Предисловие

Одним из наиболее эффективных путей совершенствования процесса обучения в высшей школе является реализация дидактического принципа сознательности и активности обучаемых при руководящей роли преподавателя. Данное учебное пособие предназначено для самостоятельной работы по аналитической химии студентам направления подготовки «Фармация».

В пособии представлены план изучения темы, теоретическая часть, вопросы для проработки темы, вопросы для самоконтроля, тестовые задания. 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).

Результаты лабораторной работы необходимо четко отражать в соответствующих графах лабораторного журнала по следующей схеме (развернутый лист общей тетради):

Ион	***Реа-гент***	***Аналити-ческие признаки***	***Уравнение реакции*** ***(краткое молекулярно-ионное)***	***Примечание*** ***(условия проведения реакции, особенности опыта и др.)***

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

Баллы: _____

Дата: _____ _____

Подпись преподавателя

Лабораторная работа №1

Правила работы и техники безопасности в химической лаборатории. Аналитические свойства веществ и аналитические реакции. Методы систематического хода анализа смеси ионов

Цель. Знать правила техники безопасности и поведения в лаборатории аналитической химии, химические методы анализа катионов и анионов.

Актуальность темы. Аналитическая химия – наука, разрабатывающая теоретические основы и практические методы химического анализа. Практической задачей аналитической химии является установление химического состава веществ и их смесей. Сначала устанавливают качественный состав вещества, т.е. решают вопрос, из каких элементов, групп элементов и ионов состоит это вещество. Затем приступают к определению количественного состава вещества - в каких количественных соотношениях находятся составные части в данном веществе.

В качественном анализе применяют специфические реакции для обнаружения ионов. Если таких реакций недостаточно, то разрабатывают определенную

последовательность реакций обнаружения, представляющую *систематический ход анализа*.

Реакции идентификации катионов и анионов, а также методы количественного определения веществ, которые являются предметом изучения аналитической химии, широко применяются для контроля качества лекарственных препаратов и установления их подлинности.

Перед началом работы в химической лаборатории внимательно изучите правила техники безопасности!

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Большинство применяемых в лаборатории аналитической химии веществ являются в той или иной степени токсичными, поэтому работать с ними следует осторожно, с соблюдением общих правил работы в химической лаборатории.

КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩАЕТСЯ:

- **ПРОБОВАТЬ ВЕЩЕСТВА И РЕАГЕНТЫ НА ВКУС!**
- **ПРИНИМАТЬ ПИЩУ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ!**

Перед началом работы студенты должны ознакомиться с общими и специальными правилами работы в химической лаборатории, расписаться об этом в журнале по ТБ и при выполнении работ строго их соблюдать.

Приступать к выполнению какого-либо опыта следует после тщательного ознакомления с его описанием и подготовки необходимой посуды, оборудования и материалов.

На рабочем столе, кроме оборудования и материалов, может находиться только лабораторный журнал для записи результатов работы. Учебные пособия лучше помещать в ящик стола.

Работу с летучими, огне- и взрывоопасными веществами, а также выпаривание растворов и прокаливание летучих соединений следует выполнять только в вытяжном шкафу, окна которого должны быть подняты на высоту, удобную для работы, не более чем на одну треть. Недопустимо работать с воспламеняющимися веществами (эфир, спирт, бензол и др.) и хранить их возле зажженной горелки.

- **НАГРЕВАТЬ ВОСПЛАМЕНЯЮЩИЕСЯ ВЕЩЕСТВА МОЖНО ТОЛЬКО НА ВОДЯНОЙ БАНЕ!**

Если горючая жидкость разлилась и загорелась, ее тушат сухим песком или асбестовым одеялом. Никогда не следует задувать пламя.

Пробирки с растворами нельзя нагревать в открытом пламени газовой горелки. Их нагревание проводится на водяной бане, горелкой пользуются только в случае необходимости.

Концентрированными кислотами и щелочами пользоваться только под тягой. Остатки их выливать в специальную посуду в вытяжном шкафу (емкости для слива).

Отходы после работы с солями ртути, мышьяка (ЯДЫ!) и серебра следует собирать в специальную посуду.

- **ПОСЛЕ ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ ТЩАТЕЛЬНО ВЫМЫТЬ РУКИ С МЫЛОМ**

Нельзя оставлять без присмотра нагревательные и электрические приборы. Следует строго соблюдать правила работы с электроприборами.

Перед уходом из лаборатории обязательно проверить газовые и водопроводные краны, выключить электроприборы, электрический свет.

МЕРЫ НЕОТЛОЖНОЙ ПОМОЩИ ПРИ НЕСЧАСТНЫХ СЛУЧАЯХ

При легких термических ожогах обожженное место смазывают глицерином или прикладывают вату, смоченную спиртом. На более сильные ожоги сразу же накладывают вату или марлю, обильно смоченную 3% раствором таннина.

При попадании на кожу или одежду кислот и щелочей необходимо промыть пораженное место большим количеством воды, затем 3% раствором натрия гидрокарбоната (при попадании кислоты) или 1-2% раствором уксусной кислоты (при попадании щелочи).

При сильных ожогах кислотами и щелочами после промывания водой на обожженное место накладывают повязку, смоченную одним из указанных растворов, применяемых при химических ожогах.

При попадании брызг кислоты или щелочи в глаза их промывают водой, а затем 3% раствором натрия гидрокарбоната (если попала кислота) или насыщенным раствором борной кислоты (если попала щелочь).

При порезах стеклом удаляют из ранки осколки стекла, обрабатывают ее раствором йода и перевязывают.

Студенты, работающие в лаборатории, должны знать места расположения противопожарных средств и аптечки.

При любом несчастном случае студенты должны немедленно обратиться к преподавателю или лаборанту.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

ТЕХНИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ОТДЕЛЬНЫХ ОПЕРАЦИЙ

Нагревание и выпаривание. Многие химические реакции требуют нагревания. Растворы в маленьких пробирках нагревают только на водяных банях, форма которых весьма различна. Вместо бани можно использовать стеклянный стакан емкостью 200 *мл,* снабженный вкладышем с четырьмя-пятью отверстиями для пробирок. Водяные бани нагревают на сетке газовой горелкой.

Кипятить раствор лучше в стакане или в фарфоровом тигле (чашке). В отдельных случаях нагревать раствор можно в пробирке, держа ее пробиркодержателем над маленьким пламенем газовой горелки, избегая толчков и разбрызгивания жидкости.

Упаривать раствор лучше на воздушной или песочной бане. Если остаток после выпаривания нужно прокалить, то фарфоровую чашку берут за край тигельными щипцами, ставят на фарфоровый треугольник и нагревают бесцветным пламенем газовой горелки.

Осаждение. Реакцию осаждения производят в маленьких, чаще всего в центрифужных пробирках, в которые

помещают несколько капель анализируемого раствора и затем добавляют из пипетки нужное количество реактива (если имеется необходимость, то перед добавлением реактива содержимое нагревают на водяной бане) и сейчас же перемешивают стеклянной палочкой. Для получения более крупных кристаллов осадка раствор рекомендуется перемешивать после добавления каждой капли реактива. При образовании коллоидного раствора нагревают содержимое пробирки еще несколько минут.

При разделении ионов необходимо проверить полноту осаждения, т. е., отцентрифугировав выпавший осадок, добавляют в пробирку с центрифугатом еще каплю осадителя. Если в растворе появляется муть, то добавляют еще несколько капель (3-5 капель) реактива, перемешивают, центрифугируют (или дают отстояться) и снова повторяют проверку.

Центрифугирование. Для отделения осадка от раствора чаще всего используют центрифуги. Центрифугирование основано на ускорении и отбрасывании частиц осадка под действием центробежной силы ко дну сосуда. Осадок собирается в суженном конце пробирки, а раствор становится прозрачным. Этот верхний прозрачный слой называется центрифугатом.

Фильтрование. Производят различными способами.

а) Фильтрование через бумажный фильтр. Кусочек фильтровальной бумаги складывают вчетверо, обрезают ножницами по круговой линии с учетом размера воронки, один слой отделяют от трех других и полученный конус вкладывают в стеклянную воронку. Фильтр обрезают с таким расчетом, чтобы он не доходил до краев воронки на 2—3 *мм.* Смочив фильтр дистиллированной водой и прижав его плотно к стенке, начинают фильтровать.

б) Фильтрование через вату. В оттянутый конец пипетки плотно вставляют маленький тампон ваты так, чтобы часть ее выдавалась наружу, и затем набирают раствор.

в) Фильтрование через полоску (5*15 *мм*) фильтровальной бумаги, которую складывают вчетверо и, смочив двумя каплями воды, помещают на часовое стекло рядом с жидкостью. Жидкость отсасывают пипеткой через бумагу.

Промывание и растворение осадков. Отделенный от жидкости осадок, который будет подвергаться дальнейшему исследованию, необходимо хорошо отмыть. Его осторожно промывают на фильтре дистиллированной водой из промывалки или из пробирки. При отделении осадка центрифугированием жидкость (центрифугат) отделяют пипеткой и к осадку добавляют 1-1,5 *мл* дистиллированной

воды, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и снова центрифугируют. Операцию повторяют 2-3 раза.

Растворение осадка производят или в пробирке, или на фильтре, добавляя по каплям растворитель (растворы кислот, щелочей или солей) и помешивая стеклянной палочкой (в пробирке). Применяют, как правило, 0,5 н. растворы солей, 2 н. растворы кислот и щелочей.

Капельные реакции (капельный анализ). При полумикрометоде применяются капельные реакции, введенные в аналитическую практику Н. А. Тананаевым (1878-1959 г.г.). Эти реакции выполняются с каплями раствора, высокая чувствительность применяемых реактивов дает возможность обнаруживать весьма малые количества ионов. Капельный анализ можно проводить на фарфоровой пластинке с углублениями, на предметном стекле, положив его на белую бумагу, или на фильтровальной бумаге. При этом на пластинку или бумагу наносят 1-2 капли анализируемого раствора и 1-2 капли реактива, дающего характерное окрашивание или образование кристаллов. В случае использования фильтровальной бумаги анализ представляет особый интерес, так как используются капиллярно-адсорбционные свойства бумаги. Капля жидкости, нанесенная на бумагу, быстро рассасывается по капиллярам, а

окрашенное соединение адсорбируется на небольшой площади листа. При наличии в растворе нескольких веществ (ионов) скорость движения их может быть различной, что дает распределение ионов в виде концентрических зон. Наносить капли на пластинку или на бумагу можно капиллярной пипеткой, или стеклянной палочкой с заостренным концом, или тонкой платиновой (нихромовой) проволочкой с петелькой на конце. Для проведения капельных реакций на бумаге целесообразно употреблять обеззоленные фильтры типа «белая лента», которые применяют в количественном анализе, предварительно разрезав их на полоски.

Реакции в пробирке. Исследуемый раствор (2-3 капли) вносят в пробирку капиллярной пипеткой так, чтобы кончик пипетки не коснулся стенок пробирки. Соблюдая условия проведения реакции, прибавляют 2-3 капли раствора реагента. Наблюдают внешний эффект реакции.

Микрокристаллоскопические реакции. Каплю раствора помещают на чистое и сухое предметное стекло, рядом помещают каплю реагента и соединяют их стеклянной палочкой. Капля должна быть небольшой (d = 5-10 мм). Под микроскопом наблюдают форму кристаллов. Наблюдение начинают через некоторое время после внесения реагента. В

различных точках капли условия роста кристаллов различны. По периферии, где в большей степени испаряется растворитель, кристаллы образуются в первую очередь. В центре капли, где испарение не имеет большого значения, кристаллы появляются позже.

Реакции методом растирания. Небольшое количество исследуемого твердого вещества растирают на фарфоровой пластинке или в ступке с примерно равным количеством твердого реагента. Если в исследуемом веществе присутствуют ионы обнаруживаемого элемента, растертая смесь приобретает характерную окраску продукта взаимодействия этих ионов с реагентом. Например, при растирании минерала, содержащего соединение Fe(III) и NH_4SCN, смесь приобретает красную окраску вследствие образования $(NH_4)_mFe(SCN)_n$. Следует заметить, что большинство реакций при растирании твердых веществ идет с участием воды, адсорбированной из воздуха или содержащейся в данном соединении в виде кристаллизационной воды, и к реакциям сухим путем они могут быть отнесены лишь условно.

Обнаружение с использованием экстракции. Реакции проводят в пробирках с притертыми пробками. Для понижения предела обнаружения вещества соотношение

объемов органической и водной фаз обычно берут следующее: $V_O:V_B$ = 1:3; 1:4. К нескольким каплям испытуемого раствора в пробирке добавляют все необходимые реагенты и органический растворитель (5-10 капель), закрывают пробирку пробкой и взбалтывают в течение 1-2 мин. После расслаивания наблюдают окраску или люминесценцию слоя органического растворителя.

Реактивы. Используемые для выполнения аналитических реакций реактивы делятся на специфические, избирательные, или селективные, и групповые.

Специфические реактивы образуют характерный осадок или окрашивание только с определенным ионом. Например, реактив $K_3[Fe(CN)_6]$ образует темно-синий осадок только с катионом Fe^{2+}.

Избирательные, или селективные, реактивы реагируют с несколькими ионами, которые могут принадлежать к одной или к разным группам. Например, реактив KI реагирует с катионами Pb^{2+}, Ag^{+}, Hg_2^{2+} (II группа), а также с катионами Hg^{2+} и Cu^{2+} (VI группа).

Групповой реактив вступает в реакцию со всеми ионами данной группы. С помощью этого реактива ионы данной группы можно отделить от ионов других групп. Например, групповым реактивом II аналитической группы является

хлороводородная кислота, которая с катионами Pb^{2+}, Ag^{+}, Hg_2^{2+} образует белые труднорастворимые осадки.

Систематический анализ основан на том, что сначала с помощью групповых реактивов разделяют смесь ионов на группы и подгруппы, а затем уже в пределах этих подгрупп обнаруживают каждый ион характерными реакциями. Групповыми реагентами действуют на смесь ионов последовательно и в строго определенном порядке.

Дробный метод анализа основан на открытии ионов специфическими реакциями, проводимыми в отдельных порциях исследуемого раствора. Так, например, катион Fe^{2+} можно открыть при помощи реактива $K_3[Fe(CN)_6]$ в присутствии любых ионов. Так как специфических реакций немного, то в ряде случаев мешающее влияние посторонних ионов устраняют маскирующими средствами. Например, катион Zn^{2+} открывают в присутствии Fe^{2+} при помощи реактива $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$, связывая мешающий катион Fe^{2+} гидротартратом натрия в бесцветный комплекс. Дробный анализ имеет ряд преимуществ перед систематическим ходом анализа: возможность обнаруживать ионы в отдельных порциях в любой последовательности, экономия времени и реактивов.

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Задания:

1. Изучите правила техники безопасности и охраны труда в химической лаборатории.

2. Для самоконтроля дайте ответы на вопросы теста.

Контрольный тест

1. Если в химико-аналитической лаборатории химику на кожу попал раствор щелочи, то пораженное место после того, как щелочь смыли большим количеством воды, следует промыть раствором …

1) 1 – 2 % гидрокарбоната натрия
2) 3% пероксида водорода
3) 50% уксусной кислоты
4) 3% таннина
5) 1 – 2 % уксусной кислоты

2. В химико-аналитической лаборатории химику на кожу попал концентрированный раствор серной кислоты. Пораженное место промыли водой и раствором натрия гидрокарбоната с массовой долей ___%.

1) 3 2) 33 3) 30 4) 13 5) 0,03

3. В химико-аналитической лаборатории химику в глаза попали брызги натрия гидроксида. После промывания водой глаза следует обработать раствором…

1) карбоната натрия
2) гидрокарбоната натрия
3) борной кислоты
4) серной кислоты
5) уксусной кислоты

4. В аналитической химии существует классификация катионов, основанная на различной растворимости фосфатов, и данный метод анализа называется…

1) сероводородный

2) кислотно-основный
3) аммиачно-фосфатный

5. Вещество, которое используют для реакции обнаружения иона, в ходе которой присущи внешние проявления: образование осадка, изменение окраски раствора, выделение газпа и т. д., называют…

1) катализатором 2) экстрагентом
3) растворителем 4) реагентом

6. В ходе химических реакций металлы…

1) отдают электроны
2) принимают электроны
3) отдают и принимают электроны

7. Если в химико-аналитической лаборатории химик получил сильный термический ожог на руке, то необходимо …

1) поднести руку под проточную холодную воду
2) опустить руку в емкость с холодной водой и льдом
3) обожженное место смазать глицерином или приложить вату, смоченную спиртом
4) наложить вату или марлю, смоченную 3% р-ром кислоты
5) наложить вату или марлю, смоченную 3% р-ром танина

8. Исторически первой в аналитической химии была сероводородная классификация, главным недостатком которой, ограничивающим его применение, является…

1) использование ядовитого сероводорода
2) образование малорастворимых сульфидов
3) использование концентрированной серной кислоты
4) образование малорастворимых сульфатов
5) использование концентрированных щелочей

9. Согласно кислотно-основной классификации разделение катионов на группы основано на различной растворимости…

1) солей и гидроксидов катионов
2) солей, образованных катионами и анионами сильных кислот

3) гидроксидов катионов и их солей, образованных сильными кислотами

4) гидроксидов катионов и их солей, образованных слабыми кислотами

10. По кислотно-основной классификации выделяют __ аналитических групп катионов и __ групп анионов.

1) 6 и 3
2) 2 и 6
3) 5 и 3
4) 5 и 4

С правилами техники безопасности в лаборатории аналитической химии ознакомлен(а)

ПОДПИСЬ СТУДЕНТА _____

Лабораторная работа 2

Качественные реакции катионов I аналитической группы катионов и анализ их смеси

Актуальность темы. К катионам I аналитической группы относятся: Na^+, K^+, NH_4^+. Катионы натрия и калия играют важнейшую роль в жизнедеятельности организма человека: Na^+ участвует в передаче нервных импульсов, способствует удержанию воды в тканях; сульфат натрия применяют при отравлении солями бария и свинца; соли Li^+ применяют для лечения психических заболеваний (карбонат лития Li_2CO_3), а также заболеваний, связанных с отложением солей (например, подагры); хлорид калия применяется внутрь в виде 10%-ного раствора в качестве противоаритмического средства, для регуляции сердечной деятельности; перманганат калия $KMnO_4$ используют в медицине в качестве кровоостанавливающего, дезинфицирующего, антисептического средства.

Цель. Знать химико-аналитические свойства катионов I аналитической группы, их реакции идентификации для качественного химического контроля лекарственных средств; научиться проводить качественные реакции на отдельные катионы капельным методом и проводить анализ

смеси катионов I аналитической группы катионов дробным и систематическим анализом.

Содержание обучения

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ. К первой аналитической группе относятся катионы K^+, Na^+, NH_4^+. Большинство солей калия, натрия и аммония и их гидроксиды хорошо растворимы в воде.

Группового реагента нет.

Гидроксиды калия и натрия - сильные щёлочи, которые в водных растворах полностью ионизированы. Растворы солей калия и натрия, образованные слабыми кислотами, имеют щелочную реакцию среды (pH>7.) Соли калия и натрия, образованные сильными кислотами, не подвергаются гидролизу, и растворы их имеют нейтральную реакцию.

Раствор аммиака в воде - слабое основание. Растворы солей аммония, образованных сильными кислотами, имеют pH<7. В отличие от солей калия и натрия соли аммония разлагаются при нагревании, а поэтому могут быть удалены прокаливанием. Это свойство солей аммония используется для удаления катионов NH_4^+.

Конец ознакомительного фрагмента.
Приобрести книгу можно
в интернет-магазине
«Электронный универс»
e-Univers.ru