

Предисловие

Одним из наиболее эффективных путей совершенствования процесса обучения в высшей школе является реализация дидактического принципа сознательности и активности обучаемых при руководящей роли преподавателя.

В пособии представлены план изучения темы, вопросы для проработки темы, упражнения и задачи, примеры решения задач, карты-инструкции к лабораторным работам, а также вопросы для самоконтроля. Это позволяет в условиях дефицита времени, отведенного на изучение дисциплины, успешно управлять развитием познавательной деятельности студентов.

Предлагаемые экспериментальные задания *исследовательского характера* позволяют студенту работать в индивидуальном темпе, вырабатывать экспериментальные умения и навыки, способствуют развитию самостоятельности при проведении исследования, формируют опыт профессиональной деятельности.

ОРИЕНТИРОВОЧНАЯ ОСНОВА ДЕЙСТВИЙ (ООД)

При подготовке к лабораторной работе студент обязан:

- изучить рекомендованную литературу и методику эксперимента (аналитические реакции ионов и систематический ход анализа их смесей);
 - осуществить самоконтроль подготовки к занятиям по вопросам для проработки темы (письменно), указанным в данном пособии;
 - освоить основные правила техники безопасности при работе в химической лаборатории и выполнения каждого конкретного задания;
 - подготовить лабораторный журнал, в котором указывается: дата, тема, частные реакции катионов (анионов) аналитической группы.
- **К лабораторной работе в химической аналитической лаборатории допускаются студенты, подготовленные к ее выполнению.**
- **Записи в отдельных листах не допускается.**

В журнале записывают схему проведения анализа, результаты работы и уравнения химических реакций,

сопровождающих проделанные опыты, результаты индивидуальных заданий (граф-схема анализа, наблюдаемые признаки реакций, уравнения реакций идентификации ионов).

В конце занятия в лабораторном журнале студента преподаватель выставляет соответствующий балл (согласно разработанным критериям балльно-рейтинговой системы), дату и роспись.

Баллы: _____

Дата: _____

Подпись преподавателя

Лабораторная работа №12

АНАЛИЗ СМЕСИ АНИОНОВ I-III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Актуальность темы. Анионы являются составными частями лекарственных препаратов, при этом последние представляют собой смесь нескольких веществ. Поэтому задачи идентификации анионов I-III аналитических групп при их совместном присутствии является актуальной для фармацевтов.

Цель. Знать ход анализа и приобрести навыки проведения анализа смеси анионов I-III аналитических групп дробным и систематическим методами для качественного химического контроля лекарственных средств.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ.

Для анализа берут около 30 капель (1,5 мл) испытуемого раствора (в котором присутствуют только соли щелочных металлов). Остальную часть раствора сохраняют до окончания исследования и сдачи результатов работы.

Предварительные испытания

Проба на анионы I аналитической группы. К 4-5 каплям нейтрального или слабощелочного раствора (pH 7-9) прибавляют 4-5 капель раствора хлорида бария. Образование осадка указывает на присутствие анионов I аналитической группы. Затем проводят частные реакции на каждый анион I группы.

Проба на анионы II аналитической группы. К 4-5 каплям исследуемого раствора прибавляют 3-4 капли азотной кислоты и 4-5 капель раствора нитрата серебра. Выпадение осадка указывает на присутствие анионов II аналитической группы. В отдельной порции раствора открывают анионы II группы.

Испытание реакции раствора на универсальную индикаторную бумагу. Если реакция показала кислую среду $\text{pH} < 2$, то в растворе не могут присутствовать анионы CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , NO_2^- .

Проба на анионы-окислители. К 5-6 каплям исследуемого раствора добавляют 3-4 капли 2 н. раствора серной кислоты, 2-3 капли раствора иодида калия KI и несколько капель крахмального клейстера. При наличии аниона-окислителя NO_2^- раствор окрашивается в синий цвет.

Испытание на анионы-восстановители. К 5-6 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 1 н. раствора серной кислоты и 2-3 капли разбавленного раствора перманганата калия KMnO_4 . Если при этом перманганат калия обесцвечивается, то в растворе могут присутствовать анионы-восстановители SO_3^{2-} , NO_2^- , I^- , Br^- , возможно, и Cl^- .

Проба на выделение газов. К 3-4 каплям исследуемого раствора приливают 3 капли 4 н. раствора серной кислоты и слегка встряхивают пробирку. Если выделение газа незаметно, то слегка нагревают раствор. Выделение пузырьков газа указывает на возможное присутствие анионов SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- . По свойствам газов SO_2 , CO_2 , H_2S , NO_2 (запах, цвет) установите их возможный состав.

На основании предварительных испытаний сделайте вывод о наличии конкретных анионов в растворе. После этого приступают к их обнаружению.

Обнаружение отдельных анионов.

Сульфат SO_4^{2-} открывают дробным путем из отдельной пробы исследуемого раствора действием хлорида бария BaCl_2 в подкисленной (азотной или хлороводородной кислотой) среде.

Сульфит SO_3^{2-} открывают из отдельной порции исследуемого раствора разложением серной кислотой (при нагревании). Выделяющийся оксид серы(IV) пропускают через раствор перманганата калия KMnO_4 . Если в растворе присутствуют анионы NO_2^- и S^{2-} , которые мешают открытию сульфита SO_3^{2-} , то к 4 каплям исследуемого раствора прибавляют 4 капли раствора хлорида бария. Полученный осадок отделяют центрифугированием, промывают его водой и обрабатывают 2-3 каплями 2 н. соляной кислоты. Выделяющийся газ исследуют на оксид серы(IV).

Карбонат CO_3^{2-} открывают из отдельной порции раствора частной реакцией. Если в растворе присутствует SO_3^{2-} , то его предварительно окисляют в SO_4^{2-} , так как он мешает обнаружению карбоната. Для этого к исследуемому раствору добавляют 10%-ный раствор пероксида водорода и нагревают на водяной бане. После этого испытывают раствор на карбонат CO_3^{2-} .

Силикат SiO_3^{2-} обнаруживают из отдельной пробы исследуемого раствора добавлением к нему хлорида аммония или хлороводородной кислоты.

Фосфат PO_4^{3-} открывают из отдельной пробы исследуемого раствора магниальной смесью или

молибденовой жидкостью. Если в растворе присутствуют анионы II аналитической группы и ион SiO_3^{2-} , то к 5-6 каплям анализируемого раствора приливают 5-6 капель раствора хлорида бария, отделяют осадок, промывают водой и растворяют в 2 н. соляной кислоты. Полученный солянокислый раствор нейтрализуют аммиаком до pH 7-8, добавляют несколько кристаллов хлорида аммония, слегка нагревают. Если появляется осадок поликремниевой кислоты, то его отделяют, а фосфат PO_4^{3-} открывают магниальной смесью или молибденовой жидкостью.

Сульфид S^{2-} открывают из отдельной пробы ацетатом свинца или окислением его до свободной серы. Сульфид S^{2-} мешает открытию хлорида, бромида и иодида. Поэтому сульфид удаляют: к 5-6 каплям нейтрального или слабощелочного исследуемого раствора (pH 7-9) добавляют раствор ZnSO_4 и нагревают. Образовавшийся сульфид цинка ZnS отделяют центрифугированием и в центрифугате открывают галогенид-ионы Cl^- , Br^- , I^- .

Хлорид Cl^- открывают нитратом серебра AgNO_3 , если в испытуемом растворе отсутствует бромид Br^- . Если же в растворе присутствует бромид Br^- , то определяют хлорид так же, но только осадок солей серебра обрабатывают не раствором аммиака NH_3 , а карбонатом аммония $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

Бромид Br^- открывают окислением его хлорной водой до свободного брома в присутствии бензола. Если присутствуют анионы-восстановители S^{2-} , SO_3^{2-} , то их вначале окисляют раствором перманганата калия KMnO_4 в кислой среде. К 5-6 каплям исследуемого раствора добавляют 2 капли 2 н. раствора серной кислоты и прибавляют при постоянном перемешивании по каплям раствор перманганата калия KMnO_4 до бледно-малиновой окраски. В полученном растворе открывают бромид Br^- .

Иодид I^- открывают из отдельной пробы, добавляют к 5 каплям исследуемого раствора 2 капли концентрированной серной кислоты H_2SO_4 и иод обнаруживают влажной крахмальной бумажкой. Ионы-восстановители удаляют так же, как указано при открытии бромида Br^- .

Нитрат NO_3^- открывают с дифениламином, если отсутствует нитрит NO_2^- . Если предварительно открыт нитрит, то его удаляют хлоридом аммония или мочевиной.

Нитрит NO_2^- открывают из отдельной пробы или действием минеральных кислот (выделение бурого газа), или иодидом калия, сульфаниловой кислотой и α -нафтиламином.

Ацетат CH_3COO^- открывают из отдельной пробы исследуемого раствора действием концентрированной

серной кислоты, или раствором хлорида железа(III), или этиловым (амиловым) спиртом в присутствии H_2SO_4 .

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Задание. Проведите систематический анализ контрольной смеси №__ анионов I-III аналитических групп. Запишите граф-схему анализа, уравнения химических реакций и сделайте вывод.



ВНИМАНИЕ!

Соблюдайте правила техники безопасности!

Контрольные вопросы

1. Какие вещества можно использовать в качестве групповых реагентов на анионы I аналитической группы?
2. Почему восстановители и окислители мешают проведению реакции определения сульфита бромной водой? Ответ подтвердите соответствующими уравнениями.
3. Как можно различить белые осадки BaSO_4 и BaSO_3 ? Ответ подтвердите соответствующими уравнениями.

4. Карбонат и сульфит дают одинаковый признак (*какой?*) реакции при действии серной или соляной кислоты. При действии *какого* реактива можно достоверно утверждать о наличии SO_3^{2-} в исследуемом растворе?
5. Почему для реакции обнаружения силиката с помощью хлорида аммония необходимо слабое нагревание? Дайте обоснование.
6. Какие ионы мешают открытию нитрата с помощью алюминия? Как эти ионы удаляют из раствора?
7. Как определить нитрат в присутствии нитрита?
8. Как можно удалить из раствора нитрит? Составьте уравнение реакции и укажите какую функцию выполняет нитрит.
9. Какие анионы и катионы мешают определению бромидов раствором перманганата калия в кислой среде? Составьте уравнения реакций с этими ионами.
10. Что происходит с осадком хлорида серебра при действии на него избытком раствора аммиака, карбоната аммония?
11. Какими реагентами можно окислить сульфид? Составьте уравнения реакций.

Лабораторная работа 13

АНАЛИЗ ТВЕРДОГО ПРЕПАРАТА

Актуальность темы. Известно, что катионы I–VI и анионы I–III аналитических групп входят в состав многих веществ. На практике часто применяют лекарственные формы - твердые образцы, представляющие собой смесь нескольких веществ, поэтому появляется необходимость идентифицировать различные катионы и анионы при их совместном присутствии. Испытание лекарственных средств на чистоту часто требует проведения реакций на различные примеси (катионы, анионы), которые могут присутствовать одновременно. Поэтому для специалиста-провизора важно уметь интерпретировать химико-аналитические свойства и проведение систематического хода анализа твердого препарата.

Цель. Научиться проводить идентификацию твердого вещества систематическим методом анализа.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Для анализа берут 0,1-0,3 г твердого вещества, измельчают в фарфоровой ступке. Измельченный материал делят на три части: первая - для анализа катионов, вторая - для анализа анионов и третья - для проверки или повторения опытов.

Первоначально испытывают вещество на растворимость в различных растворителях. Для этого несколько крупинок вещества обрабатывают 10-12 каплями дистиллированной воды, перемешивая стеклянной палочкой, нагревают. Если вещество в горячей воде не растворилось, то растворяют сначала в 2 н. растворе уксусной, затем в 2 н. соляной кислоте. Если образец не растворяется в воде, то растворение проводят в концентрированных кислотах (хлороводородной, азотной), в царской водке, в растворе аммиака.

Анализ вещества, растворимого в воде

Для анализа берут 0,05-0,1 г исследуемого вещества и растворяют в 4-5 мл дистиллированной воды. Обращают внимание на окраску и реакцию раствора. По окраске раствора делают предварительное заключение о наличии или отсутствии таких ионов, как: Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ и др. Щелочная реакция раствора свидетельствует о присутствии в растворе гидроксидов или солей сильных оснований и слабых кислот (Na_2S , K_2CO_3 , CH_3COONa и т.п.). Кислая реакция указывает на присутствие в растворе свободных кислот, кислых солей или солей сильных кислот и слабых оснований (NH_4Cl , ZnCl_2 , AlCl_3 и т.п.). Нейтральная реакция указывает, что в растворе могут быть соли сильных кислот и сильных оснований (KCl ,

Na_2SO_4) или соли слабых кислот и слабых оснований, подобных $\text{CH}_3\text{COONH}_4$.

Обнаружение катионов производят из отдельных проб раствора при помощи групповых реагентов.

Испытание на катионы I аналитической группы. К 3-4 каплям исследуемого раствора прибавляют 2-3 капли раствора карбоната натрия Na_2CO_3 . Если осадок не выпадает, то в растворе присутствуют только катионы I аналитической группы. Катионы открывают в отдельной пробе.

Испытание на катионы II аналитической группы. Если при действии на испытуемый раствор карбоната натрия Na_2CO_3 выпадает осадок, то берут новую пробу этого раствора (10-12 капель) и прибавляют 2-3 капли 2 н. соляной кислоты. В случае появления осадка добавляют соляную кислоту до полного осаждения. Осадок отделяют центрифугированием, промывают водой и обнаруживают в нем катионы II аналитической группы.

Испытание на катионы III аналитической группы. К 2-3 каплям анализируемого раствора прибавляют столько же 2 н. раствора серной кислоты и нагревают. Выпадение осадка указывает на присутствие катионов третьей группы, которые открываются характерными для них реакциями.

Испытание на катионы IV аналитической группы.

Если при действии хлороводородной и серной кислот осадков не образуется, то к 2-3 каплям анализируемого раствора добавляют 5-6 капель раствора гидроксида натрия. Растворение осадка свидетельствует о присутствии катионов IV группы.

Испытание на катионы V аналитической группы.

Если при действии избытка раствора гидроксида натрия осадок не растворяется, то это указывает на наличие катионов пятой группы.

Испытание на катионы VI аналитической группы.

Если при действии на испытуемый раствор избытком раствора аммиака осадок растворяется, то это признак присутствия катионов шестой группы. После этого приступают к обнаружению катионов по отдельным группам.

Обнаружение анионов

Пользуясь таблицей растворимости, можно заранее предсказать наличие в исследуемом растворе отдельных анионов. Например, если соль хорошо растворяется в воде и в нейтральном водном растворе обнаружен катион Ba^{2+} , то

этот раствор не может содержать анионы первой группы (SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , SO_3^{2-} и др.).

Определив предварительно присутствие отдельных групп анионов, обнаруживают их соответствующими групповыми и характерными для них реакциями. В зависимости от присутствия тех или иных анионов и катионов схемы анализа могут быть различными. Например, водный раствор исследуемого вещества имеет нейтральную реакцию. При действии на отдельную пробу его раствором хлороводородной кислоты образуется осадок, который растворяется в горячей воде. Это позволяет сделать вывод, что в растворе присутствует катион Pb^{2+} . Проверяют катион Pb^{2+} частной реакцией с иодидом калия KI . Далее обнаруживают анионы. Ими могут быть только анионы третьей группы, так как только они образуют с катионом Pb^{2+} растворимые в воде соли.

Испытание на анионы первой группы. К 2-3 каплям нейтрального или слабощелочного раствора добавляют 2 капли раствора хлорида бария. Если осадок выпадает, то присутствуют анионы первой группы.

Испытание на анионы второй группы. 2 капли раствора подкисляют 2 каплями 2 н. раствора азотной

кислоты и добавляют каплю раствора нитрата серебра. Выпадение осадка указывает на присутствие анионов второй группы.

Испытание на анионы третьей группы. Если при испытании на анионы первой и второй групп осадки не выпали, то, возможно, присутствуют анионы третьей группы.

Анализ вещества, нерастворимого в воде

По таблице растворимости делают вывод, что анализируемое вещество не может содержать катионов первой группы, так как образуемые ими соли в воде растворимы. К крупинке вещества в пробирке добавляют 2 н. раствор хлороводородной кислоты и нагревают. Если вещество не растворяется в ней, то пробуют растворить его в 2 н. растворе азотной или серной кислоты. Новые порции вещества обрабатывают концентрированной азотной кислотой при нагревании в вытяжном шкафу. Если вещество при этом растворяется, то полученный раствор осторожно выпаривают до удаления избытка кислот. Остаток растворяют при нагревании в небольшом количестве воды, подкисленной хлороводородной кислотой. При растворении веществ в кислотах обращают внимание на возможное

выделение газов (CO_2 , SO_2 , H_2S), по которым можно судить о наличии анионов CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , S^{2-} .

Подобрав подходящий растворитель, приступают к анализу по схеме, описанной при анализе веществ, растворимых в воде. Следует иметь в виду, что полученные кислые растворы предварительно необходимо нейтрализовать. Если вещество растворяется в соляной кислоте, то в растворе отсутствуют катионы Pb^{2+} , $[\text{Hg}_2]^{2+}$ и Ag^+ , растворение вещества в серной кислоте - признак отсутствия катионов третьей группы. Выделение пузырьков газа при растворении вещества в кислотах указывает, что вещество является солью летучих кислот.

Если вещество не растворилось в воде, кислотах и в царской водке, то оно может быть галогенидом серебра: AgCl , AgBr , AgI , сульфатом: BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4 .

Растворение сульфата свинца PbSO_4 . К пробе вещества добавляют избыток гидроксида натрия. В полученном растворе обнаруживают катион Pb^{2+} характерными реакциями.

Растворение хлорида и бромиды серебра AgCl , AgBr . К пробе вещества добавляют избыток раствора аммиака. В полученном растворе обнаруживают катион Ag^+ .

Растворение иодида серебра AgI. Пробу вещества подвергают обработке раствором тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



В полученном растворе обнаруживают анион I^- характерными реакциями.

Растворение сульфатов BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 . Сульфаты переводят в карбонаты, растворяют в уксусной кислоте и в полученном растворе обнаруживают катионы Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} характерными реакциями.

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Задание.

Экспериментально определите ионный состав вещества, содержащегося в контрольной пробе № _____. Составьте схему анализа. Полученные результаты подтвердите уравнениями соответствующих реакций.



Соблюдайте правила техники безопасности!

ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ

1. Сульфид в водном растворе можно обнаружить раствором...

- а) хлорида магния
- б) хлористоводородной кислоты
- в) аммиака
- г) сульфата меди(II)

2. Действием раствора BaCl_2 , подкисленного соляной кислотой, согласно госфармакопее обнаруживают _____-анион.

- а) сульфат
- б) нитрат
- в) нитрит
- г) ацетат

3. Иодид в кислой среде идентифицируют раствором...

- а) сульфата калия
- б) хлорной воды
- в) аммиачной воды
- г) хлорида меди(II)

4. Ацетат в нейтральной среде обнаруживают путем действия раствора...

- а) хлорида железа(II)
- б) хлорида железа(III)
- в) ацетона
- г) аммиачной воды

5. Согласно классификации анионов, основанной на различной растворимости солей бария и серебра в воде, к III аналитической группе относятся...

- а) NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-
- б) CO_3^{2-} , SiO_3^{2-} , PO_4^{3-}
- в) SO_3^{2-} , SO_4^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, F^-
- г) S^{2-} , Cl^- , Br^- , I^-

6. Действием дифениламина в среде концентрированной серной кислоты обнаруживают ____-анион.
- а) хлорид
 - б) бромид
 - в) нитрат
 - г) сульфат
7. При действии хлорида бария на солянокислый раствор анализируемого лекарственного препарата образуется белый осадок, нерастворимый в HCl. В анализируемом растворе присутствует...
- а) NO_2^-
 - б) NO_3^-
 - в) SO_4^{2-}
 - г) CO_3^{2-}
8. При взаимодействии препарата с нитратом серебра AgNO_3 выпал белый осадок, который постепенно почернел, следовательно, в растворе этого препарата содержался анион...
- а) Br^-
 - б) S^{2-}
 - в) $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
 - г) CO_3^{2-}
9. Если при добавлении к исследуемого раствора соляной кислоты выделился газ, который вызвал помутнение известковой воды, то в растворе содержался ...
- а) CO_3^{2-}
 - б) NO_2^-
 - в) CH_3COO^-
 - г) HS^-
10. Если раствор неизвестного вещества X с $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ дал белый осадок, нерастворимый при нагревании в CH_3COOH , а с AgNO_3 – белый творожистый осадок, растворимый в NH_3 , то веществом X является...

Конец ознакомительного фрагмента.

Приобрести книгу можно
в интернет-магазине «Электронный универс»
(e-Univers.ru)