

Махачкала 2023

Основы аналитической химии и биохимии: методические указания к самостоятельной работе для студентов - по специальности 35.02.09. Водные биоресурсы и аквакультура

Приведены виды и содержание самостоятельной работы, необходимые для успешного изучения дисциплины.

Организация-разработчик: ФГБОУ ВО «Дагестанский государственный аграрный университет имени М.М. Джамбулатова»
Аграрно-экономический техникум

Разработчик:



Подпись

Далгатова Н.А.

(инициалы, фамилия)

Одобрено на заседании ПЦК

Общеобразовательных, общегуманитарных,
социально-экономических, математических
и естественнонаучных дисциплин
20 «декабря» 2023г., протокол № 4

Председатель ПЦК



Далгатова Н.А.

(инициалы, фамилия)

Содержание

Раздел I. Качественный химический анализ.....	7
Тема 1. Основы проведения качественного анализа.....	7
Тема 2. I-аналитическая группа катионов.....	9
2.1. Закон действия масс как основа качественного анализа.....	9
2.2. Теория электролитической диссоциации.....	10
Тема 3. II-я аналитическая группа катионов.....	13
Тема 4. III-я аналитическая группа катионов.....	16
Раздел II. Основы количественного анализа.....	22
Тема 1. Предмет и методы количественного анализа.....	22
Раздел III. Химические методы анализа.....	23
Тема 1. Гравиметрический (весовой) анализ.....	23
Тема 2. Титриметрический (объемный) анализ.....	26
Тема 3. Метод нейтрализации (кисотно-основное титрование).....	29
Заключение.....	33
Литература.....	

Раздел I. Качественный химический анализ

Тема 1. Основы проведения качественного анализа

Методы качественного анализа по способу исследования делятся на химические, физико-химические и физические.

Физические методы основаны на изучении физических свойств анализируемого вещества. К этим методам относятся спектральный, рентгеноструктурный, масс-спектрометрический анализы и др.

В физико-химических методах течение реакции фиксируется измерением определенного физического свойства исследуемого раствора. К этим методам относятся полярография, хроматография и др.

К химическим методам относятся методы, основанные на использовании химических свойств исследуемых веществ.

Реакции химических методов могут проводиться «сухим» и «мокрым» путем.

Анализ сухим путем – химические реакции, происходящие при накаливании, сплавлении и окрашивании. Анализ подразделяется на пирохимический анализ и анализ методом растирания.

Анализ мокрым путем – химические реакции, происходящие в растворах электролитов. По способу выполнения данный метод делится: микрокристаллоскопический и капельный анализы.

Методы качественного и количественного анализа в зависимости от количества анализируемого вещества делят на: макрометод (1-2 мл раствора или 0,1 гр. вещества); полумикрометод (0,05-0,1 мл раствора или 0,1 гр. вещества); микрометод (1-2 капли раствора или 0,001 гр. вещества). Аналитическая реакция – химический процесс, направленный на определение исследуемых веществ, на наличие заданных частиц.

Признаками аналитической реакции являются: выпадение или растворение осадка, изменение цвета раствора, выделение газообразного вещества, изменение окраски индикатора. При проведении аналитической реакции необходимо придерживаться определенных условий: концентрации реагирующих веществ, реакции среды, температуры. Специфическими называют аналитические реакции, аналитический эффект которых характерен только для одного иона в присутствии других ионов.

Ионы аммония, к примеру, можно обнаружить в смеси ионов, действуя на анализируемые образцы избытком раствора щелочи:



Важным условием правильного проведения анализа является чувствительность. Чувствительной называется такая реакция, при помощи которой можно открыть минимальное количество вещества или иона из наименьшего объема раствора. Количественно чувствительность характеризуется тремя взаимосвязанными параметрами:

1) открываемым минимум m ;

- 2) предельной концентрацией $C_{\text{пред}}$ или предельным разбавлением $V_{\text{пред}}$;
- 3) минимальным объемом предельно разбавленного раствора.

При помощи специфических реакций можно открывать соответствующие ионы непосредственно в отдельных порциях исследуемого вещества. Такой способ называют «дробным».

Контрольные вопросы и задания

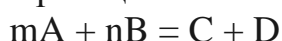
1. Дать определение аналитической химии.
2. Что понимают под аналитической реакцией, реагентом?
3. В чем сущность химических, физико – химических и физических методов качественного анализа?
4. В чём отличия «сухого» метода анализа от «мокрого»?
5. В чем заключается задача качественного анализа?
6. В чем заключается задача количественного анализа?
7. Назвать способы проведения аналитической реакции.
8. Какие условия необходимо соблюдать при проведении аналитической реакции?
9. Какие реакции называют чувствительными, какие - специфическими?
10. В чем отличие ионов от атомов и молекул?
11. В чем заключается метод растирания?
12. На чем основаны реакции окрашивания пламени?
13. В чем сущность микрокристаллоскопического исследования?
14. На чем основана классификация анионов?
15. Охарактеризуйте дробный и систематический ход анализа.

Тема 2. I аналитическая группа катионов

2.1. Закон действия масс как основа качественного анализа

Каждая химическая реакция протекает в течение некоторого промежутка времени и имеет определенную скорость. Скорость реакции характеризуется количеством вещества, вступившего в реакцию в единицу времени, или изменением концентрации одного из реагирующих веществ в единицу времени. Скорость реакции зависит от природы реагирующих веществ, от их концентрации, температуры и катализатора.

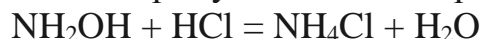
Аналитическая реакция должна протекать быстро и быть специфической и чувствительной. Как известно скорость химической реакции определяется концентрацией реагирующих веществ в соответствии с законом действия масс: скорость химической реакции прямо пропорциональна произведению активностей реагирующих веществ, взятых в степени их стехиометрических коэффициентов. Для разбавленных растворов коэффициенты активности =1 и активности равны концентрации. Запишем математическое выражение данного закона для химической реакции:



$$V = k [A]^m [B]^n$$

где k- коэффициент пропорциональности, называемый константой скорости.

Пример: Вычислить, во сколько раз увеличится скорость реакции



при увеличении концентрации реагентов в системе в 2 раза.

Решение. Запишем уравнения закона действия масс для исходного состояния системы до (V_1) и после увеличения давления (V_2):

$$V_1 = k [\text{NH}_4\text{OH}] [\text{HCl}]$$

$$V_2 = k (2[\text{NH}_4\text{OH}]) (2[\text{HCl}])$$

Найдем отношение этих скоростей:

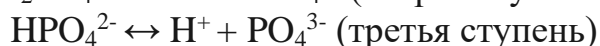
$$V_1/V_2 = \frac{k \cdot 4 \cdot [\text{NH}_4\text{OH}] \cdot [\text{HCl}]}{k \cdot [\text{NH}_4\text{OH}] \cdot [\text{HCl}]} = 4$$

Следовательно, при повышении концентрации в системе в два раза скорость реакции увеличивается в 4 раза.

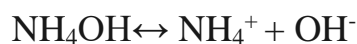
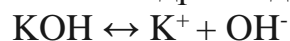
2.2. Теория электролитической диссоциации

Растворы всех веществ можно разделить на две группы: электролиты - проводят электрический ток, неэлектролиты - проводниками не являются. Это деление является условным, потому что все растворы вещества проводят электрический ток, все они в той или иной мере растворяются в воде и распадаются на катионы (положительно заряженные ионы) и анионы (отрицательно заряженные ионы). Диссоциация кислот, оснований и солей в водных растворах с помощью теории электролитической диссоциации дают определения и описывают свойства кислот, оснований и солей.

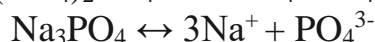
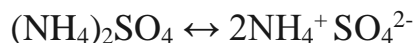
Кислотами называются электролиты, при диссоциации которых в качестве катионов образуются только катионы водорода. Например:



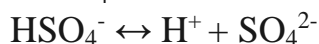
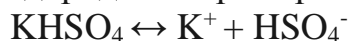
Основаниями называются электролиты, при диссоциации которых в качестве анионов образуются только гидроксид-ионы. Например:



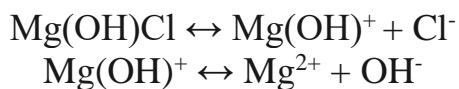
Солями называются электролиты, при диссоциации которых образуются катионы металлов а также катион аммония (NH_4^+) и анионы кислотных остатков. Например:



Так диссоциируют средние соли. Кислые же и основные соли диссоциируют ступенчато. У кислых солей вначале отщепляются ионы металлов, а затем катионы водорода. Например:



У основных солей вначале отщепляются кислотные остатки, а затем гидроксид-ионы.



Различают сильные и слабые электролиты.

Сильные электролиты при растворении в воде диссоциируют на ионы.

- 1) почти все соли;
- 2) многие минеральные кислоты, например H_2SO_4 , HNO_3 , HCl , HBr , HI , HMnO_4 , HClO_3 , HClO_4 ;
- 3) основания щелочных и щелочноземельных металлов.

Слабые электролиты при растворении в воде лишь частично диссоциируют на ионы. К ним относятся:

- 1) почти все органические кислоты;
- 2) некоторые минеральные кислоты, например H_2CO_3 , H_2S , HNO_2 , HClO , H_2SiO_3 ;
- 3) многие основания металлов (кроме оснований щелочных и щелочноземельных металлов), а также NH_4OH , который можно изображать как гидрат аммиака $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Для правильного проведения химической идентификации необходимо знать, что такое реакция среды и каковы методы определения реакции среды.

Вода представляет собой слабый электролит, поэтому она подвергается диссоциации в незначительной степени.

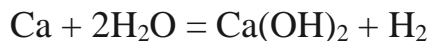
Водородным показателем называется взятый с отрицательным знаком десятичный логарифм активности ионов водорода в растворе:

$$\text{pH} = -\lg a_{\text{H}^+}$$

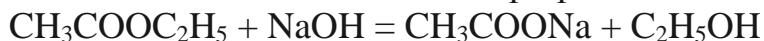
Водородный показатель определяет характер реакции раствора. Водородный показатель имеет большое значение для понимания большинства процессов, протекающих в жидкой фазе, так как ионы H^+ и OH^- непосредственно участвуют во многих из этих процессов.

Контрольные вопросы и задания

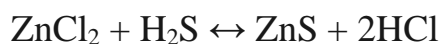
1. Определить изменение скорости химической реакции, если концентрация реагирующих веществ в системе изменится в три раза:



2. Назвать сильные электролиты класса кислот и оснований.
3. Какие ионы характеризуют свойства кислот, оснований?
4. Сформулировать закон действия масс. Какие факторы и как влияют на скорость химической реакции?
5. Определить изменение скорости химической реакции, если концентрация реагирующих веществ в системе изменится в три раза:



6. Что такое константа химического равновесия и как она выражается?
7. Записать выражение константы химического равновесия для следующей реакции в водном растворе:



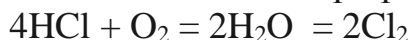
8. Что называют степенью диссоциации электролитов, от чего зависит ее величина? Привести примеры сильных и слабых электролитов.

9. Можно ли каким-либо реактивом осадить все катионы первой аналитической группы? Ответ обосновать.

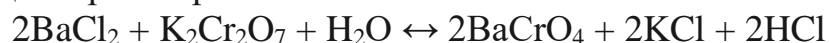
10. Записать выражение константы химического равновесия для следующей реакции в водном растворе:



11. Определить изменение скорости химической реакции, если концентрация реагирующих веществ в системе изменится в три раза:



12. Записать выражение константы химического равновесия для следующей реакции в водном растворе:



13. Что называется ионной атмосферой, какими величинами определяется ее размер?

14. Что такое pH? Какие вещества являются индикаторами? Назвать индикаторы, применяемые в аналитической химии.

15. Какие реакции называются обратимыми? Привести пример.

Тема 3. II аналитическая группа катионов

Процесс осаждения широко используется в качественном анализе, как для определения ионов, так и для их разделения. Реактивы, образующие осадки, можно разделить на специфические – дающие осадки в определенных условиях только с одним ионом, селективные – дающие осадок с группой ионов. К специфическим относятся большинство органических реактивов. К групповым реагентам относятся соляная кислота и серная кислота, щелочи и раствор аммиака.

Гидролиз – это взаимодействие вещества с водой. Гидролизу могут подвергаться химические соединения различных классов: соли, углеводы, белки, жиры и т.д. Важным случаем гидролиза является гидролиз солей.

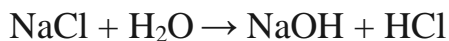
Показателем глубины гидролиза является *степень гидролиза h*, представляющая собой отношение концентрации гидролизованных молекул $C_{\text{гидр}}$ к исходной концентрации растворенных молекул электролита:

$$h = C_{\text{гидр}}/C$$

Гидролиз может быть обратимым и необратимым процессом.

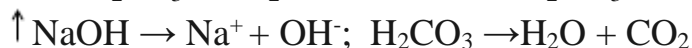
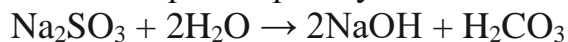
1 группа - соли, образованные сильной кислотой и сильным основанием.

Такие соли гидролизу не подвергаются, т.к. взаимодействия ионов солей с молекулами воды не происходит. Реакция среды в водных растворах таких солей будет нейтральной.



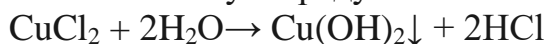
2 группа - соли, образованные слабой кислотой и сильным основанием.

Анионы кислотных остатков гидролизуются молекулами воды, накапливаются гидроксид - ионы, такой гидролиз называется гидролиз по аниону. Реакция среды водных растворов будет щелочной.



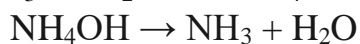
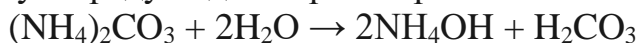
3 группа - соли, образованные сильной кислотой и слабым основанием.

Гидролизу подвергается ион слабого основания, данная соль гидролизуеться по катиону. В растворе происходит накопление катионов водорода, что указывает на кислотную среду.



4 группа - соли, образованные слабой кислотой и слабым основанием.

Такие соли подвергаются гидролизу полностью по катиону и аниону, проявляя нейтральную среду водного раствора.



Соли кальция участвуют в образовании костной ткани, регулирует работу нервной системы, препятствует возникновению в организме чужеродных образований и вирусов, необходим для формирования зубной эмали, зубов, ногтей, волос; обладает противовоспалительным и антиаллергическим действием; регулирует деятельность многих ферментов; способствует выведению из организма солей тяжелых металлов.

Много кальция в молочных продуктах, рыбе, морепродуктах, в капусте, орехах, в бобовых, семечках. Кальций содержится в яичных желтках, в горохе, чечевице, инжире, меде, яблоках, абрикосах, черной смородине, малине, изюме, кураге, черносливе, капусте, чесноке, моркови, ежевике, вишне, апельсине, персиках, клубнике, укропе, апельсинах, сельдерее.

Барий способствует расслаблению сердечной мышцы, но в большом количестве способен вызвать отравление организма. В организм человека поступает с водой и такими продуктами, как морепродукты, томаты, соя.

Контрольные вопросы и задания

1. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: AlCl_3 , $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$.
2. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: KBr , Li_2SO_3 , FeI_2 .
3. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: KCl , MgSO_4 , ZnCl_2 .
4. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: $(\text{NH}_4)\text{SiO}_3$, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, AgNO_3 .

5. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: NaCl , Na_3PO_4 , CaCO_3 .
6. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: Na_2CO_3 , BaCl_2 , NaCl .
7. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: BaCO_3 , NaNO_3 , CaCl_2 .
8. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, CaSO_4 , K_2SO_4 .
9. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: KI , FeCl_2 , NH_4Cl .
10. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: K_2SO_3 , MgSO_4 , ZnS .
11. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, CaCO_3 , BaCl_2 .
12. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: NaNO_3 , $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$, MnCl_2 .
13. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: Na_2CO_3 , NaBr , CuCl_2 .
14. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: BaCO_3 , NaNO_3 , ZnCl_2 .
15. Написать уравнения гидролиза и указать среду водного раствора для солей: BaSO_4 , FeS , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Тема 4. III аналитическая группа катионов

Комплексные соединения – это вещества определенного состава, состоящие из более простых, способных к самостоятельному существованию соединений. Комплексные соединения существуют как в твердом состоянии, так и в растворе, причем их образование не связано с возникновением новых электронных пар. Координационная теория комплексных соединений создана Альфредом Вернером (1839). Последователем Вернера был Лев Чугаев.

Комплексная частица — сложная частица, способная к самостоятельному существованию в кристалле или растворе, образованная из других, более простых частиц, также способных к самостоятельному существованию. Иногда комплексными частицами называют сложные химические частицы, все или часть связей в которых образованы по донорно-акцепторному механизму.

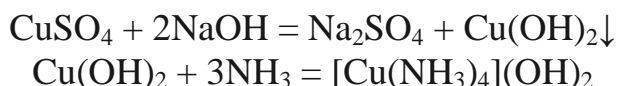
Комплексообразователь — центральный атом комплексной частицы. Обычно комплексообразователь — атом элемента, образующего металл, но это может быть и атом кислорода, азота, серы, йода и других элементов, образующих неметаллы. Комплексообразователь обычно положительно заряжен и в таком случае именуется в современной научной литературе **металлоцентром**; заряд комплексообразователя может быть также отрицательным или равным нулю.

Лиганды (Адденты) — атомы или изолированные группы атомов, располагающиеся вокруг комплексообразователя. Лигандами могут быть частицы, до образования комплексного соединения, представлявшие собой молекулы (H_2O , CO , NH_3 и др.), анионы (OH^- , Cl^- , PO_4^{3-} и др.), а также катион водорода H^+ .

Внутренняя сфера комплексного соединения — центральный атом со связанными с ним лигандами, то есть, собственно, комплексная частица.

Внешняя сфера комплексного соединения — остальные частицы, связанные с комплексной частицей ионной или межмолекулярными связями, включая водородные.

Пример: образования осадка гидроксида меди(II) и растворения его в водном аммиаке.



На примере данного соединения рассмотрим строение комплексных соединений.

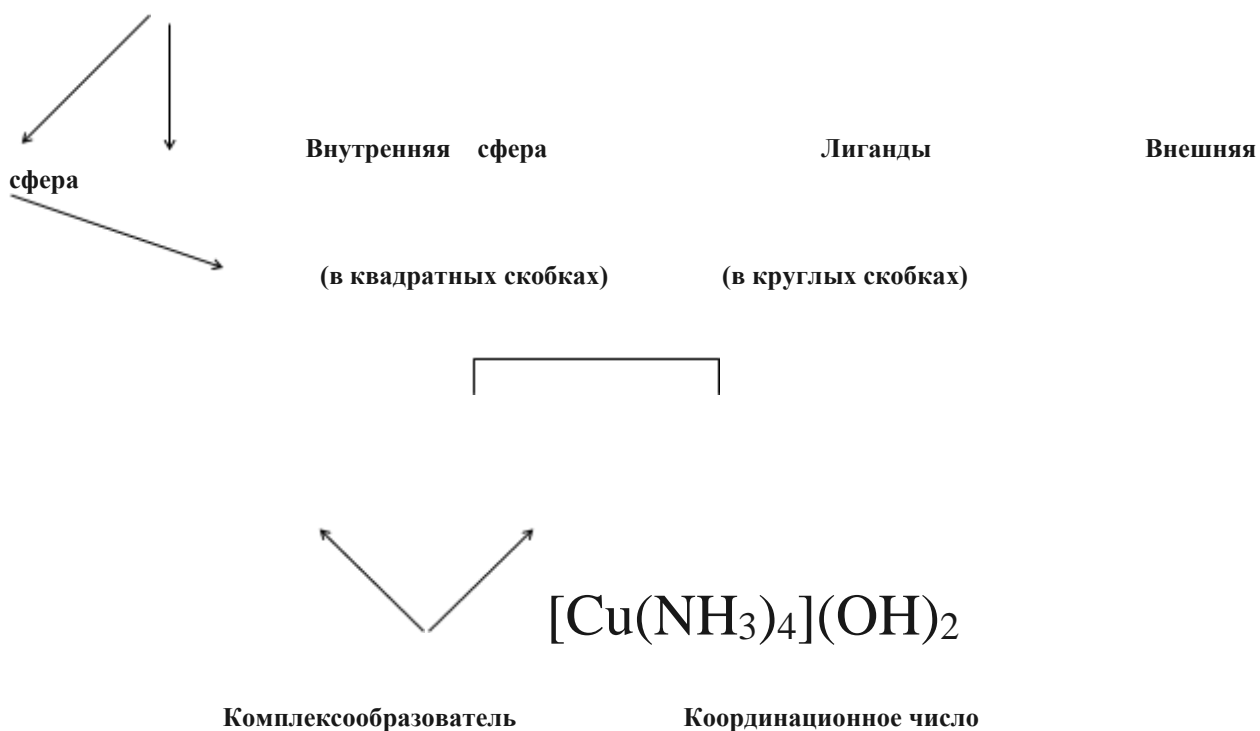
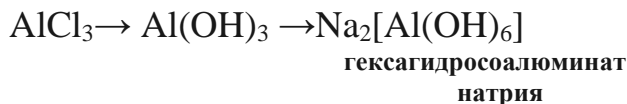


Схема превращений:



Координационное число (КЧ), показывающее число лигандов вокруг комплексообразователя, зависит от радиуса атома комплексообразователя и его заряда. Координационные числа обычно четные. В таблице показаны КЧ, в скобках — встречающиеся реже.

КЧ	Заряд комплексобразователя
2	+1
4(6)	+2
6(4)	+3
8(6)	+4

Формула комплексного соединения читается справа налево. Ионы лигандов внутренней сферы в названии приобретают суффикс «о»: Cl^- – хлоро, OH^- – гидроксо, CN^- – циано. Для координированной молекулы воды используют название «аква», для молекулы аммиака – «аммин» (с двумя м). Если комплексный ион является анионом, то его название имеет окончание «ат».

К комплексным соединениям, содержащим молекулярные монодентантные лиганды, относятся:

- 1) **Аммиакаты** — комплексы, в которых лигандами служат молекулы аммиака, например: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$, $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_4$ и др.
- 2) **Аквакомплексы** — в которых лигандом выступает вода: $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_2$, $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3$ и др.
- 3) **Карбонилы** — комплексные соединения, в которых лигандами являются молекулы оксида углерода(II): $[\text{Fe}(\text{CO})_5]$, $[\text{Ni}(\text{CO})_4]$.
- 4) **Ацидокомплексы** — комплексы, в которых лигандами являются кислотные остатки. К ним относятся комплексные соли: $\text{K}_2[\text{PtCl}_4]$, комплексные кислоты: $\text{H}_2[\text{CoCl}_4]$, $\text{H}_2[\text{SiF}_6]$.
- 5) **Гидроксокомплексы** — комплексные соединения, в которых в качестве лигандов выступают гидроксид-ионы: $\text{Na}_2[\text{Zn}(\text{OH})_4]$, $\text{Na}_2[\text{Sn}(\text{OH})_6]$ и др.

Существуют также многоядерные комплексные соединения, в которых два или несколько комплексобразователей соединены посредством лигандов. Например, двухъядерном комплексном соединении $[(\text{NH}_3)_5\text{Cr}-\text{OH}-\text{Cr}(\text{NH}_3)_5]$ два иона Cr^{+6} , являющихся комплексобразователями, связаны посредством группы OH . Такая связующая группа называется мостиковой.

При составлении названия комплексного соединения первым упоминается анион в именительном падеже, затем катион в родительном, независимо от того, какой из этих ионов комплексный. В названии комплексного иона сначала перечисляются лиганды в алфавитном порядке с приставками, обозначающими их число. Если комплексный ион – анион, название комплексобразователя содержит суффиксат. После названия указывается степень окисления центрального иона. Например,

- $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_4]$ – тетрахлороплатинат(II) аммония,
 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}$ – хлорид гексаамминкобальта(III).
 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ — хлорид тетраамминцинка(II)
 $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2]$ – диамминдихлорплатина (II)

Контрольные вопросы и задания

1. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $K_2[BeF_4]$; Б) тетрагидридоалюминат(III) лития.
2. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $Li[AlH_4]$; Б) гексацианоферрат (III) калия.
3. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $K_3[Fe(CN)_6]$; Б) тетрафторобериллат (II) калия.
4. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Ni(CO)_4]$; Б) дихлородиаминоплатина(II).
5. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Pt(NH_3)_2Cl_2]$; Б) гексацианоферрат(III) калия.
6. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Cu(NH_3)_4]_2$ Б) тетракарбонилникель.
7. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $(NH_4)_2[PtCl_4(OH)_2]$; Б) нитрат тетрааквалития.
8. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Cr(H_2O)_3F_3]$; Б) динитритохлоротриамминкобальт.
9. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Co(NH_3)_3Cl(NO_2)_2]$; Б) диоксотетрахлороплатинат(IV) аммония.
10. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Pt(NH_3)_4Cl_2]Cl_2$; Б) трифторотриаквахром.
11. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Li(H_2O)_4]NO_3$; Б) хлорид дихлотетраамминплатины(IV)
12. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $[Pt(NH_3)_2]Cl_2$; Б) триамминтринитрокобальтат.
13. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.
А) $K_2[SiF_6]$; Б) диамминдихлорплатина (II).
14. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.

А) $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_2$;

Б) тетраамминплатохлорид.

15. Дать название соединению. Составить координационную формулу соединения.

А) $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]$

Б) дихлородиаминоплатина.

Раздел II. Основы количественного анализа

Тема 1. Предмет и методы количественного анализа

Количественный анализ - совокупность химических, физико-химических и физических методов определения количественного соотношения компонентов, входящих в состав анализируемого вещества. Методами количественного анализа пользуются в санитарно-гигиенических лабораториях для анализа продуктов питания, питьевой воды т.п.

В зависимости от объекта исследования различают неорганический и органический количественный анализ, разделяемый, в свою очередь, на элементный, функциональный и молекулярный анализ. *Элементный анализ* позволяет установить содержание элементов (ионов), *функциональный анализ* – содержание функциональных (реакционноспособных) атомов и групп в анализируемом объекте. *Молекулярный* количественный анализ предусматривает анализ индивидуальных химических соединений, характеризующихся определенной молекулярной массой. Важное значение имеет так называемый *фазовый анализ* – совокупность методов разделения анализа и анализа отдельных структурных (фазовых) составляющих гетерогенных систем. Важная характеристика методов количественного анализа – точность, то есть значение относительной ошибки определения; точность и чувствительность в количественном анализе выражают в процентах.

По своему характеру ошибки анализа подразделяются на систематические, случайные и промахи.

К классическим химическим методам количественного анализа относятся: *гравиметрический и объемный анализ*.

Раздел III. Химические методы анализа

Тема 1. Гравиметрический (весовой) анализ

Гравиметрический, или весовой, анализ, один из важных методов количественного химического анализа, основан на точном измерении массы вещества, выделенного либо в элементарном виде, либо в виде соединения определенного и постоянного состава.

Выделяют весы трех классов:

- 1) 3 класс - торговые весы с допустимой погрешностью до 1гр.;
- 2) 2 класс - теххимические (лабораторные) весы с допустимой погрешностью до 0,01гр.;
- 3) 1 класс - аналитические весы с допустимой погрешностью до 0,001гр.

Приступая к взвешиванию, нужно помнить, что аналитические весы представляют собой чувствительный физический прибор, обращение с которым требует весьма большой аккуратности и осторожности. Чтобы весы не портились, и взвешивание давало точный результат, нужно строго соблюдать следующие правила:

- перед каждым взвешиванием проверить состояние весов;
- какие бы неисправности не были замечены при осмотре весов, чтобы ни случилось с ними во время работы, ни в коем случае нельзя исправлять весы самостоятельно;
- не сдвигать весы с занимаемого места;
- не ставить на чашки весов влажных и грязных предметы;
- не взвешивать горячих (или слишком холодных) предметов, что может вызывать изменение длины коромысла весов и привести к неправильным показаниям;
- для уменьшения влияния погрешностей взвешивания на результаты анализа все взвешивания желательно проводить на одних и тех же весах, пользуясь одним и тем же набором разновесов (гирь).
- не опираться на полку, на которой установлены весы во избежание нарушения условий их работы.

Гравиметрическое определение состоит из нескольких этапов. После отбора и растворения пробы, содержащей анализируемое вещество, выполняются следующие операции:

- 1) Осаждение осадка - обычно проводят из горячих растворов, их высокая температура способствует образованию крупнокристаллического осадка. Раствор осадителя большей частью вливают небольшой струей, непрерывно помешивая.
- 2) Фильтрование и промывание осадка - фильтрую ч/з бумажный фильтр, а так же ч/з воронки с пористым дном.
- 3) Промывание осадка - промывание проводят методом декантации.
- 4) Высушивание осадка - проводят в сушильном шкафу в бюксах (стеклянных колбах с крышкой).
- 5) Прокаливание осадка - выполняют в фарфоровых тиглях, используя для этого муфельную печь. Прокаливание проводят несколько раз, пока масса осадка не станет постоянной.

Весовая форма – масса окончательно полученного осадка после операций (В).

6)Вычисление результатов осадков.

Вычисление в гравиметрическом анализе:

1. Определение влажности - содержания гигроскопической воды в анализируемом веществе (в процентах) по формуле: $X = ((A-B)/A) \cdot 100\%$, где

X- влажность, %; A- масса навески до высушивания, г; B- масса весовой формы после высушивания, г.

2. Определение зольности - содержания неорганической части анализируемого вещества (в процентах) по формуле: $X=(B/A)*100\%$, где X- зольность, %; A- масса навески до прокаливания, г; B- масса весовой формы после прокаливания, г.

3. Определение содержания элемента в веществе при процедурах по формуле: $X=((n*Ar*B)/(Mr*A))*100\%$, где X – содержание элемента, %; n- число атомов элемента в веществе; Ar- атомная масса элемента; Mr- молекулярная масса вещества; A- масса навески, г; B- масса весовой формы, г.

Контрольные вопросы и задания

1. В чем сущность гравиметрического метода анализа?
2. Какими весами пользуются при лабораторных исследованиях?
3. Что такое навеска, весовая форма?
4. Какими операциями пользуются при весовом анализе?
5. Какими приборами и посудой пользуются при высушивании?
6. Какими приборами и посудой пользуются при прокаливании?
7. Как вычислить влажность вещества?
8. Как вычислить зольность вещества?
9. С помощью, какой формулы возможно определение содержания химического элемента в исследуемом веществе?
10. Какой объем осадителя рекомендуется брать для анализа? Какие факторы влияют на полноту осаждения осадка?
12. Есть ли разница между химическими формулами осаждаемой и гравиметрической форм осадка, образующегося при осаждении иона бария раствором серной кислоты?
13. Как уменьшить растворимость осадка?
14. Как классифицируются методы количественного анализа?
15. Каково основное условие выпадения осадка? Какие требования предъявляются к осадителю?

Тема 2. Титриметрический (объемный) анализ

Объемный анализ – это совокупность методов химического количественного анализа, основанных на измерении объемов для установления концентрации (содержания) определяемого вещества.

Титриметрический анализ широко применяется в биохимических, клинических, санитарно-гигиенических и других лабораториях в экспериментальных исследованиях и для клинических анализов.

Титрированный (стандартный, рабочий) раствор - это раствор реагента с точно известной концентрацией, который используют для реакции с раствором анализируемым веществом.

Титрование – процесс приливания стандартного раствора к исследуемому раствору вещества.

Рис. 2. Приборы для титрования

Реакции, используемые при титриметрическом анализе, предъявляются следующие требования:

- вещества должны реагировать в строго количественных (стехиометрических) отношениях без побочных реакций;
- реакции должны протекать быстро и практически до конца;
- для установления точки эквивалентности необходимо применять достаточно надежные способы;
- влияние посторонних веществ на ход реакции должно быть исключено.

Кроме того, желательно, чтобы при титриметрическом анализе реакции протекали при комнатной температуре.

Операция объемного анализа.

1. Приготовление стандартного раствора.
2. Выбор индикатора.
3. Установление титра и нормальной концентрации стандартного раствора.
4. Титрование раствора, анализирующего вещества стандартным раствором.
5. Вычисление результатов анализа.

Классификация титриметрических методов анализа в зависимости от типа химической реакции:

1. Метод нейтрализации (кислотно-основное титрование).
2. Окислительно-восстановительного титрования (редоксиметрия).
3. Метод осаждения.
4. Метод комплексообразования (комплексометрия).

Измерительная посуда и ее назначение: бюретки - стеклянная градуированная трубка с дозатором для определения объема затраченного стандартного раствора, пипетки для забора определенного количества раствора, колбы для титрования и мерные цилиндры для отмеривания определенного объема раствора.

Способы выражения концентрации растворов:

- 1) Массовая доля растворённого вещества $w(B)$ - это безразмерная величина, равная отношению массы растворённого вещества к общей массе раствора m или отношению массы растворённого вещества к произведению плотности раствора и объема:

$$W(B) = \frac{m(B)}{m(P)} \cdot 100\%;$$

$$W(B) = \frac{m(B)}{V(P) \cdot \rho} \cdot 100\%$$

- 2) Молярная концентрация $C_M(B)$ показывает, сколько моль растворённого вещества содержится в 1 литре раствора (M ; моль/л).

$$C_M(B) = \frac{n(B)}{V(p)} = \frac{m(B)}{C_M(B) \cdot V}$$

где $M(B)$ - молярная масса растворенного вещества г/моль, $m(B)$ - масса вещества, г; V - объем раствора, л.

3) Нормальность раствора обозначает число грамм-эквивалентов данного вещества в одном литре раствора или число миллиграмм-эквивалентов в одном миллилитре раствора.

$$C_N(N) = \frac{m \cdot 1000}{\Xi \cdot V(p)}$$

Где m - масса вещества, г; $V(p)$ - объем раствора, л; Ξ - эквивалент вещества. Грамм - эквивалентом вещества называется количество граммов вещества, численно равное его эквиваленту. Для сложных веществ - это количество вещества, соответствующее прямо или косвенно при химических превращениях 1 грамму водорода или 8 граммам кислорода.

Ξ основания = M основания / число замещаемых в реакции гидроксильных групп
 Ξ кислоты = M кислоты / число замещаемых в реакции атомов водорода
 Ξ соли = M соли / произведение числа катионов на его заряд.

4) Титр – отношение массы растворенного вещества к объему раствора (г/мл); отношение произведения нормальной концентрации и объема раствора на 1000.

$$T = \frac{m(B)}{V(P)} = \frac{C_N \cdot V}{1000}$$

Расчеты в объемном анализе: отношение объемов растворов реагирующих веществ равно обратному отношению их нормальных концентраций.

$$\frac{V(1)}{V(2)} = C_{N2} / C_{N1}$$

Контрольные вопросы и задания

1. В чем сущность титриметрического объема?
2. Что такое титрование?
3. Что такое стандартный раствор, в чем его роль?
4. Сущность точки эквивалентности?
5. Почему при титриметрическом анализе часто используют индикаторы? Какие бывают индикаторы?
6. Какой измерительной посудой пользуются при титровании?
7. Перечислить способы выражения концентраций растворов.
8. Что такое эквивалент, способы его вычисления.
9. Назвать метод титриметрического анализа. Что лежит в основе методов?
10. Описать принцип действия кислотно-основных индикаторов. Что такое интервал перехода? Как его рассчитать?
11. Что такое титр, титрованный раствор.
12. Назвать наиболее распространенные индикаторы, их окраску в различных средах.
13. Привести формулы для расчетов результата анализа в титриметрическом анализе.
14. В каких единицах выражают титр? Что такое титр?
15. Какие реакции, используются при титриметрическом анализе, и предъявляются к ним требования?

Тема 3. Метод нейтрализации (кислотно-основное титрование).

Метод нейтрализации применяется для количественного определения кислот, оснований и солей (которые реагируют с кислотами и основаниями в стехиометрических соотношениях, например Na_2CO_3 , NH_4Cl , и др.)

Метод кислотно-основного титрования основан на реакциях взаимодействия между кислотами и основаниями, то есть на реакции нейтрализации:



В зависимости от титранта метод кислотно-основного титрования подразделяют на *ацидиметрию*, если титрантом является раствор кислоты, и *алкалиметрию*, если титрантом является раствор основания.

Рабочие растворы в основном готовят как вторичные стандартные растворы. Согласно правилу эквивалентности титрование необходимо продолжать до тех пор, пока количество прибавленного реагента не станет эквивалентным содержанию определяемого вещества. Наступающий в процессе титрования момент, когда количество стандартного раствора реагента (титранта) становится теоретически строго эквивалентным количеству определяемого вещества согласно определенному уравнению химической реакции, называют точкой эквивалентности.

Момент, при котором происходит наблюдаемое изменение цвета индикатора, называют конечной точкой титрования. Это то количество титранта, которое необходимо для взаимодействия с индикатором.

Кислотно-основные индикаторы - это органические вещества, способные обратимо изменять свою окраску в растворе при изменении рН среды.

Переход одной окраски, присущей молекулярной форме кислотно-основного индикатора, в другую, свойственную его ионной форме, происходит под влиянием H^+ или OH^- ионов, то есть зависит от рН раствора. Методы окислительно-восстановительного титрования основаны на реакциях окисления - восстановления. Их называют обычно по используемому титранту-окислителю, например, иодометрия, перманганатометрия, броматометрия, дихроматометрия.

В процессе титрования изменяется потенциал окислительно - восстановительной системы при изменении соотношения концентраций окисленной и восстановленной форм титранта и титруемого вещества.

Конечную точку титрования устанавливают:

- 1) по исчезновению или появлению окраски титранта (например, перманганата) или титруемого вещества;
- 2) с помощью окислительно - восстановительных индикаторов – органических соединений, изменяющих свою окраску в результате окисления или восстановления;
- 3) с помощью специфических индикаторов, образующих интенсивно окрашенные соединения с одним из компонентов окислительно-восстановительной системы. Для количественного определения подходят только те реакции, которые:

- протекают до конца;
- проходят быстро;
- образуют продукты определенного состава;
- позволяют фиксировать точку эквивалентности;
- не вступают в побочные взаимодействия;
- являются необратимыми.

Редоксиметрия. Метод окисления – восстановления основан на окислительно-восстановительных реакциях, происходящих между стандартным раствором и определяемым веществом. Если стандартный раствор содержит окислитель(восстановитель), то определяемое вещество должно содержать соответственно восстановитель (окислитель).

Методы редоксиметрии применяются для количественного определения окислителей и восстановителей.

Метод нейтрализации используют для определения кислотности в кисломолочном сырье (творог), мясных полу-фабрикатах для определения свежести, готовых блюдах (кислых супах).

Перманганатометрия. При перманганатометрическом титровании в качестве титранта применяют раствор перманганата калия. Титрование можно проводить в кислой среде, нейтральной среде и щелочной среде.

Растворы KMnO_4 готовят обычно 0,1 или 0,05 н. Перманганат калия является сильным окислителем и изменяет свою концентрацию в присутствии самых различных восстановителей – органических примесей, аммиака. Метод перманганатометрии используют при определении количества поваренной соли в полуфабрикатах и готовых блюдах.

Иодометрия. В основе йодометрического титрования лежат реакции восстановления свободного йода до иодид - ионов и окисление иодид-ионов в свободный йод.

Иодометрический метод применяют для определения содержания крахмала в муке, крупах, хлебе и других продуктах.

Контрольные вопросы и задания

1. Сущность метода нейтрализации. Какая химическая реакция лежит в основе этого метода?
2. Что такое стандартный или титрованный раствор?
3. Сущность перманганатометрии.
4. Роль индикаторов в данном методе.
5. Сущность перманганатометрии, превращения перманганат- иона в кислой, нейтральной и щелочной средах.
6. Сущность иодометрии.
7. Что называется индикатором? Какие индикаторы применяются в методе нейтрализации?
8. Как правильно подобрать индикатор к данному случаю титрования?
9. Где применяют метод нейтрализации?

10. Где применяют метод перманганатометрии?
11. Когда устанавливают конечную точку титрования?
12. Кислотно-основные индикаторы это- ...
13. Какие реакции лежат в основе метода иодометрии?
14. Какие вещества можно определять перманганатометрическим методом?
15. Почему нельзя приготовить точный раствор KMnO_4 прямо из навески?

Заключение

Контрольная работа представляет собой отчет студента о том, насколько он овладел материалом по данному курсу. Содержание контрольной работы охватывает основной материал следующих разделов: «Качественный химический анализ» и «Основы количественного анализа». При этом обеспечивается одинаковая трудность контрольных вопросов и задач для всех вариантов, чтобы можно было выявить знания студентов по определенной теме, разделу, а также понимание сущности изучаемых предметов и явлений, их закономерностей, умения самостоятельно делать выводы и обобщения, творческое использование знаний и формирование профессиональных компетенций.

Варианты

1 вопрос по выбору студента из каждой темы (всего получается в контрольной работе 7 вопросов с ответами на них)

Литература

1. Гузей Л.С. Суровцева Р.П. Химия 10 класс: учеб. заведений .-3-е изд., -М.: Дрофа, 2000
2. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений - Ростов н/Д: Феникс, 2013
3. Саенко О.Е. Химия для колледжей: Изд. 4-е доп. и перераб.- Ростов н/Д: Феникс, 2012
4. [ects.ru>images/422/File/posobie_po_analiticheskoj...](https://ects.ru/images/422/File/posobie_po_analiticheskoj...)
5. [belstu.by>БГТУ>Аналитическая химия](https://belstu.by/>БГТУ>Аналитическая химия)
6. metod.gixx.ru>analit_lect_1.html
7. ru.wikipedia.org Комплексные соединения