра $AgNO_3$при окислении Mn^{2+}пероксодисульфатом аммония $(NH4)_2S_2O_8$?

9.Какой ион образуется при окислении Mn^{2+}сильными окислителями в кислой среде? Какова его окраска?

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 7

Тема: Реакции обнаружения анионов I аналитической группы

Цель работы: приобрести навыки обнаружения анионов I аналитической группы..

Формируемые компетенции: ПК-4.

Теоретическая часть:

В форме анионов существуют обычно р-элементы IV, V, VI групп периодической системы элементов Д.И. Менделеева, реже в виде анионов могут быть d-элементы в их высших степенях окисления. Имея переменную степень окисления, эти элементы образуют, как правило, разные анионы с различными свойствами. Большинство р-элементов образуют анионы кислород содеражащих кислот: SO_4^{2-}, SO_3^{2-}, CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, NO_3^-, и только для р-элементов главных подгрупп VI и VII групп периодической системы характерно образование анионов бескислородных кислот: Cl-, Br-, I-, S^{2-}. Для анализа анионов большое значение имеют их способность образовывать с катионами труднорастворимые соединения, окислительно-восстановительные свойства, а также свойство некоторых анионов взаимодействовать с кислотами с образованием газообразных продуктов. Единой аналитической классификации анионов, учитывающей все эти свойства, не существует. При анализе нашли применение классификации, основанные на реакциях осаждения, окисления-восстановления и разложения. Классификация анионов по способности давать труднорастворимые соединения связана с использованием в качестве групповых реагентов солей бария и серебра. По этой классификации анионы делят на три аналитические группы.

Классификация анионов, основанная на реакциях осаждения

Группа	Анионы	Групповой реактив	Характеристика группы
1	SO_4^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, $C_2O_4^{2-}$, $B_4O_7^{2-}$, AsO_4^{3-}, AsO_3^{3-}, $Cr_2O_7^{2-}$.	$BaCl_2$ в нейтральной или слабощелочной среде	Соли бария и серебра нерастворимы в воде, но растворимы в HNO_3, HCl (за исключением $BaSO_4$)
2	Cl^-, Br^-, I^-, S^{2-}, NCS^-	$AgNO_3$ в присутствии 2M HNO_3	Соли бария растворимы, а соли серебра нераствори-мы в воде и HNO_3

3	NO_3^-, NO_2^-, $CH3COO^-$, MnO_4^-	-	Соли бария и серебра не-растворимы в воде

По окислительно-восстановительным свойствам анионы также можно разделить на три группы. По этой классификации групповыми реактивами являются окислители или восстановители, у которых окисленная или восстановительная форма окрашена.

Групповым реактивом на анионы-окислители обычно служит KI в кислой среде, который окисляется с выделением свободного иода.

Групповым реактивом на анионы-восстановители Cl^-, Br^-, I^-, $C_2O_4^{2-}$, S^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, (NO_2^-) выбран $KMnO_4$ в сернокислой среде, который восстанавливается при этом до Mn^{2+} и, следовательно, обесцвечивается. В данных условиях в эту группу попадает и NO_2^-, проявляющий восстановительные свойства.

Используя в качестве группового реактива разбавленный раствор I_2 в нейтральной или слабокислой среде можно обнаружить лишь самые сильные восстановители (S^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$), обесцвечивающие бурую окраску иода.

Классификация анионов по их окислительно-восстановительным свойствам

Группа	*Анионы*	*Характеристика группы*	*Групповой реактив*
I	*NO_3^-, NO_2^-, $Cr_2O_7^{2-}$, MnO_4^-, AsO_4^{3-}	Окислители	$KI + H_2SO_4$
II	**Cl^-, Br^-, I^-, ***$C_2O_4^{2-}$, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, S^{2-}, (NO_2^-), AsO_3^{3-}	Восстановители	$KMnO_4 + H_2SO_4$
	S^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$		$I_2 + H_2SO_4$ + крахмал
III	CO_3^{2-}, SO_4^{2-}, PO_4^{3-}, $B_4O_7^{2-}$, CH_3COO^-	Индифферентные	-

*NO_3^- - ион в слабокислой среде практически не взаимодействует с KJ.

**Cl^- - ион взаимодействует с $KMnO_4$ очень медленно.

***$C_2O_4^{2-}$ - ион обесцвечивает $KMnO_4$ при нагревании.

Как видно, эта классификация достаточно условна, зависит от условий проведения реакции и выбора группового реактива.

Классификация анионов по летучести и прочности свободных кислот основана на использовании в ходе анализа реакций взаимодействия солей с различными кислотами. Некоторые анионы при подкислении дают летучие (H_2S, CH_3COOH) или непрочные свободные кислоты, которые разлагаются с образованием летучих оксидов (CO_2, SO_2, NO_2).

В практике анализа чаще используют классификацию анионов, основанную на осаждении их солями бария и серебра. Но в предварительных испытаниях при обнаружении и удалении

отдельных анионов широко применяют окислительно-восстановительные реакции и реакции, сопровождающиеся выделением газоообразных продуктов.

Для анионов характерно большое разнообразие свойств. Если анализ катионов обычно проводят систематическим методом, то при анализе анионов систематический метод мало приемлем, так как разделение анионов на аналитические группы неполное и многократная обработка пробы различными реактивами приводит к загрязнению ее примесями. Значительную часть анионов открывают дробным методом и лишь обнаружение некоторых анионов требует систематического хода анализа.

Групповые реактивы на анионы в отличие от групповых реактивов на катионы предназначены не для разделения отдельных групп, а для их обнаружения. Это позволяет в случае отрицательной реакции с групповым реактивом не проводить анализ пробы на присутствие анионов данной группы.

Характерной особенностью обнаружения анионов является система предварительных проб. Особое значение имеет подготовка вещества к анализу. Приготовление раствора из исходной смеси может вызвать ряд осложнений для последующего анализа. Так, при растворении смеси в кислотах могут быть потеряны некоторые анионы (SO_3^{2-}, CO_3^{2-} и др.).

Оборудование и материалы:

Реактивы, необходимые для данной работы, выставляют на полки лабораторных столов. Редкие реактивы, концентрированные кислоты и щёлочи, пахучие вещества (например, сероводород, бромная вода и др.) хранят в вытяжном шкафу.

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

<u>Практическая часть:</u>

<u>Карбонат</u>

Кислоты, в том числе и CH_3COOH, разлагают карбонаты с выделением CO_2:

$CO_3^{2-} + 2H^+ = H_2O + CO_2\uparrow$

Углекислый газ обнаруживают по помутнению известковой или баритовой воды, т. е. насыщенных водных растворов $Ca(OH)_2$ и $Ba(OH)_2$:

$Ca(OH)_2 + CO_2 = CaCO_3\downarrow + H_2O$; $Ba(OH)_2 + CO_2 = BaCO_3\downarrow + H_2O$

При пропускании больших количеств CO_2 осадок может раствориться:

$CaCO_3 + CO_2 + H_2O = Ca(HCO_3)_2$

Обнаружению CO_3^{2-} мешают SO_3^{2-} и $S_2O_3^{2-}$, так как SO_2, выделяющийся при подкислении раствора, образует осадки $CaSO_3$ и $BaSO_3$ с известковой и баритовой водой. Поэтому предварительно окисляют SO_3^{2-} и $S_2O_3^{2-}$ до SO_4^{2-} пероксидом водорода при нагревании.

<u>Выполнение реакции.</u> В пробирку вносят 5-6 капель раствора Na_2CO_3 и 5-6 капель 2 М HCl. Закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная палочка с шариком на конце. На шарик подвешивают каплю известковой или баритовой воды. При нагревании пробирки наблюдается помутнение висящей капли.

Фосфат

1. Магнезиальная смесь (раствор, содержащий $MgCl_2$, NH_4C1 в NH_3) с фосфат-ионом образует белый кристаллический осадок $MgNH_4PO_4 \times 6H_2O$, растворимый в HCl, CH_3COOH, но нерастворимый в NH_3:

$HP0_4^{2-} + Mg^{2+} + NH_3 = MgNH_4PO_4\downarrow$

$MgNH_4PO_4 + 3HC1 = MgCl_2 + NH_4Cl + H_3PO_4$

$MgNH_4PO_4 + 2CH_3COOH = Mg(CH_3COO)_2 + NH_4H_2PO_4$

Арсенат-ион дает аналогичный осадок $MgNH_4AsO_4$.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего фосфат-ионы, прибавляют 4-5 капель раствора магнезиальной смеси и перемешивают. Образуется белый кристаллический осадок.

2. Молибденовая жидкость (раствор $(NH_4)_2MoO_4$ в HNO_3) образует с фосфат-ионом желтый кристаллический осадок 12-молибдофосфата аммония:

$PO_4^{3-} + 3NH_4^+ + 12MoO_4^{2-} + 24H^+ = (NH_4)_3P(Mo_3O_{10})_4 + 12H_2O$

Осадок растворим в избытке фосфата, в щелочах и в NH_3:

$(NH_4)_3P(Mo_3O_{10})_4 + 24NH_3 + 12H_2O = (NH_4)_3PO_4 + 12(NH_4)_2MoO_4$

Мешают SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, S^{2-}, большое количество Cl^-, так как они восстанавливают как молибдат-ион, так и $P(Mo_3O_{10})_4^{3-}$ до молибденовой сини (соединения молибдена низших степеней окисления). Перед обнаружением фосфат-иона восстановители окисляют 6М HNO_3 при кипячении.

Выполнение реакции. К 1-2 каплям раствора, содержащего фосфат-ионы, прибавляют 3-5 капель молибденовой жидкости и слегка нагревают. Образуется желтый кристаллический осадок.

Сульфат

1. Хлорид бария с сульфат-ионом образует белый кристаллический осадок $BaSO_4$, практически нерастворимый в кислотах:

$SO_4^{2-} + Ba^{2+} = BaSO_4\downarrow$

Мешают обнаружению SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$ и смесь SO_3^{2-} и S^{2-}. При подкислении раствора, содержащего $S_2O_3^{2-}$ и смесь SO_3^{2-} и S^{2-}, выделяется белый осадок серы, нерастворимый в кислотах, который можно принять за $BaSO_4$:

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего сульфат-ионы, подкисленного несколькими каплями 2М HCl, добавляют 1-2 капли раствора $BaC1_2$. Образуется белый осадок.

2. Хлорид бария в присутствии $KMnO_4$ образует с SO_4^{2-} изоморфные кристаллы ($BaSO_4$ и $KMnO_4$), окрашенные в розовый или розово-фиолетовый цвет. При добавлении к раствору с осадком восстановителей-H_2O_2, $H_2C_2O_4$, NH_2OH-раствор обеспечивается вследствие восстановления

избытка MnO_4^-, а осадок остается окрашенным. Если к раствору с осадком добавить 3-5 капель эфира, осадок флотируется на границе раздела фаз.

Реакция не специфична для SO_4^{2-}, так как $KMnO_4$ может окислить все серосодержащие анионы (S^{2-}, SCN^-, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$ и др.) до SO_4^{2-}.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего сульфат-ионы, подкисленного 2М HCl, добавляют равный объем 0,002 М $KMnO_4$ и 2-3 капли $BaC1_2$. Нагревают раствор с осадком, центрифугируют и добавляют несколько капель 3%-ного раствора H_2O_2. Раствор обесцвечивается, осадок остается розовым или розово-фиолетовым.

Сульфит

1. Хлорид бария с сульфит-ионом образует белый осадок BaSO3, растворимый в кислотах:

$SO_3^{2-}+Ba^{2+}=BaSO_3\downarrow$

$BaSO_3 + 2H^+ = Ba^{2+} + H_2O + SO_2\uparrow$

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего сульфит-ионы, добавляют 2-3 капли раствора $BaCl_2$. Образуется белый осадок.

2. Минеральные кислоты разлагают как растворимые в воде, так и нерастворимые сульфиты с выделением SO_2, который имеет запах горящей серы, является восстановителем, поэтому обесцвечивает растворы I_2 и $KMnO_4$:

$SO_2 + I_2 + 2H_2O = SO_4^{2-} + 2I^- + 4H^+$

$5SO_2 + 2MnO_4^- + 2H_2O = 5SO_4^{2-}+2Mn^{2+} + 4H^+$

Обнаружению SO_3^{2-} мешают $S_2O_3^{2-}$ и S^{2-}; при подкислении $S_2O_3^{2-}$ также выделяет SO_2; S^{2-} образует H_2S, который обесцвечивает растворы I_2 или $KMnO_4$. При анализе смеси анионов SO_3^{2-} обнаруживают в осадке, полученном при действии на исследуемый раствор нитрата стронция.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего сульфит-ионы, прибавляют 2-3 капли 1М H_2SO_4 и 1-2 капли разбавленного раствора $KMnO_4$. После нагревания раствор $KMnO_4$ обесцвечивается. Вместо $KMnO_4$ можно использовать раствор I_2, к которому добавлено несколько капель крахмала. Наблюдается исчезновение синей окраски.

Тиосульфат

1. Нитрат серебра образует с тиосульфат-ионом белый осадок AgS_2O_3, который постепенно переходит в Ag_2S; осадок быстро желтеет, буреет и становится черным (процесс ускоряется при нагревании):

$Ag_2S_2O_3 + H_2O = Ag_2S + H_2SO_4$

Черный осадок Ag_2S при нагревании растворяется в разбавленной HNO_3:

$3Ag_2S + 8HNO_3 = 6AgNO_3 + 3S + 2NO + 4H_2O$

При анализе смеси анионов $S_2O_3^{2-}$ обнаруживают в растворе после осаждения S^{2-} солями свинца в уксуснокислой среде или кадмия в нейтральной среде.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего тиосульфат-ионы, добавляют 3-5 капель раствора $AgNO_3$, нагревают и перемешивают. Выпавший белый осадок желтеет, буреет и становится черным.

2. Кислоты разлагают тиосульфаты с выделением тиосерной кислоты, которая распадается на SO_2 и S:

$S_2O_3^{2-} + 2H^+ = H_2S_2O_3$

$H_2S_2O_3 = H_2O + S\downarrow + SO_2\uparrow$

В растворе появляется белая муть серы. Этой реакцией можно обнаружить $S_2O_3^{2-}$ в присутствии всех анионов. Не должны одновременно присутствовать SO_3^{2-} и S^{2-}, так как при подкислении идет реакция:

$SO_3^{2-} + 2S^{2-} + 6H^+ = 3S\downarrow + 3H_2O$

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего тиосульфат-ионы, прибавляют 2-3 капли 2М HCl. Раствор мутнеет вследствие выделения серы.

3. Раствор иода в кислой, нейтральной и слабощелочной (pH<8) средах окисляет $S_2O_3^{2-}$ до тетратионат-иона:

$2S_2O_3^{2-} + I_2 = S_4O_6^{2-} + 2I^-$

Обнаружению $S_2O_3^{2-}$ мешают SO_3^{2-} и S^{2-}.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора 12 прибавляют 1 каплю крахмала, 3-5 капель раствора, содержащего тиосульфат-ионы. Синий раствор обесцвечивается.

Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1.Что необходимо предпринять, если в процессе растворения соли в воде раствор мутнеет?

2.При действии на соль кислоты наблюдается бурное выделение газа.

Присутствие каких анионов можно предполагать в первую очередь?

3.В составе растворимой соли обнаружен катион Ba2+. Какие анионы в составе соли заведомо отсутствуют?

4.При анализе растворимой в воде соли открыт катион Ag+. Какие анионы заведомо отсутствуют?

5. Соль растворима в воде. При действии на ее раствор щелочи образуется гидроксид белого цвета, растворимый как в избытке щелочи, так и в растворе аммиака. Какой катион входит в состав соли?

6. Соль растворима в воде. При действии на ее раствор HCl и H_2SO_4 выпадают осадки белого цвета. Какой катион входит в состав соли?

7.Водный раствор соли имеет нейтральную реакцию. Какие анионы могут входить в состав соли, если обнаружен катион NH_4^+ ?

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон.

текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 8

Тема: Реакции обнаружения анионов II и III аналитических групп

Цель работы: приобрести навыки обнаружения анионов II и III аналитических групп.

Формируемые компетенции: ПК-4.

Теоретическая часть:

Групповым реагентом является AgNO3, образующий с перечисленными анионами осадки, не растворимые в воде и в разбавленном HNO3.

Аналитические реакции хлорид-иона CL^-

Реакция с нитратом серебра (фармакопейная). Нитрат серебра дает с растворимыми хлоридами белый творожистый осадок AgCl, который полностью растворяется в концентрированном растворе аммиака, аммония карбоната и натрия тиосульфата:

$Cl^- + Ag^+ = AgCl\ (т)$

$AgCl\ (т) + 2NH_3 = [Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^-$

$AgCl\ (т) + 2NH_4^+ + 2CO_3^{2-} = [Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^- + 2HCO^{-3}$

$AgCl\ (т) + 2S_2O_3^{2-} = [Ag(S_2O_3)_2]^{3-} + Cl^-$

При подкислении аммиачных растворов концентрированной HNO_3 вновь выделяется белый осадок AgCl:

$[Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^- + 2H^+ = AgCl\ (т) + 2NH_4^+$

При действии калия йодида из этих растворов выпадает желтый осадок AgI:

$[Ag(NH_3)_2]^+ + I^- = AgI\ (т) + 2NH_3\ (т)$

Аналитические реакции бромид иона Br-

Реакция с нитратом серебра. Ионы серебра дают с бромид-ионами бледно-желтый осадок AgBr, не растворимый в HNO3, плохо растворимый в концентрированном растворе аммиака, практически не растворимый в карбонате аммония, но хорошо растворяющийся в растворе $Na_2S_2O_3$:

$Br^- + Ag^+ = AgBr$ (т)

$AgBr$ (т) $+ 2S_2O_3^{2-} = [Ag(S_2O_3)_2]_3 + Br^-$

Реакция с хлорной водой и другими окислителями (фармакопейная). Хлорная вода, $KMnO_4$, $KBrO_3$ и другие окислители в кислой среде окисляют бромид-ионы до свободного брома:

$2Br^- + Cl_2 = Br_2 + 2Cl^-$

$5Br^- + BrO_3^- = 3Br_2 + 3H_2O$

Свободный бром хорошо экстрагируется из водного раствора хлороформом или бензолом, окрашивая органический слой в желто-коричневый цвет. Проведению реакции мешают ионы S^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$.

Аналитические реакции йодид-иона I-

Реакция с нитратом серебра (фармакопейная). Нитрат серебра дает с калия йодидом желтый осадок AgI, не растворимый в HNO_3 и в аммиаке, но растворяющийся в растворе $Na_2S_2O_3$. Добавление избытка KI также вызывает растворение осадка:

$I^- + Ag^+ = AgI$ (т)

Реакция с хлорной водой и другими окислителями. Хлорная вода, ионы MnO_4^-, Fe^{3+}, NO_2^- окисляют йодид-ионы в кислой среде до свободного йода:

$2I^- + Cl_2 = I_2 + 2Cl^-$

$2I^- + 2Fe^{3+} = I_2 + 2Fe^{2+}$

Свободный йод хорошо экстрагируется хлороформом или бензолом, окрашивая органический растворитель в фиолетовый цвет. Избыток хлорной воды окисляет свободный йод до йодноватой кислоты:

$I_2 + 5Cl_2 + 6H_2O = 2HIO_3 + 10HCl$

Йодкрахмальная реакция. Свободный йод окрашивает раствор крахмала в ярко-синий цвет. Реакция специфична и очень чувствительна.

Аналитические реакции тиоцианат-иона SCN-

Реакция с нитратом серебра. Нитрат серебра с калия или тиоцианатом аммония дает белый творожистый осадок AgSCN, не растворимый в минеральных кислотах и $(NH_4)_2CO_3$, но растворяющийся в аммиаке, растворах $Na_2S_2O_3$, KCN и в избытке NH_4SCN с образованием комплексных соединений серебра, например:

$SCN^- + Ag^+ = AgSCN$ (т)

$AgSCN$ (т) $+ 3SCN^- = [Ag(SCN)_4]^{3-}$

Реакция с солями кобальта (II). Тиоцианат-ионы в насыщенном растворе образуют с катионами кобальта (II) комплексный ион $[Co(SCN)_4]^{2-}$, экстрагирующийся амиловым спиртом с интенсивным синим окрашиванием органического слоя:

$4SCN^- + Co2+ = [Co(SCN)_4]^{2-}$

Реакция с солями железа (III). Ионы железа (III) с тиоцианатом в кислых растворах дают красную или розовую окраску вследствие образования комплексного иона железа (III):

$SCN^- + Fe^{3+} = [Fe(SCN)]^{2+}$

$[Fe(SCN)]^{2+} + SCN^- = [Fe(SCN)_2]^+$ и т.д. до $[Fe(SCN)_6]^{3+}$

Образующийся комплекс хорошо экстрагируется эфиром и амиловым спиртом. Протеканию реакции мешают анионы S^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, $C_2O_4^{2-}$, I^-, PO_4^{3-}.

Аналитические реакции сульфид-иона S^{2-}

Реакция с нитратом серебра. Нитрат серебра с сульфидом натрия или аммония образует черный осадок Ag2S, не растворимый в аммиаке, но растворяющийся в 2н HNO_3 при нагревании.

Реакция с сильными кислотами. Сильные кислоты (H_2SO_4, HCl) при действии на сульфиды выделяют сероводород H_2S:

$S^{2-} + 2H+ = H_2S$

который обнаруживают по запаху и по почернению фильтровальной бумаги, смоченной раствором свинца ацетата:

$H_2S + Pb^{2+} = PbS$ (т) + 2H+

Аналитические реакции анионов iii группы (NO_2^-, NO_3^-, $CH3COO^-$)

Группового реагента нет.

Оборудование и материалы:

Реактивы, необходимые для данной работы, выставляют на полки лабораторных столов. Редкие реактивы, концентрированные кислоты и щёлочи, пахучие вещества (например, сероводород, бромная вода и др.) хранят в вытяжном шкафу.

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

Практическая часть:

Вторая группа анионов

Сульфид

1. Нитрат серебра образует с сульфид-ионом черный осадок Ag_2S, нерастворимый в NH_3, $Na_2S_2O_3$ и KCN, но растворимый при нагревании в 2M HNO_3:

$S^{2-} + 2Ag^+ = Ag_2S\downarrow$; $3Ag_2S + 8HNO_3 = 6AgNO_3 + 3S + 2NO + 4H_2O$

Обнаружить S^{2-} по образованию черного осадка Ag_2S можно в присутствии всех анионов.

Выполнение реакции. К 1-2 каплям раствора, содержащего сульфид-ионы, прибавляют 1-2 капли раствора $AgNO_3$. Образуется черный осадок.

2. Гидроксокомплекс $Pb(OH)_4^{2-}$ образует с сульфид-ионом черный осадок PbS, растворимый при нагревании в 2M HNO_3:

$S^{2-} + Pb(OH)_4^{2-} = PbS\downarrow + 4OH^-$

$3PbS + 8HNO_3 = 3Pb(NO_3)_2 + 3S + 2NO + 4H_2O$

Раствор $Pb(OH)_4^{2-}$ получают действием избытка NaOH на раствор соли свинца:

$Pb^{2+} + 2OH^- = Pb(OH)_2\downarrow$

$Pb(OH)_2 + 2OH^- = Pb(OH)_4^{2-}$

По образованию черного осадка PbS можно обнаружить S^{2-} в присутствии всех анионов.

Выполнение реакции. На фильтровальную бумагу наносят каплю раствора $Pb(OH)_4^{2-}$ и на нее каплю раствора, содержащего S^{2-}. Пятно становится черным или темно-бурым.

3. Разбавленные кислоты (H_2SO_4 или HCl) разлагают как растворимые, так и многие малорастворимые в воде сульфиды с выделением H_2S, который можно обнаружить по характерному запаху тухлых яиц или по почернению фильтровальной бумаги, смоченной раствором ацетата свинца или гидроксокомплекса свинца.

Выполнение реакции. В газовую камеру помещают несколько капель раствора, содержащего сульфид-ионы, или небольшое количество твердого сульфида, добавляют несколько капель 2M HCl или 1M H_2SO_4. Закрывают камеру стеклом, к которому прикреплена фильтровальная бумага, смоченная раствором ацетата свинца или гидроксокомплекса свинца. Бумага чернеет.

4. Соли кадмия образуют с сульфид-ионом желтый осадок CdS, растворимый в концентрированной HCl или разбавленной HNO_3:

$S^{2-} + Cd^{2+} = CdS\downarrow$

$CdS + 4HC1 = H_2CdCl_4 + H_2S\uparrow$

$3CdS + 8HNO_3 = 3Cd(NO_3)_2 + 3S + 2NO + 4H_2O$

Можно обнаружить сульфид-ион в присутствии всех анионов. Осаждение S^{2-} в виде CdS используют для отделения S^{2-} от других серосодержащих анионов. Лучше применять для осаждения S^{2-} малорастворимую соль кадмия - $CdCO_3$, тогда SO_3^{2-} останется в растворе.

Выполнение реакции. К 1-2 каплям раствора, содержащего сульфид-ионы, прибавляют 1-2 капли раствора $CdSO_4$, $CdCl_2$ или небольшое количество $CdCO_3$. Образуется желтый осадок. При использовании $CdCO_3$ белый осадок $CdCO_3$ постепенно желтеет.

Хлорид

Большинство хлоридов хорошо растворимо в воде. Малорастворимы AgCl, Hg_2Cl_2, РЬС1_2, Cu_2Cl_2, основные хлориды сурьмы, висмута и олова.

1. Нитрат серебра с хлорид-ионом образует белый творожистый осадок AgCl, нерастворимый в HNO_3, но легкорастворимый в NH_3:

$Cl^- + Ag^+ = AgCl\downarrow$

$AgCl + 2NH_3 = Ag(NH_3)_2Cl$

При подкислении раствора, содержащего $Ag(NH_3)_2Cl$, раствором HNO_3 снова выпадает осадок AgCl:

$Ag(NH_3)_2C1 + 2HNO_3 = AgCl\downarrow + 2NH_4NO_3$

Осадок AgCl темнеет не свету вследствие выделения элементного серебра:

$2AgCl = 2Ag + Cl_2\uparrow$

С ионами SCN^-, Br^-, I^- и IO_3^- нитрат серебра также образует малорастворимые осадки AgSCN, AgBr, AgI и $AgIO_3$. В отличие от AgCl осадок $AgIO_3$ растворим в HNO_3 и H_2SO_4. Отличие AgSCN, AgBr и AgI от AgCl - нерастворимость их в растворе карбоната аммония.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего хлорид-ионы, добавляют 2-3 капли раствора $AgNO_3$. Образуется белый творожистый осадок.

Бромид

1. Нитрат серебра образует с бромид-ионом бледно-желтый осадок AgBr, нерастворимый в HNO_3, малорастворимый в NH_3, практически нерастворимый в $(NH_4)_2CO_3$, хорошо растворимый в KCN и $Na_2S_2O_3$.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего бромид-ионы, добавляют 2-3 капли раствора $AgNO_3$. Образуется бледно-желтый осадок. Окраска осадка зависит от размеров частиц. Часто осадок получается белым.

2. Хлорная вода (водный раствор $C1_2$) окисляет Br^- до Br_2:

$2Br^- + Cl_2 = Br_2 + 2Cl^-$

Раствор буреет вследствие выделения свободного Br_2. Органические растворители - $CHC1_3$, CCl_4, C_6H_6 экстрагируют Br_2 с образованием растворов, окрашенных в оранжевый цвет.

Обнаружению Br^- мешают сильные восстановители - SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$ и S^{2-}. При анализе смеси анионов обнаруживают Br^- в осадке, полученном при действии на испытуемый раствор $AgNO_3$.

Выполнение реакции. К 1-2 каплям раствора, содержащего бромид-ионы, прибавляют 2-3 капли 1М H_2SO_4 и 1-2 капли хлорной воды; раствор буреет. Добавляют несколько капель $CHC1_3$, CCl_4, C_6H_6 и встряхивают. Слой органического растворителя окрашивается в оранжевый цвет.

Иодид

1. Нитрат серебра образует с иодид-ионом желтый осадок AgI, нерастворимый в HNO_3, NH_3, $(NH_4)_2CO_3$, но хорошо растворимый в KCN и $Na_2S_2O_3$.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего иодид-ионы, добавляют 2-3 капли раствора $AgNO_3$. Образуется желтый осадок.

2. Хлорная вода окисляет I^- до I_2. При этом раствор буреет, а при добавлении крахмала синеет. Органические растворители ($CHC1_3$, $CC1_4$, C_6H_6) экстрагируют I_2, окрашиваясь в фиолетово-розовый цвет:

$2I^- + Cl_2 = 2Cl^- + I_2$

При дальнейшем добавлении хлорной воды окраска исчезает, так как I_2 окисляется до иодат-иона:

Обнаружению I^- мешают сильные восстановители - SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$ и S^{2-}. При анализе смеси анионов I^- обнаруживают в осадке, полученном при действии на испытуемый раствор $AgNO_3$.

Выполнение реакции. К 1-2 каплям раствора, содержащего иодид-ионы, добавляют 2-3 капли 1М H_2SO_4, 1-2 капли хлорной воды и 1-2 капли раствора крахмала. Появляется синее окрашивание. Вместо крахмала можно добавить несколько капель $CHC1_3$, $CC1_4$ или C_6H_6 и встряхнуть. Слой органического растворителя окрашивается в фиолетово-розовый цвет.

3. Нитрит калия (натрия) в серно-, соляно- или уксуснокислой среде окисляет I^- до I_2:

$2I^- + 2NO_2^- + 4H^+ = I_2 + 2NO + 2H_2O$

В этих условиях Вг- не окисляется нитритом. Обнаружению I^- мешают SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$ и S^{2-}.

Выполнение реакции. 1) На фильтровальную бумагу наносят последовательно по 1 капле растворов крахмала, 2М CH_3COOH, иодида и KNO_2. Появляется синее пятно или кольцо.

2) К 2-3 каплям раствора KI прибавляют 1-2 капли 1М HCl, H_2SO_4 или CH_3COOH, 2-3 капли раствора KNO_2 или $NaNO_2$, несколько капель бензола и встряхивают. Слой бензола окрашивается в фиолетово-розовый цвет. Вместо бензола можно добавить 1-2 капли раствора крахмала. Появляется синяя окраска.

Тиоцианат

1. Нитрат серебра образует с тиоцианат-ионом белый осадок AgSCN, нерастворимый в разбавленной HNO_3, $(NH_4)_2CO_3$, слаборастворимый в NH_3:

$SCN^- + Ag^+ = AgSCN\downarrow$

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора, содержащего тиоцианат-ионы, прибавляют 2-3 капли раствора $AgNO_3$. Образуется белый осадок.

2. Соли железа (III) образуют с тиоцианат-ионом комплексы темно-красного цвета $Fe(SCN)_n^{(3-n)+}$, где n = 1-6, которые экстрагируются органическими растворителями (амиловый спирт, диэтиловый эфир).

Мешают щавелевая, винная и лимонная кислоты, PO_4^{3-} и F^-, так как они связывают Fe(III) в устойчивые комплексы; CH_3COO^- (образует с Fe(III) ацетатный комплекс красного цвета); I^- (окисляется Fe(III) до I_2, при этом раствор буреет).

При анализе смеси анионов SCN^- обнаруживают в осадке, полученном при действии на испытуемый раствор $AgNO_3$.

Выполнение реакции. К 1-2 каплям раствора, содержащего тиоцианат-ионы, прибавляют 1-2 капли 1М H_2SO_4 и 1-2 капли раствора $FeCl_3$. Появляется темно-красная окраска. Если окраска раствора розовая (что говорит о малой концентрации SCN^-), прибавляют 8-10 капель амилового спирта или диэтилового эфира и встряхивают. Слой органического растворителя окрашивается в красный цвет.

Третья группа анионов

Нитрат

1. Сульфат железа (II) в присутствии концентрированной H_2SO_4 восстанавливает NO_3^- до NO, который с избытком Fe(II) образует комплексное соединение $Fe(H_2O)_5NO^{2+}$ бурого цвета:

$6Fe^{2+} + 2HNO_3 + 6H^+ = 6Fe^{3+} + 2NO + 4H_2O$

$Fe(H_2O)_6^{2+} + NO = Fe(H_2O)_5NO^{2+} + H_2O$

Этой реакцией можно обнаружить NO_3- после осаждения анионов I и II групп и в отсутствие NO_2^- и $C1O_3^-$.

Выполнение реакции. На стеклянную пластинку помещают каплю раствора, содержащего нитрат-ионы, кристаллик $FeSO_4$ и осторожно каплю концентрированной H_2SO_4. Стараются не перемешивать раствор. Вокруг кристаллика образуется бурое кольцо.

2. Металлический алюминий в сильнощелочной среде восстанавливает NO_3^- до NH_3, который можно обнаружить по посинению влажной красной лакмусовой бумаги или покраснению бумаги, смоченной раствором фенолфталеина:

$3NO_3^- + 8A1 + 5OH^- + 18H_2O = 3NH_3 + 8A1(OH)_4^-$

Мешают NH_4^+ и все анионы, содержащие азот (NO_3^-, SCN^-). Можно удалить NH_4^+ кипячением с раствором щелочи.

Выполнение реакции. К 3-4 каплям раствора, содержащего нитрат-ионы, прибавляют несколько капель 2М NaOH и 1-2 кусочка металлического Al. Пробирку закрывают не очень плотно ватой, поверх которой помещают влажную красную лакмусовую бумагу и нагревают на водяной бане. Лакмусовая бумага синеет.

3. Дифениламин окисляется HNO_3 вначале в бесцветный N,N'-дифенилбензидин, затем дифенилбензидин фиолетовый.

Перед обнаружением NO_3^- все окислители (анионы и катионы), кроме NO_2^-, можно восстановить сульфитом в кислой среде. Мешают большие количества I^-, так как окисляются до I_2 в кислых средах, при этом появляется бурая окраска.

Выполнение реакции. На стеклянную пластинку помещают 2-3 капли раствора дифениламина в концентрированной H_2SO_4 и 1-2 капли раствора, содержащего нитрат-ионы. Появляется интенсивная синяя окраска.

Нитрит

1. Иодид калия в разбавленных HCl, H_2SO_4 или уксуснокислой среде окисляется нитритом до I_2:

$2NO_2^- + 2I^- + 4H^+ = I_2 + 2NO + 2H_2O$

При анализе смеси анионов обнаруживают NO_2^- после осаждения анионов I и II групп и в отсутствие $C1O_3^-$. Реакцию можно проводить в пробирке и капельным методом.

Выполнение реакции. 1) К 2-3 каплям раствора, содержащего нитрит-ионы, добавляют 1-2 капли 2М HCl или CH_3COOH и 2-3 капли раствора KI. Раствор буреет вследствие выделения I_2. При добавлении 1-2 капель раствора крахмала появляется темно-синяя окраска.

2. Перманганат калия в сернокислой среде окисляет NO_2^- до NO_3^-:

$5NO_2^- + 2MnO_4^- + 6H^+ = 5NO_3^- + 2Mn^{2+} + 3H_2O$

При этом раствор $KMnO_4$ обесцвечивается. Мешают восстановители (SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, S^{2-}, NCS^-, I^-, Br^-) и большие количества Cl^-. При анализе смеси анионов обнаруживают NO_2^- после осаждения анионов I и II групп.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора $KMnO_4$ прибавляют 2-3 капли 1М H_2SO_4, несколько капель раствора, содержащего нитрит-ионы, и слегка подогревают. Раствор обесцвечивается.

Ацетат

1. Твердые гидросульфат калия или натрия при растирании с твердыми ацетатами выделяют летучую CH_3COOH, которую обнаруживают по запаху:

$CH_3COO^- + HSO_4^- = CH_3COOH\uparrow + SO_4^-$

Обнаружению CH_3COO^- мешают большие количества Cl^-, Br^-, I^-, SO_3^{2-} и $S_2O_3^{2-}$, которые при растирании с $KHSO_4$ или $NaHSO_4$ образуют HCl, Br_2, I_2 или SO_2, имеющие острый запах. В таком случае CH_3COO^- обнаруживают после осаждения этих анионов групповыми реагентами.

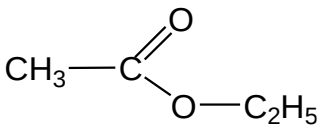
Выполнение реакции. В маленькую ступку помещают сухой остаток, полученный после выпаривания раствора, содержащего CH_3COO^-, добавляют твердый $KHSO_4$, хорошо перемешивают и растирают пестиком. Появляется запах CH_3COOH.

2. Хлорид железа (III) образует с CH_3COO^- в нейтральной среде растворимое в воде комплексное соединение красно-бурого цвета $Fe_3(OH)_2(CH_3COO)_6^+$, которое при разбавлении водой и нагревании разрушается с образованием осадка основного ацетата $Fe_3O(CH_3COO)_6OH$.

Обнаружению CH_3COO^- мешают анионы, которые дают с ионами Fe(III) малорастворимые соединения - CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, S^{2-} и др. При анализе смеси анионов CH_3COO^- обнаруживают в растворе после осаждения анионов I и II групп.

Выполнение реакции. К 1-2 каплям раствора (pH=7), содержащего CH_3COO^-, прибавляют 2-3 капли раствора $FeC1_3$ и нагревают на водяной бане. Появляется красно-бурая окраска.

3. Этанол в присутствии концентрированной H_2SO_4 образует с CH_3COOH уксусноэтиловый эфир, обладающий характерным приятным запахом:

$CH_3COOH + C_2H_5OH =$ 

Мешают Cl^-, Br^-, I^-, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, S^{2-}, так как при действии концентрированной H_2SO_4 выделяются газы с острым запахом. При анализе смеси анионов после осаждения анионов I и II групп обнаруживают CH_3COO^-.

Выполнение реакции. К нескольким каплям раствора, содержащего CH_3COO^-, прибавляют по 3-4 капли этанола, концентрированной H_2SO_4 и нагревают. Затем выливают содержимое пробирки в стакан с холодной водой. Появляется запах уксусноэтилового эфира.

Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1. Могут ли в растворе находиться следующие пары ионов а) MnO_4^- и NO_2^-; б) NO_3^- и S^{2-}
2. Какие анионы при действии минеральных кислот дают летучие соединения?
3. Напишите уравнения реакций обнаружения ацетата иона
4. Напишите уравнения реакций обнаружения ионов NO_2^- и NO_3^-.
5. При открытии каких анионов используют экстракцию?

6. Что произойдет, если к хлороформному экстракту йода прибавить избыток хлорной воды? Напишите уравнение соответствующей реакции.

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Лабораторная работа № 9

Тема: Анализ смеси веществ неизвестного состава

Цель работы: приобрести навыки разделения смеси катионов и анионов

Формируемые компетенции: ПК-4.

Теоретическая часть:

Получив образец вещества, проводят предварительные наблюдения и испытания: исследуют цвет образца, растворимость в различных растворителях, поведение при внесении в пламя горелки, нагревании в пробирке, запах, форму и цвет кристаллов, однородность состава. Прежде всего, рассматривают небольшую пробу сухого вещества невооруженным глазом и под микроскопом. Однородные бесцветные или белые кристаллы свидетельствуют об отсутствии в

пробе окрашенных катионов и анионов, синие указывают на возможное присутствие солей меди, розовые - кобальта и марганца (II), зеленые - железа (II), никеля (II), меди (II), желтые - железа (III), хроматов, оранжевые - дихроматов. Поведение образца в пламени исследуют, внося небольшое его количество в петле платиновой проволоки в пламя горелки. Обугливание и сгорание пробы говорит о присутствии органических веществ, мгновенное улетучивание - солей аммония, окрашивание пламени - катионов, обладающих этим свойством.

Далее проводят нагревание пробы в пробирке. Возгонка пробы в верхнюю часть пробирки свидетельствует о присутствии солей аммония и некоторых органических соединений. Если при нагревании выделяются пары жидкости, которые конденсируются в верхней части пробирки, их испытывают на реакцию среды с помощью индикаторных бумажек. Кислая реакция среды указывает на присутствие сильных кислот и их солей со слабыми основаниями, щелочная - щелочей и солей слабых кислот и сильных оснований.

Если при добавлении кислот к анализируемой пробе выделяются газы, то по характеру газа можно определить анион, входящий в состав вещества.

Если проба растворима в воде, ценные сведения о ее составе может дать реакция среды. Кислая реакция среды указывает на присутствие свободных кислот, солей сильных кислот и слабых оснований, кислых солей. Щелочная реакция говорит о присутствии щелочей, солей сильных оснований и слабых кислот, основных солей.

Характеристика газов, выделяющихся из пробы при добавлении кислот

Газ	Способ обнаружения	Анион, содержащийся в растворе
CO_2	Помутнение известковой воды	CO_3^{2-}, HCO_3^-
SO_2	Запах горящей серы	SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$
NO_2	Красно-бурые пары	NO_2^-
H_2S	Запах тухлых яиц	S^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$
CH_3COOH	Запах уксуса	CH_3COO^-
Br_2	Красно-бурые пары	Br^- (с окислителем)
HCl	Удушливый газ, помутнение раствора $AgNO_3$	Cl^-
I_2	Фиолетовые пары	I^- (с окислителем)
O_2	Вспыхивание тлеющей лучины	MnO_4^-, ClO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$, CrO_4^{2-}, H_2O_2

<u>Оборудование и материалы:</u>

Реактивы, необходимые для данной работы, выставляют на полки лабораторных столов. Редкие реактивы, концентрированные кислоты и щёлочи, пахучие вещества (например, сероводород, бромная вода и др.) хранят в вытяжном шкафу.

Основная химическая посуда: пробирки (в штативе), колбы, химические стаканы после работы тщательно вымыть; весы с разновесом, приборы, используемая для проведения отдельных лабораторных работ, выдается и сдается чистая лаборанту.

Техника безопасности при выполнении лабораторной работы:

-аккуратно обращаться со стеклянной химической посудой. остатки разбитой посуды убирать с помощью совка и щётки;

-все работы, связанные с выделением ядовитых, летучих и неприятнопахнущих веществ, проводить в вытяжном шкафу;

-при определении запаха веществ отверстие сосуда держать на расстоянии 25-30 см от лица, направляя к себе струю газа поступательными движениями ладони от отверстия к лицу;

-при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежание попадания брызг или частиц на лицо или одежду. при разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, но не наоборот;

-при нагревании пробирки не держать её отверстием к себе или в сторону соседа. не наклоняться над нагреваемой жидкостью во избежание попадания её на лицо, руки или одежду;

-горячие предметы можно ставить только на асбестовый картон, асбестированную сетку или другую специальную подставку;

-нельзя пользоваться электроприборами без соответствующего инструктажа. при включении их в сеть нельзя держаться за металлические предметы (трубы, краны и т.п.). запрещается включать и выключать электроприборы мокрыми руками, а также пользоваться неисправными или имеющими оголённые провода приборами;

-запрещается принимать пищу в химической лаборатории и пить воду из лабораторной посуды. --категорически запрещается пробовать реактивы на вкус;

-при попадании на лицо или руки брызг концентрированных кислот после смывания водой промыть слабым раствором соды. щёлочь следует смывать до тех пор, пока участок кожи, на который она попала, не перестанет быть скользким; затем промыть слабым раствором уксусной кислоты и наложить повязку из ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия (из аптечки в лаборантской кафедры);

-по окончании работы выключить из сети все электроприборы, перекрыть подачу газа и воды в лабораторию и убрать рабочее место;

-обо всех несчастных случаях немедленно сообщать преподавателю или лаборанту.

Практическая часть:

Растворимость вещества определяют, деля образец на три части. Первую испытывают на катионы, вторую - на анионы, третью используют для проверочных опытов. Небольшое количество образца обрабатывают водой. Если в воде образец полностью не растворяется, воду

подогревают. При нерастворимости пробы в воде к ней добавляют 2 н. соляную кислоту, при нерастворимости в HCl пытаются растворить в 2 н. азотной кислоте, концентрированной азотной, соляной кислоте, «царской водке», растворе аммиака.

Нерастворимость в кислотах и «царской водке» может указывать на присутствие $BaSO_4$, $SrSO_4$, $PbSO_4$, AgCl, AgBr, AgI, $A1_2O_3$, Cr_2O_3, SiO_2, силикатов. Их переводят в растворимое состояние сплавлением со щелочами, карбонатами или гидросульфатами щелочных металлов. Но может быть так, что часть пробы растворима в воде, часть в кислотах, часть - в концентрированных кислотах и т. д. В этом случае целесообразно провести дробное растворение пробы и получить ряд фракций - растворов, содержащих различные катионы и анионы.

Растворимость некоторых соединений

Растворимость	Могут присутствовать	Растворимость	Отсутствуют
Нерастворимы в кислотах и «царской водке»	AgCl, AgBr, AgI, $BaSO_4$, $SrSO_4$, $PbSO_4$, $A1_2O_3$, SiO_2	Растворимы в HC1 Растворимы в H_2SO_4 Растворимы в воде	Ag^+, Hg_2^{2+}, Pb^{2+} Ca^{2+}, Pb^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}
Нерастворимы в HCl	AgCl, Hg_2Cl_2, $PbCl_2$, PbS, Ag_2S, CoS, NiS, $BaSO_4$, $SrSO_4$, $PbSO_4$, Sb_2O_5, SnO_2		Карбонаты, фосфаты, сульфаты, силикаты катионов III- VI групп

Проведение качественного анализа дробным
и систематическим методами

Установив подходящий растворитель, готовят растворы для анализа на катионы и анионы, нейтрализуют растворы $NaHCO_3$ или HCl и приступают к анализу. В полученном растворе обнаруживают с помощью групповых реактивов катионы различных групп, используя ту или иную классификацию или отдельные общие реактивы. Если при добавлении к части раствора (по кислотно-основной классификации) карбоната натрия осадок не образуется, то в растворе могут присутствовать только катионы I аналитической группы (Na^+, K^+, NH_4^+). Если карбонат натрия образует осадок, то в растворе могут присутствовать катионы всех остальных групп и лития. Катионы остальных групп обнаруживают, применив схемы разделения.

Данные о присутствии катионов в растворе упрощают открытие анионов. Зная растворимость солей, по катиону можно определить анионы, с которыми может быть образована соль. Например, если соль растворима в разбавленных кислотах, а в растворе обнаружен Mg^{2+}, то анионом может быть CO_3^{2-}, OH^-, $C_2O_4^{2-}$. Затем проводят испытание на присутствие отдельных групп анионов. Образованна осадка с раствором хлорида бария говорит о присутствии анионов I аналитической группы, с раствором нитрата серебра – анионов II аналитической группы,

отсутствие осадка с $BaCl_2$ и $AgNO_3$ - анионов III аналитической группы. Отдельные анионы обнаруживают дробными реакциями.

Требования к оформлению лабораторной работы и отчету:

1.Выполнение лабораторных работ сопровождают записями в лабораторном журнале. На титульном листе лабораторного журнала должны быть представлены: название университета, фамилия и инициалы учащегося, номер курса и группы, учебный год.

2.Отчет о выполненной лабораторной работе должен содержать следующие сведения:

•номер работы и её название;

•дату выполнения работы;

•цель работы;

•оборудование м материалы;

•краткое теоретическое описание;

•номер и название опыта;

•краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта;

•рисунки и схемы используемых приборов;

•наблюдения;

•уравнения протекающих реакций;

•расчёты, таблицы, графики;

•выводы.

3.Лабораторный журнал нужно вести чисто и аккуратно, записи должны быть лаконичными.

4.Отчёт о проведённой работе проверяет и подписывает преподаватель.

5.К сдаче зачёта по лабораторному практикуму допускаются студенты, выполнившие и подписавшие у преподавателя все домашние и лабораторные работы, сдавшие коллоквиумы, активно участвовавшие в работе семинаров.

6.Студенты, получившие зачёт по лабораторному практикуму, допускаются к сдаче экзамена по курсу неорганической химии.

Контрольные вопросы :

1. Какие индифферентные анионы можно обнаружить дробным методом при анализе смеси анионов?

2.Почему нельзя открывать карбонат-ион в присутствии сульфит—и тиосульфат-ионов? Напишите уравнения соответствующих реакций.

3.Какой групповой реакцией можно обнаружить сульфид-сульфит-тиосульфат-анионы?

4.Как проводят обнаружение тиосульфат-иона в смеси S-2, SO32- и SO42- -анионов?

5. Как проводят обнаружение карбонат-иона:

а) в отсутствии мешающих анионов?

б) в их присутствии?

6. Как проводят обнаружение оксалат-иона:

а) в отсутствии мешающих анионов?

б) в присутствии мешающих анионов?

7. Как обнаруживают йодид- и бромид-ионы при совместном присутствии?

8. Как проводят обнаружение тиоцианат- и йодид-ионов при совместном присутствии?

Список литературы:

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

3. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

4. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

5. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

6. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
Пятигорский институт (филиал) СКФУ

Методические указания

по организации и проведению самостоятельной работы
по дисциплине: «Физическая, коллоидная и аналитическая химия» для студентов
направления подготовки 19.03.04 Технология продукции и организация
общественного питания
направленность (профиль) Технология и организация ресторанного дела

Пятигорск, 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение
1. Общая характеристика самостоятельной работы обучающегося при изучении дисциплины «Физическая, коллоидная и аналитическая химия»
2. План-график выполнения самостоятельной работы
3. Контрольные точки и виды отчетности по ним
4. Методические рекомендации по изучению теоретического материала
5. Методические указания (по видам работ, предусмотренных рабочей программой дисциплины)
6. Список рекомендуемой литературы

Введение

Дисциплина «Физическая, коллоидная и аналитическая химия» осваивается студентами в течение 180 часов. Часть этого времени отводится на аудиторные формы работы (лекционные и лабораторные занятия), которые организуются непосредственно преподавателем. Часть установленных планом часов отводится для самостоятельной, или внеаудиторной работы.

Под самостоятельной работой студентов понимается планируемая учебная, учебно-исследовательская, а также научно-исследовательская работа студентов, которая выполняется во внеаудиторное время по инициативе студента или по заданию и при методическом руководстве преподавателя, но без его непосредственного участия.

Целью самостоятельной работы является изучение тем, не рассмотренных в течение аудиторных занятий. Задачи самостоятельной работы:

- сформировать и развить навыки ведения самостоятельной работы и овладения методикой исследования при решении разрабатываемых в учебно-научной деятельности проблем и вопросов;

- сформировать и закрепить умение правильно, логически верно, аргументировано и ясно строить устную и письменную речь в рамках научного дискурса.

Выполнение заданий по самостоятельной работе позволяет студенту закрепить знания и приобрести практические навыки в области безопасности жизнедеятельности.

Для достижения высоких результатов усвоения учебного материала по курсу «Физическая, коллоидная и аналитическая химия» бакалаврам необходимо осознанно подходить к выполнению заданий для самостоятельной работы, внимательно ознакомиться с рекомендованной основной и дополнительной литературой.

Бакалаврам необходимо помнить, что целью самостоятельных занятий по дисциплине «Физическая, коллоидная и аналитическая химия» является обобщение и систематизация теоретических знаний, полученных на лекциях и лабораторных занятиях.

В ходе подготовки к занятиям бакалаврам следует учиться точно выражать свои мысли в докладе или выступлении по вопросу, активно отстаивать свою точку зрения, аргументировано возражать, опровергать ошибочную позицию.

1. Общая характеристика самостоятельной работы студента при изучении дисциплины «Физическая, коллоидная и аналитическая химия»

Самостоятельная работа студентов при изучении дисциплины «Физическая, коллоидная и аналитическая химия» предусматривает следующие виды: самостоятельное изучение литературы по темам № 1-18; подготовка к лабораторным занятиям.

Самостоятельная работа – это работа студентов по усвоению обязательной и свободно получаемой информации по самообразованию. Такая форма обучения приобретает в настоящее время актуальность и значимость. Её функцией является обеспечение хорошего качества усвоения знаний, умений, навыков и профессиональных компетенций студентами по изучаемой дисциплине. В качестве форм и методов внеаудиторной работы студентов является самостоятельная работа в библиотеке, конспектирование, работа со специальными словарями и справочниками, расширение понятийно-терминологического аппарата.

Целью самостоятельного изучения литературы по темам дисциплины является подготовка к собеседованию с преподавателем по темам теоретического материала, задачей-конспектирование студентом тем дисциплины.

Формируемые компетенции данными видами деятельности:

Планируемые результаты обучения по дисциплине (модуля), характеризующие этапы формирования компетенций	Формируемые компетенции
Способен определять и анализировать свойства сырья, полуфабрикатов и продовольственных товаров, влияющие на оптимизацию технологического процесса, качество и безопасность готовой продукции, эффективность и надежность процессов производства	ПК-4

Независимо от вида самостоятельной работы, критериями положительной самостоятельной работы могут считаться:

а) умение проводить анализ;

б) умение выделить главное (в том числе, умение ранжировать проблемы);

в) самостоятельность в поиске и изучении литературы, т.е. способность обобщать материал не только из лекций, но и из разных прочитанных и изученных источников;

г) умение использовать собственные примеры и наблюдения;

д) заинтересованность в предмете;

е) умение показать место данного вопроса в общей структуре курса, его связь с другими вопросами культуры речи;

ж) умение применять свои знания для ответа на вопросы.

Критерии оценивания самостоятельной работы студента приведены в Фонде оценочных средств по дисциплине «Физическая, коллоидная и аналитическая химия».

2. Методические рекомендации по изучению теоретического материала

При работе с литературными источниками важно уметь правильно читать, понимать и запоминать прочитанное. Для понимания сложного текста важно не только быть внимательным при чтении, иметь знания и уметь их применять, но и владеть определенными мыслительными приемами. Один из них состоит в крайне важности воспринимать не отдельные слова, а предложения и даже целые группы предложений, т. е. абзацы.

При работе с литературой используются выписки (обязательное условие выписок – точное указание источника и места, откуда это выписано). Целесообразно выписки делать на карточках, что облегчает их хранение и использование. При заполнении карточек следует учитывать, что два самостоятельных вопроса заносить на одну карточку нельзя, т.к. это затруднит их классификацию и хранение. Карточка должна содержать обозначение ее содержания, номер или шифр, указывающий ее место в карточке, дату заполнения, библиографические данные. Записи на карточке следует располагать на одной стороне, они должны быть четкими и достаточно полными. При выписывании цитат крайне важно сохранять абсолютную точность при передачи мыслей автора, ставить их в кавычки. Пропуски в цитате допускаются (отмечаются многоточием), но они не должны изменять смысла высказывания. Цитата обязательно должна быть снабжена указанием источника.

В процессе работы над изучаемым материалом составляется план в целях более четкого выявлении структуры текста, записи системы, в которой излагает материал данный автор, подготовки к выступлению, а также для написания какой-либо работы, записи своих мыслей

с новой систематизацией материала. В плане могут встречаться отдельные цифры и другие фактические сведения, которые хотя и не являются собственно планом, но помогают в будущем его использовании (к примеру, при выступлении).

При изучении теоретического материала требуется составление конспекта.

Конспект – это краткая письменная запись содержания статьи, книги, лекции, предназначенные для последующего восстановления информации с различной степенью полноты.

Конспект – это систематическая, логически связная запись, объединяющая план, выписки, тезисы или, по крайней мере, два из этих типов записи. Исходя из определения, выписки с отдельными пунктами плана, если в целом они не отражают логики произведения, если между отдельными частями записи нет смысловой связи, – это не конспект. В конспект включаются не только основные положения, но и доводы, их обосновывающие, конкретные факты и примеры, но без их подробного описания.

Конспектирование может осуществляться тремя способами:

- цитирование (полное или частичное) основных положений текста;
- передача основных мыслей текста «своими словами»;
- смешанный вариант.

Все варианты предполагают использование сокращений.

При написании конспекта рекомендуется следующая последовательность:

1. Проанализировать содержание каждого фрагмента текста, выделяя относительно самостоятельные по смыслу;
2. Выделить из каждой части основную информацию, убрав избыточную;
3. Записать всю важную для последующего восстановления информацию своими словами или цитируя, используя сокращения.

Разделяют четыре вида конспектов:

- текстуальный,
- плановый,
- свободный,
- тематический.

Текстуальный состоит из отдельных авторских цитат. Необходимо только умение выделять фразы, несущие основную смысловую нагрузку. Это прекрасный источник дословных высказываний автора и приводимых им фактов. Текстуальный конспект используется длительное время.

Плановый – это конспект отдельных фрагментов материала, соответствующих названиям пунктов предварительно разработанного плана. Он учит последовательно и четко излагать свои мысли, работать над книгой, обобщая содержание ее в формулировках плана. Такой конспект краток, прост и ясен по своей форме. Это делает его незаменимым пособием при быстрой подготовке доклада, выступления.

Свободный конспект – индивидуальное изложение текста, т.е. отражает авторские мысли через ваше собственное видение. Требуется детальная проработка текста.

Свободный конспект представляет собой сочетание выписок, цитат, иногда тезисов, часть его текста может быть снабжена планом. Это наиболее полноценный вид конспекта.

Тематический конспект – изложение информации по одной теме из нескольких источников.

Составление тематического конспекта учит работать над темой, всесторонне обдумывая ее, анализируя различные точки зрения на один и тот же вопрос. Таким образом, этот конспект облегчает работу над темой при условии использования нескольких источников.

Оформление конспекта

1. Название конспектируемого произведения (или его части) и его выходных данных, т.е. библиографическое описание документа.
2. План текста.
3. Изложение наиболее существенных положений изучаемого материала (тезисы) последовательно и кратко своими словами или в виде цитат, включая конкретные факты и примеры.
4. Составляя конспект, можно отдельные слова и целые предложения писать сокращенно, выписывать только ключевые слова, применять условные обозначения.
5. Чтобы форма конспекта как можно более наглядно отражала его содержание, располагайте абзацы «ступеньками» подобно пунктам и подпунктам плана, применяйте разнообразные способы подчеркивания, используйте карандаши и ручки разного цвета.
6. Используйте реферативный способ изложения (например: «Автор считает...», «раскрывает...»).
7. Собственные комментарии полагайте на полях.

Итоговым продуктом самостоятельного изучения литературы по конкретным темам является конспект, средством оценки данного вида деятельности – собеседование, тестирование.

Для успешного освоения дисциплины, необходимо самостоятельно детально изучить представленные темы по рекомендуемым источникам информации

№ п/п	Виды самостоятельной работы	Рекомендуемые источники информации (№ источника)			
		Основная	Дополни-тельная	Методи-ческая	Интернет-ресурсы
1.	**Самостоятельное изучение литературы**				
1	Тема 1. Основные понятия и определения. Идеальные газы.	1,2	1-4	1,2	1,2
2	Тема 2. Первый закон термодинамики. Термохимия.	1,2	1-4	1, 2	1, 2
3	Тема 3. Закон Гесса.	1,2	1-4	1,2	1,2
4	Тема 4. Следствия из закона Гесса	1, 2	1-4	1,2	1,2
5	Тема 5 . Уравнение Кирхгофа. Зависимость теплового эффекта	1,2	1-4	1,2	1,2
6	Тема 6. Второй закон термодинамики. Понятие об энтропии	1, 2	1-4	1,2	1,2
7	Тема 7. Абсолютное значение энтропии. Постулат Планка (Третий закон термодинамики)	1,2	1-4	1,2	1,2
8	Тема 8. Фундаментальное уравнение Гиббса. Изменение энергии Гиббса в химических реакциях.	1, 2	1-4	1, 2	1, 2
9	Тема 9.Предмет коллоидной химии. Основные понятия и определения.	1,2	1-4	1,2	1,2

10	Тема 10. Классификации дисперсных систем. Методы получения дисперсных	1, 2	1-4	1,2	1,2
11	Тема 11. Оптические свойства дисперсных систем.	1,2	1-4	1,2	1,2
12	Тема 12. Поверхностные явления.	1, 2	1-4	1,2	1,2
13	Тема 13. Аналитическая химия как наука. Основные понятия. Краткая история развития аналитической химии.	1,2	1-4	1, 2	1, 2
14	Тема 14. Теоретические основы аналитической химии.	1, 2	1-4	1,2	1,2
15	Тема 15. Основные типы используемых химических реакций.	1,2	1-4		
16	Тема 16. Качественный химический анализ.	1, 2	1-4		
17	Тема 17. Элементы метрологии химического анализа.	1,2	1-4		
18	Тема 18. Количественный химический анализ.	1, 2	1-4		
2.	**Подготовка к лабораторным занятиям**	1,2	1-4	1,2	1,2

Вопросы для собеседования

Базовый уровень

Тема 1. Основные понятия и определения. Идеальные газы. Уравнение состояния идеальных газов.

1. Понятие термодинамической системы.

2. Открытые, закрытые, изолированные термодинамические системы.

Тема 2. Первый закон термодинамики. Термохимия.

1. Внутренняя энергия. Функция состояния.

2. Работа – макроскопическая форма передачи энергии.

Тема 3. Закон Гесса.

1. Понятие термохимии, теплового эффекта химической реакции.

2. Стандартное состояние вещества.

Тема 4. Следствия из закона Гесса

1. Первое следствие закона Гесса.

2. Теплота (энтальпия) образования. Тепловой эффект реакции.

Тема 5 . Уравнение Кирхгофа. Зависимость теплового эффекта реакции от температуры.

1. Теплоемкость.

2.Удельная теплоемкость – теплоемкость единицы массы вещества.

Тема 6. Второй закон термодинамики. Понятие об энтропии

1. Процессы, самопроизвольные и не самопроизвольные. Постулат Клаузиуса.

2. Невозможность создания «вечного двигателя второго рода». Термодинамическая вероятность.

Тема 7. Абсолютное значение энтропии. Постулат Планка (Третий закон термодинамики)

1. Энтропия совершенного кристалла.

2. Постоянная Планка.

Тема 8. Фундаментальное уравнение Гиббса. Изменение энергии Гиббса в химических реакциях.

1. Фундаментальное уравнение термодинамики.

2. Понятие функции Гиббса, её вычисление.

Тема 9.Предмет коллоидной химии. Основные понятия и определения.

1. История развития науки.

2. Применение коллоидной химии.

Тема 10. Классификации дисперсных систем. Методы получения дисперсных систем.

1. Классификация по подвижности частиц ДФ (по структуре).

2. Классификация по размерам частиц дисперсной фазы.

Тема 11. Оптические свойства дисперсных систем.

1. Молекулярно–кинетические свойства дисперсных систем. Рассеяние света в дисперсных системах.

2. Осмос. Диффузия. Броуновское движение.

Тема 12. Поверхностные явления.

1. Поверхностное натяжение.

2. Смачивание.

Тема 13. Аналитическая химия как наука. Основные понятия. Краткая история развития аналитической химии.

1. История развития аналитической химии неотделима от истории развития химии и химической промышленности.

2. Аналитическая химия как наука.

Тема 14. Теоретические основы аналитической химии.

1. Задачи химического анализа: изыскание и исследование аналитических реакций веществ; изучение взаимосвязи м/у строением в-в и их аналитическими свойствами.

2. Задачи химического анализа: изучение и разработка методов разделения веществ; создание на основе аналитических свойств и аналитических реакций в-в методов химического анализа.

Тема 15. Основные типы используемых химических реакций.

1. Групповые реакции; избирательные (селективные) реакции; реакции комплексообразования.

2. Реакции, используемые в аналитической химии: гидролиз, окисление-восстановление; осаждение.

Тема 16. Качественный химический анализ.

1. Аналитические реактивы и техника выполнения анализа. Методы качественного анализа. Качественный анализ катионов.

2. Кислотно-основная схема проведения анализа смеси катионов.

Тема 17. Элементы метрологии химического анализа.

1. Способы выражения количественного химического состава вещества.

2. Этапы количественного химического анализа.

Тема 18. Количественный химический анализ.

1. Гравиметрический анализ. Титриметрический анализ. Основные типы индикаторов.

2. Кислотно-основное титрование. Кривые титрования.

Повышенный уровень

Тема 1. Основные понятия и определения. Идеальные газы. Уравнение состояния идеальных газов.

1. Уравнение состояния идеального газа - Клапейрона – Менделеева; уравнение состояния реального газа – уравнение Ван-дер-Ваальса.
2. Интенсивные и экстенсивные термодинамические параметры. Термодинамический процесс.
Тема 2. Первый закон термодинамики. Термохимия.
1. Математическое выражение первого закона термодинамики.
2. Современная трактовка закона. Следствия закона сохранения энергии.
Тема 3. Закон Гесса.
1. Главный закон термохимии, позволяющий рассчитывать тепловые эффекты химических реакций.
2. Условия, при которых справедлив закон Гесса.
Тема 4. Следствия из закона Гесса
1. Стандартная теплота (энтальпией) образования соединения.
2. Второе следствие закона Гесса. Теплота (энтальпия) сгорания соединения.
Тема 5 . Уравнение Кирхгофа. Зависимость теплового эффекта реакции от температуры.
1. Температурный коэффициент теплового эффекта процесса.
2. Зависимость теплового эффекта реакции от температуры.
Тема 6. Второй закон термодинамики. Понятие об энтропии
1. Самопроизвольность физического или химического процесса.
2. Энтропия - функция термодинамической вероятности системы. Энтропия – мера беспорядка, хаоса.
Тема 7. Абсолютное значение энтропии. Постулат Планка (Третий закон термодинамики)
1. Уравнение для вычисления абсолютного значения энтропии газообразного вещества.
2. Вычисление абсолютного значения энтропии.
Тема 8. Фундаментальное уравнение Гиббса. Изменение энергии Гиббса в химических реакциях.
1. Использование химического потенциала μ для характеристики способности веществ к химическим превращениям (или фазовым переходам).
2. Изменение энергии Гиббса в химических реакциях.
Тема 9.Предмет коллоидной химии. Основные понятия и определения.
1. Объекты исследования коллоидной химии и их основные признаки.
2. Коллоидное состояние. Дисперсные системы.
Тема 10. Классификации дисперсных систем. Методы получения дисперсных систем.
1. Классификация по агрегатному состоянию дисперсной фазы и дисперсионной среды.
2.Классификация по силе межфазного взаимодействия дисперсной фазы и дисперсионной среды.
Тема 11. Оптические свойства дисперсных систем.
1. Седиментационное равновесие.
2. Поглощение света и окраска золей. Окраска дисперсных систем.
Тема 12. Поверхностные явления.
1. Флотация.
2. Понятие поверхностного натяжения, его измерение и зависимость от температуры.
Тема 13. Аналитическая химия как наука. Основные понятия. Краткая история развития аналитической химии.
1. Отдельные приемы и методы химического анализа.
2. Основные понятия.

Тема 14. Теоретические основы аналитической химии.
1. Качественный, количественный, системный и структурный химический анализ.
2. Определение качественного и количественного состава веществ, их структуры и системных взаимосвязей с помощью методов химического анализа.
Тема 15. Основные типы используемых химических реакций.
1. Сигналы методов качественного анализа: образование или растворение осадка; появление, изменение, исчезновение окраски раствора (цветные реакции).
2. Сигналы методов качественного анализа: реакции образования кристаллов строго определённой формы; реакции окрашивания пламени.
Тема 16. Качественный химический анализ.
1. Аналитические реакции катионов. Качественный анализ анионов.
2. Качественный анализ неизвестного вещества.
Тема 17. Элементы метрологии химического анализа.
1. Представление результатов анализа.
2. Значащие цифры.
Тема 18. Количественный химический анализ.
1. Комплексонометрическое титрование.
2. Окислительно-восстановительное титрование.
Процедура проведения данного оценочного мероприятия включает в себя вопросы базового и повышенного уровней для собеседования, которые позволяют оценить ответы студентов по темам дисциплины «Физическая, коллоидная и аналитическая химия».

Предлагаемые студенту вопросы для собеседования позволяют проверить следующие компетенции: ОК-7, ПК-24, ПК-26. Вопросы для собеседования повышенного уровня отличаются от базового более глубокими знаниями материала.

При подготовке к ответу студенту предоставляется право пользования справочной литературой, таблицами, конспектом.

Критерии оценивания:

Оценка «отлично» выставляется студенту, если теоретическое содержание курса освоено полностью, без пробелов; исчерпывающе, последовательно, четко и логически стройно излагает материал; свободно справляется с задачами, вопросами и другими видами применения знаний; использует в ответе дополнительный материал все предусмотренные программой задания выполнены, качество их выполнения оценено числом баллов, близким к максимальному; анализирует полученные результаты; проявляет самостоятельность при выполнении заданий.

Оценка «хорошо» выставляется студенту, если теоретическое содержание курса освоено полностью, необходимые практические компетенции в основном сформированы, все предусмотренные программой обучения учебные задания выполнены, качество их выполнения достаточно высокое. Студент твердо знает материал, грамотно и по существу излагает его, не допуская существенных неточностей в ответе на вопрос.

Оценка «удовлетворительно» выставляется студенту, если теоретическое содержание курса освоено частично, но пробелы не носят существенного характера, большинство предусмотренных программой заданий выполнено, но в них имеются ошибки, при ответе на поставленный вопрос студент допускает неточности, недостаточно правильные формулировки, наблюдаются нарушения логической последовательности в изложении программного материала.

Оценка «неудовлетворительно» выставляется студенту, если он не знает значительной части программного материала, допускает существенные ошибки, неуверенно, с большими затруднениями выполняет лабораторные работы, необходимые практические компетенции не сформированы, большинство предусмотренных программой обучения учебных заданий не выполнено, качество их выполнения оценено числом баллов, близким к минимальному.

5. Методические указания (по видам работ, предусмотренных рабочей программой дисциплины)

Самостоятельное выполнение заданий

Задания и упражнения для самостоятельной работы преимущественно содержатся в учебно-методическом комплексе дисциплины (методических указаниях к семинарским занятиям и методических указаниях по самостоятельной работе студентов). Кроме того, задания и упражнения могут предлагаться преподавателями кафедры, ведущими семинарские занятия. На лекциях преподаватели также дают задания для самостоятельной работы.

В рамках самостоятельной работы студенты сами могут предлагать собственные темы и формы выполнения заданий.

Сдача задания производится преподавателю, ведущему семинарские занятия, в установленные им сроки.

В составе методических указаний к семинарским занятиям предусмотрены рекомендации по подготовке к семинарскому занятию. При выполнении работы студенты могут использовать не только методические указания по решению задач, но и другие материалы учебно-методического комплекса.

Требования к оформлению заданий

Задания по самостоятельной работе должны быть оформлены в соответствии с требованиями ГОСТ 7.32-91 (ИСО 5966-82). Страницы текста должны соответствовать формату А4 (210 × 297 мм).

Текст заданий должен быть выполнен на одной стороне листа с применением компьютерных устройств. При использовании персонального компьютера рекомендуется использовать среду Windows, редактор Word. Параметры документа следующие: интервал – 1,5, кегль (размер) – 14, шрифт – Times New Roman. Функция переноса слов обязательна. Текст следует печатать, соблюдая следующие размеры полей: левое - 30 мм, правое - 10 мм, верхнее - 20 мм, нижнее – 20 мм.

Нумерация страниц начинается со страницы, содержащей оглавление работы, и производится арабскими цифрами в правом верхнем углу листа. Титульный лист включается в общую нумерацию, но не нумеруется. В приложениях страницы не нумеруются. Иллюстрации, схемы, графики, таблицы, расположенные на отдельных страницах, включаются в общую нумерацию страниц.

Текст основной части работы может подразделяться на разделы и подразделы. Каждый раздел следует начинать с новой станицы. Разделы и подразделы должны иметь наименование - заголовки, в которых кратко отражается основное содержание текста. Заголовки разделов пишутся симметрично тексту прописными (заглавными) буквами и выделяются жирным шрифтом. Заголовки подразделов пишутся с абзаца строчными буквами, кроме первой – прописной и также выделяются жирным шрифтом. Сокращенное написание слов в заголовках не допускается. Переносы слов в заголовках не допускаются. Точку в конце заголовка не ставят. Если заголовок состоит из двух и более предложений, их разделяют точкой. Подчеркивание заголовков не допускается. Расстояние между заголовками раздела (подраздела) и последующим текстом должно быть равно одинарному межстрочному интервалу (10 мм), а расстояние между заголовком подраздела и последней строкой предыдущего текста – 2-м одинарным межстрочным интервалам (15 мм).

В тексте не должно быть рисунков и таблиц без ссылок на них. Рисунки и таблицы

располагаются в тексте сразу после ссылок на них. Рисунки должны иметь поясняющую надпись – название рисунка, которая помещается под ним. Рисунки обозначаются словом «Рис». Точка в конце названия не ставится. Рисунки следует нумеровать последовательно арабскими цифрами в сквозном порядке в пределах всей работы.

Цифровой материал целесообразно оформлять в виде таблицы. Каждая таблица должна иметь заголовок, который должен быть кратким и отражать содержимое таблицы.

Над названием справа пишется слово «Таблица» с порядковым номером арабскими цифрами в сквозном порядке в пределах всей работы. Тематический заголовок пишут строчными буквами, кроме первой прописной. В конце заголовка точку не ставят. Таблицу следует размещать так, чтобы ее можно было читать без поворота работы или же с поворотом по часовой стрелке. Таблицу с большим количеством строк допускается переносить на другую страницу. При переносе таблицы, на следующей странице повторяют ее шапку и над ней помещают надпись «Продолжение табл.» с указанием номера. Если шапка таблицы громоздкая, то вместо нее с перенесенной части в отдельной строке помещают номер граф.

Приложение оформляется как продолжение основной части задания, располагается в порядке появления ссылок в тексте. Каждое приложение должно начинаться с новой страницы и иметь содержательный заголовок, напечатанный жирным шрифтом. В правом верхнем углу под заголовком прописными буквами печатается слово «Приложение». Нумерация разделов, пунктов, таблиц в каждом приложении своя.

6. Рекомендуемая литература и интернет - ресурсы:

Основная литература

1.Брянский Б.Я. Коллоидная химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Б.Я. Брянский. — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Вузовское образование, 2017. — 104 c. — 978-5-4487-0038-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66632.html

2. Перегончая О.В. Практикум по аналитической химии. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / О.В. Перегончая, С.А. Соколова. — Электрон. текстовые данные. — Воронеж: Воронежский Государственный Аграрный Университет им. Императора Петра Первого, 2017. — 100 c. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/72731.html

Дополнительная литература

1. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 1. Экстенсивные свойства гомогенных систем [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 136 c. — 978-5-7996-1689-2. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66611.html

2. Физическая химия. Теория и практика выполнения расчетных работ. Часть 2. Химическое и фазовое равновесие [Электронный ресурс] / Е.И. Степановских [и др.]. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург: Уральский федеральный университет, 2016. — 160 c. — 978-5-7996-1691-5. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/66612.html

3. Григорьева Л.С. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Григорьева Л.С., Трифонова О.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Московский государственный строительный университет, Ай Пи Эр Медиа, ЭБС АСВ, 2014.— 149 c.— Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/26215.— ЭБС «IPRbooks», по паролю

4. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс] : лабораторный практикум / . — Электрон. текстовые данные. — Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2018. — 118 c. — 978-5-4486-0057-9. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/70757.html

Интернет-ресурсы:

1. «Университетская библиотека online». Открыт доступ к базовой коллекции ЭБС «Университетская библиотека online» (более 24 000 изданий). http://www.biblioclub.ru
Дог. № 128-04/16 от 23 мая 2016г.

2.ЭБС «IPRbooks». : http://www.iprbookshop.ru .Дог. №2039/16 от 27 апреля 2016