

Шығыс Қазақстан облысы
әкімдігінің білім
басқармасы
КМКҚ «Геология барлау
колледжі»



КТКП «Геологоразведочный
колледж» управления
образования Восточно-
Казахстанского областного
акимата

**1514000 «Экология және жер қойнауын пайдалану салаларындағы табиғи ресурстарды
тиімді қолдану» мамандығына арналған
«Аналитикалық әдістер» оқу іс-тәжірибесінен
ӘДІСТЕМЕЛІК НҰСҚАУ**

Оспанова А.К., Мухаметжанова А.К

**1514000 «Экология және жер қойнауын пайдалану салаларындағы табиғи ресурстарды тиімді қолдану» мамандығына арналған
«Аналитикалық әдістер» оқу іс-тәжірибесінен
ӘДІСТЕМЕЛІК НҮСҚАУ**

Колледждің әдістемелік кеңесінде бекітілген

Әзірленген 2011
(мерзім)

Қайта өңдеген 2020
(мерзім)

Семей қаласы, 2020 ж.

Оспанова А.К., Мухаметжанова А.К. 1514000 «Экология және жер қойнауын пайдалану салаларындағы табиғи ресурстарды тиімді қолдану» мамандығына арналған «Аналитикалық әдістер» оқу іс-тәжірибесінен әдістемелік нұсқау – 77 бет.

Оқу тәжірибеге берілген сағаттары:

I семестр _____

II семестр _____

III семестр 108

IV семестр 108

V семестр _____

VI семестр _____

VII семестр _____

Соңғы бақылау: сынақ

Экологиялық ПБ отырысында қарастырылды және бекітілді

Хаттама № 5 «Б» 02 2020 ж.

Экологиялық ПБ аға оқытушысы А.Оспанова Оспанова А. К.

Мазмұны

	Бөлімдер мен тақырыптардың атауы	бет
1.	Пәннің тақырыптық жоспары	4
1	І Бөлім. Зертханалық жұмыстардың техникасы. Тәжірибенің мазмұнымен танысу. Еңбекті қорғау мен қауіпсіздік техникасы бойынша нұсқаулық	5
2	Сынамаларды талдауға дайындау. Жабдықтармен, химиялық ыдыстармен және реактивтермен жұмыс.	6
3	ІІ Бөлім. Сапалық талдау. Бірінші топ катиондарының қоспасының жүйелік талдауы.	12
4	Үшінші топ катиондарының қоспасының жүйелік талдауы.	15
5	Алтыншы топ катиондарының қоспасының жүйелік талдауы.	17
6	Химиялық микроталдаудың негіздері.	22
7	Сапалық талдау. Органикалық қоспаларды талдау.	28
8	ІІІ Бөлім. Сандық талдау. Гравиметриялық талдау.	32
9	Барий хлоридінің құрамындағы кристалдық су мөлшерін анықтау және ылғалдылықты анықтау.	34
10	Барий хлоридінде барийді анықтау.	35
11	Темір (ІІІ) хлориді ерітіндісінде темірді анықтау.	38
12	Зерттелетін суларда құрғақ және кептірілген қалдықты анықтау. Сулы сіріндіде сульфат-ионын анықтау.	39
13	Өсімдік материалындағы құрғақ заттардың құрамын сандық талдау әдісі бойынша анықтау.	40
14	Топырақ құрамындағы гигроскопиялық суды анықтау. Топырақтардың күлділігін анықтау.	41
15	Титриметриялық талдау.	42
16	Натрий карбонаты бойынша тұз қышқылының ерітіндісін стандарттау.	46
17	Қышқылдық-негіздік титрлеу. Қымыздық қышқылы бойынша сілтінің ерітіндісін стандарттау.	48
18	Судың жалпы және карбонатты қаттылығын анықтау.	50
19	Қымыздық қышқылы бойынша калий перманганатының ерітіндісін стандарттау. Мор тұзында темірді анықтау.	53
20	Иодометрияға ерітінділерді дайындау және олардың титрлерін белгілеу.	56
21	Мор тәсілі бойынша хлор иондарын анықтау.	58
22	Жемістер мен көкөністердің, сүттің, нанның, топырақтың жалпы қышқылдылығын анықтау	60
23	ІV Бөлім. Талдаудың физикалық-химиялық әдістері. Талдаудың оптикалық әдістері. Фотоэлектрколориметрия. Ерітіндідегі мысты фотометриялық анықтау.	61
24	Сульфосалицил қышқылының көмегімен темірдің (ІІІ) қоспаларын анықтау.	63
25	Фотометриялық әдіспен күкірті зерттеу. Турбидиметрия. Нефелометрия.	67
26	Талдаудың электрохимиялық әдістері. Аппаратураның құрылысымен танысу. Потенциометриялық әдіспен топырақ сіріндісінің рН анықтау.	69
27	Талдаудың хроматографиялық әдістері. Сандық талдаудағы ионалмасу хроматография.	72
28	Тұздарды хроматографиялық әдіс арқылы бөлу.	75
29	Радиометриялық зерттеулер (дозиметрия)	76
30	Тәжірибе бойынша есепті құру. Сынақ	77

Тақырыбы: Тәжірибенің мазмұнымен танысу.
Еңбекті қорғау мен қауіпсіздік техникасы бойынша нұсқаулық.

Аналитикалық зертханада жұмыс істегенде қауіпсіздік техникасының ережелерін қатаң сақтау қажет. Ұқыпсыздық, мұқиятсыздық, құрылғылармен және химиялық заттардың қасиеттерімен жеткіліксіз танысу, химиялық тәжірибенің тиімсіз өткізу қауіпті жағдайды тудыру мүмкіндігі туралы әрқашан есте сақтау керек. Заттармен ұқыпты жұмыс жасау және кіші мөлшердегі реактивтермен жұмыс, сәйкес қорғау шараларын қолдану сапалық талдайдағы қауіпті түбімен жоққа шығарады.

Химия зертханадағы қауіпсіздік техникасының ережелері

1. Тапсырманың жасауына көшу жұмыс жоспарын құрғаннан кейін және оқытушының рұқсатымен болады.
 2. Жұмысты жасағанда аналитикалық реакцияның өткізу жағдайларын атқару және қажетті реактивтердің санымен шектелу керек. Қажетті реактивті алғанда міндетті түрде этикеткадағы жазуды оқу керек.
 3. Улы, ұшқыш, жағымсыз иіспен болатын тәжірибені өткізу сорап алатын шкафта өткізу керек.
 4. Реактивтердің дәмін татуға болмайды, себебі олардың көбі улы болып табылады.
 5. Сұйықтықты сынамада қыздырғында сынаманың ауызы адам жоқ жаққа қарау керек. Сұйықтықты құйып немесе қыздырып тұрғанда құйма үстінен еңкеюге болмайды, себебі ертіндінің шашыратуы және т.б. мүмкін.
 6. Ертіндінің иісін анықтау кезінде қолмен ауа қозғалуын өзіне қаратып қимыл жасау керек.
 7. Концентрліген қышқылдарды еріту кезінде қышқылды суға құю керек, керісінше емес.
 8. Сынамадағы немесе колбадағы ертінді шайқау үшін оны тығындымен жауып шайқайды.
 9. Пипеткаға сұйықтықты ауызбен сорып алуға еш жағдайда болмайды. Концентрліген қышқылдарды, сілтілерді, улы ертінділерді, агрессивті сұйықтықтарды пипеткаға алу резинка грушаның көмегімен жасалады.
 10. Зертханада өшірілмеген горелкаларды, плиткаларды, сулы моншаны қараусыз қалдыруға болмайды. Жанып тұрған горелканың қасында эфир, спирт және т. б. жанғыш заттарды ұстауға тиым салынады.
 11. Жеңіл жанғыш заттармен және жанғыш сұйық заттармен жұмысты соратын шкафта, жартылай ашық есіктерімен және қосылған вентиляциясымен, газды горелкалар мен электр құрылғылары өшірілген болғанда өткізу керек.
 12. Пайдаланылған жанғыш сұйық заттарды арнайы тығыз жабылатын ыдысқа жинап, жоюға және қайтадан жаңартуға береді.
 13. Қолданылған күміс нитратының ертінділерін арнайы қаралау шыныдан жасалған ыдысқа құяды.
 14. Оқушылар өртке қарсы қауіпсіздік ережелерін меңгеріп, оларды өз жұмысында қолдану керек.
 15. Бет немесе қолды қышқылмен немесе сілтімен күйдірген жағдайда адамға бірінші көмек көрсету керек: жарақатталған орнын үлкен су мөлшерімен жуып, кейін қышқылмен күйдіріп қалғанда 1% аммоний гидроксидінің ертіндісімен немесе 1% натрий гидрокарбонат ертіндісімен жағу керек, ал сілтімен- 1% сірке қышқылының ертіндісімен өңдеу. Екі жағдайда да этил спиртімен суланған дәке таңу қажет.
- Қышқылдың немесе сілтінің көзге тиген жағдайда көзді үлкен су мөлшерімен жуып, кейін ертілген ас сода ертіндісімен немесе 1% бор қышқылымен шаю керек (сілті тиген жағдайда)
- Ауыз және ерінді қышқыл, сілті, ауыр металл ертіндісімен күйдірген жағдайда сүт, ақуыз немесе сұлы ертіндісін ішу керек. Ауыз қуысын қышқылмен күйдірген кезде ауызды май немесе магний оксиді сулы суспензиясымен жуады, ал сілтімен күйдіргенде ауызды 1% сірке немесе лимон

қышқыл ертіндісімен шаю керек. Газдармен уланып қалған жағдайда адамды таза ауаға шығарып, сүтті ішкізіп нашатырь спирт буларымен дем алу керек..

Реактивтердің барлығы тазалықта ұстануы керек. Жалпы пайдалануға арналған реактивті шыны құбырға (реактивті склянка) пайдаланылмаған реактивті құйып тастау қатаң болмайды. Шыны құбырдан құрғақ затты алу осы затты алуға арналған шпательмен алу керек. Әр түрлі шыны құбырлардың өз тығынды мен пипеткалары болады және оларды шатастыру еш жағдайда болмайды. Жұмыс үстеліне пипетканы қою болмайды. Әрбір тамшыурдың пипеткасы тиісті тамшыуырында тұру керек. Жеке пайдалану үшін арналған пипеткалар мен шыны таяқшалар таза дистилденген суы бар сынауықтарда немесе стакандарда тұру керек. Ыдыс тазалығына ерекше назар аудару керек. Ыдысты краннан ағатын сумен арнайы құрал көмегімен, ершикпен, жуады.

Майлы ыдысты ағынды сумен жуып, одан кейін хромды қоспамен және қайтадан бірнеше рет сумен жуады. Кейін ыдысты жұғыштығы дистилденген сумен шайып аударылған қалыпта кептіруге қояды.

Пипеткаларды пайдаланғаннан кейін жуады. Пипеткалардағы резинка қақпақшаны шешіп, пипетканың кең тесігіне суды құйып жуады. Резинка қақпақшаны дистилденген сумен шаяды.

Сынауыққа қатты жабысып қалған тұнбаны ерітілген тұз немесе азот қышқылдарында немесе сілтіде ерітумен жоюға болады. Бірақ мұндайды тұнба қандай және қай ертіндіде ериді екені белгілі болса ғана жасау дұрыс болады.

Жұмыс жасағанда ертінділері және тұнбалары бар сынауықтарды арнайы қаламмен белгілеу қажет. Бұл бір уақытта бірнеше амал жасауға мүмкіндік береді және талдайды жасай үшін қажетті уақытты қысқартады.

Зертханада жұмыс істейтін әр адам зертханалық журнал жүргізу керек. Жазуларды нақты және ұқыпты жүргізу керек, тәжірибе жасап, қорытынды алғаннан соң журналды толтыру керек. Бөлек басқа беттерде жазып, дәптерге кейін көшіруге болмайды.

Кез-келген амал жасауда реактивтер мен дистилденген су және газ бен электр энергиясын тиімді пайдалану керек.

Жұмысты аяқтағаннан кейін жұмыс орнын жинау, газды горелканы өшіру, электрлік құрылғыларды сөндіру, су өткізетін кранды жабу қажет.

Өртті сөндіру.

Өрттің пайда болу жағдайында газды өшіріп, электр құрылғыларын, жанғыш заттарды оттан алысырақ алып тастау керек. Өрт шығу орнын құммен сеуіп тастап немесе жүнді немесе киіз көрпемен жауып тастау керек. Немесе отты арнайы құрал өртсөндіргіш көмегімен сөндіру керек. Өртті сумен әр жағдайда сөндірмейді, мысалы тығыздығы бірден кем керосин және т.б. органикалық жанғыш заттардың жану кезінде сумен сөндіру өрттің ұлғаюына апарады. Өрт ұлғаю жағдайда күрт өртсөндіргіш командасын шақыру керек. Киім жану кезінде жәбірленуші үстің жүн немесе киіз көрпемен жабады, оттың өшірілмеуіне дейін алмайды

Тақырыбы: Сынамаларды талдауға дайындау.

Жабдықтармен, химиялық ыдыстармен және реактивтермен жұмыс.

Мақсаты: Химиялық реактивтер мен құрал-жабдықтар түрлерімен танысу. Сынама түрлерімен, оларды талдауға дайындауды үйрену.

Химиялық реактивтермен жұмыс.

Түріне қарай реактивтер 2 негізгі топқа бөлінеді:

-арнайы

-жалпы қолданылатын

Жалпы қолданылатын реактивтер кез-келген зертханада болады, оларға салыстырмалы үлкен емес химиялық заттар жатады: қышқылдар, сілтілер, шектелген емес тұздар қатары, индикаторлар.

Арнайы реактивтер анықталған жұмыстар үшін қолданылады.

Тазалығы бойынша реактивтер былай бөлінеді:

- химиялық таза
- талдауға таза
- таза
- техникалық
- тазартылған
- арнайы тазалыққа ие
- жоғары тазартылған

Әр категорияның реактивтеріне қосындыларының анықталған шектеулі белгіленген.

Жиі қолданылатын реактивтер бірнеше кг затты сыйыстыратын банка, құбырларда сатып алынады.

Аз қолданылатын және сирек реактивтер әдетте 10-1г, және одан да ұсақ көлемде сатылады. Қымбат және сирек кездесетін реактивтерді бөлек ұстайды. Зертханада жұмыс істейтіндер олар пайдаланылатын р/рдің және негізгі қасиеттерін, улы заттардың қауіпінің дәрежесін және басқа р/рмен байланыстағы қауіпті жарылғыш және жанғыш қоспа түзу бейімділігі.

Химиялық ыдыс

Зертханада қолданылатын химиялық ыдысты бірқатар топтарға бөлуге болады. Пайдалануына байланысты ыдысты келесідей бөлуге болады:

- жалпы
- арнайы
- өлшеуіш

Жасалған материалы бойынша:

- қарапайым ыдыстан жасалған ыдыс
- арнайы шыныдан жасалған
- кварцтан жасалған
- фарфордан жасалған ыдыс

Жалпы тобына зертханада әрқашан керек болатын ыдыстар жатады. Оларға: сынауық, воронка, шыны таяқшалар, түбі жалпақ колбалар, кристаллдандырғыштар, конус тәрізді колбалар, реторлар, тоңазытқыштар, дистилденген суды ұстау үшін арналған колбалар.

Арнайы ыдыс тобына белгілі бір мақсатта қолданылатын заттар жатады: Кип аппараты, дефлегматор, Тищенко склянкасы, ареометр, түбі домалақ колба, массаны өлшеуге арналған құрал, балқу және қайнау температурасын анықтау үшін арналған құрылғы және т.б.

Өлшегіш ыдысқа өлшеу цилиндры, мензурка, пипетка, өлшеуіш колба, бюретка жатады.

Тапсырма кестені толтырыңыз

№	Ыдыс атауы	Суреті	Пайдалануы	Талдаудың қай тәсілдерінде қолданады
1	Өлшеуіш мензурка және цилиндрлер			
2	Өлшеуіш колбалар			
3	Пипеткалар			
4	Микропипеткалар			
5	Бюреткалар			
6	Химиялық стакандар мен колбалар			
7	Сағат шыны			
8	Воронкалар			
9	Жуғыш			
10	Шыны таяқшалар			
11	Бюкстер			
12	Фарфор тигелдері			
13	Эксикаторлар			
14	Пробиркалар			

15	Центрифугты сынама			
16	Электрлық кептіргіш шкафтары			
17	Электрлық муфельді пеш			
18	Электрлық центрифуга			

Химиялық талдауды сынама алу және дайындаудан бастайды. Талдаудың барлық сатылары өзара байланысты. Егер талдау үшін сынама алу немесе дайындау дұрыс өткізілмеген болса, онда дәл өлшенген сигнал (Н-р, Д, ЭДС, I) анықталатын компонент туралы дұрыс ақпарат бермейді. Көп жағдайда химиялық талдауға сынама алу және дайындау алынған нәтижелерінің сапасын, аналитикалық циклдің ұзақтығын, еңбек салудың күшін шектейді. Сынама алу және дайындау тек талдайтын объектінің табиғатына ғана емес, аналитикалық сигналды өлшеу тәсіліне де байланысты. Талдау өткізу кезіндегі сынама алу және дайындаудың тәртібі мен тәсілдері өте маңызды болып табылады. Оларға Мемлекеттік стандарт жазылады.

Сынама алу.

Талдау жасау үшін әдетте орташа сынаманы алады. Бұл талданылатын объектінің үлкен емес бөлігі. Оның орташа құрамы мен қасиеттері толығымен зерттелетін объектінің орташа құрамы мен қасиеттеріне сай болу керек.

Сынаманың үш түрін ажыратады генералды, зертханалық және талданылатын сынама. Генералды (кейде бастапқы немесе үлен) сынама талданылатын объектісінен алынады. Ол үлкен, әдетте ол 1-50кг, кейбір объектілер үшін (мысалы кен) кейде 0,5- 50т құрайды. Генералды сынаманы алу арқылы одан зертханалық сынаманы алады (әдетте 25г- 1кг). Зертханалық сынаманың бір бөлігін алдын ала зерттеулер үшін қолданады, басқасын келешекте мүмкін болатын арбитражды талдау үшін сақтайды, үшіншісін, талдау үшін қолданады (талданылатын сынама). Қажет болса сынаманы ұсақтайды және орташалайды (усредняют). Талданылатын сынама үшін компоненттің бірнеше анықталуын өткізеді: бөлек жүктерден 10- 1000м(талданылатын зат қатты болса) немесе аликвоттардан (талдау объектісі сұйық немесе газ). Талдау сынамасының корсеткіші болу керек. Жиі жалпы химиялық талдаудың қателігі сынама алудағы қателікпен анықталады және де осы сатыдағы қателікті бағаламай талдау объектісіндегі компоненттің анықталмағандығы туралы айтуға болмайды.

Материалдың сынама үшін көп алынуы материалдың көрсеткіштілігін де жоғарлатады. Бірақ та үлкен сынамамен жұмыс істеу қиын, бұл талдаудың уақытын және оған жұмсалынатын шығымды ұлғайтады. Сонымен, сынама алуды, ол көрсеткішті және онша үлкен емес болғандай істеу керек. Сынама алу тәсілдері және сынаманың мөлшері талдану объектісінің физикалық және химиялық қасиеттерімен анықталады. Сынама алу кезінде:

1. Талдану объектісінің агрегаттық күйіне қарау керек (газдар және сұйық заттар, қатты заттарға сынама алу тәсілдері түрлі болады);
2. Талданылатын материалының біртексізділігіне назар аудару керек;
3. Зерттелетін объектінің табиғатына және талдаудың тапсырмасына қарай талдау объектісінің толық массасындағы компонент мөлшерінің сұрайтын нақты бағалануына қарау керек.

Объект құрамының және анықталатын компоненттің енетіндігінің өзгеру мүмкіндігіне қарай сынама алу тәсілін дұрыс тандау керек.

Газ сынамасын алу.

Газ және газ қоспаның біртектілігінің дәрежесі жоғары: біртексізділік молекулярлық деңгейінде көрінеді. Осы себептен генералды сынама үлкен емес және сынама алу үлкен қиыншылықтарды туғызбайды. Сәйкес жабатын бюреткамен немесе вакуумды өлшеуіш колба көмегімен газдың көлемін газ сынамасын алады, газды төмен температурада түрлі типті ұстағыштарда жинақтайды. Газ сынамасын жабық ыдыстан және ағыннан алу тәсілдері әр түрлі. Жабық ыдыста газ сынамасын әр түрлі нүктелерде алады. Тапсырмаға қарай газ көлемін араластырады немесе әр сынаманы талдайды. Газ ағынынан сынама алғанда әдетте *бойлықты ағын* және *көлденең кесулер* тәсілдері қолданылады. Ағын бойында газ құрамы өзгермейтін болса бойлықты ағын әдісі қолданылады. Ал газ құрамы ағын бойында өзгерсе, онда сынаманы ағын бойында анықталған қашықтарда алады (трубадағы арнайы тесіктер арқылы).

Талданатын газдар құрамы уақыт өтуіне байланысты жиі өзгертіндігіне байланысты қажетті ақпаратқа байланысты әр уақытта алынған с/ны орташалайды(усредняют) немесе бөлек газ көлемдерін талдайды.

Сұйық заттар сынамасын алу.

Гомогенді және гетерогенді сұйықтық с а тәсілдері әр түрлі. Гомогенді сұйықтық жоғары біртектік дәрежесімен ерекшеленеді, осы себептен, с а тәсілдері қарапайым. Гомогенді сұйықтық с/н тиісті пипеткалар, бюреткалар, өлшеуіш колбалардың көмегімен алынады. Бір ыдстағы сұйықтың с а жақсылап араластырғаннан кейін ғана өткізеді.

Гомогенді сұйықтықты ағыннан алуды анықталған уақыт сайын және де әр түрлі орындарынан өткізеді. Бірдей емес тереңдіктегі с а үшін арнайы құрылғыларды қолданады. Әр түрлі құрылымды батометрлер. Батометрдің негізгі бөлігі сыйымдылығы 1-3л цилиндрлік құбыр(үстінен және астынан қақпақшалармен жабылады). Сұйықтықтың белгіленген тереңдікке цилиндрді апарғаннан кейін цилиндр қақпақшаларымен жауып сынамасы бар құбырды шығарады. С а/ң орны мен уақытын шешілетін тапсырмаға байланысты таңдайды.

Гетерогенді сұйықтықтың с/лары тек көлеміне емес, массаға қарай алынады. С а үшін кей бір жағдайларда сұйықтықты гомогенездейді, ал басқа жағдайларда керісінше оның толық бөлек қабаттарға бөлінуіне жетеді. Егер сұйық зат гомогенезбесе, онда оны бөлек қабаттарға бөліп әр фазадан сынаманы алады. Сұйықтың табиғатына және шешілетін тапсырмаға қарай талдау тәсілі және сынама алу уақыты мен өлшем өзгеруі мүмкін. Сұйықтың генералды с/ң өлшемі, белгілі шектерде өзгерсе де, бірақ әдетте үлкен емес және бір неше лир немесе килограмнан аспайды.

Қатты заттың сынамасын алу.

Сынаманың оптималды массасы т о/ң біртектілігімен және талдаудың дәлдігі мен әдетте с а/ғы анықталатын қателігіне қойылатын талаптармен түсіндіріледі

Көрсеткіш с/ң массаның біртекті бөлшектердің өлшемімен байланысты:

d, mm	40-50	25	10	5	3	2	1
Q,kg	50-3*10 ³	10-700	2-100	0,5-25	0,2-10	0,1-5	0,02-1

Көрсеткіш с/ң оптималды массасын есептеу үшін Ричердс-Чечот формуласын: $Q=Kd^2$ пайдалынады

Q-с/ң көрсеткіштігін қамтамасыз ететін с массасы, кг.

d-біртекті бөлшектердің ең үлкен диаметрі, мм.

K-пропорциональдіктің эмпирикалық коэффициенті, 0,02-1 аралығында өзгереді.

Тұтас қатты объектінің сынамасын алуда, ол біртекті болу мүмкіндігін есте сақтау керек.

Себілетін заттың с/нда түрлі өлшемдегі бөлшектер болу керек. Себілетін заттың с а кезінде зерттелетін объектінің массасын араластырып с/ны ыдыстың әр жерінде және әр тереңдігінде арнайы құралды пайдаланып алады. Егер де объект транспорттелсе(жылжымалы болса), онда с/ны транспортерден бірдей уақыт аралығында алынады, басқа транспорттеу тәсілінде, мысалы талданылатын затпен толтырылған әр оныншы күректен, тачкадан алады.

Генералды (немесе зертханалық) сынама алудан кейін гомогенездеу процессін өткізеді(ол ұнтақтау процессін қамтиды).

Келесі с а сатысы-орташалау, аралыстыру және қысқарту амалдарын қамтиды.

Сынама қысқарту- қайтадан араластыру және бөлшектенуді қосатын көп сатылы процесс. Т о/ң көлемін біртіндеп азыу нәтижесінде алынатын генералды және талданылатын сынамалардың өлшемінің есептеуінің негізінде қысқарту дәрежесі алдын ала анықталған болу мүмкін.

С а және сақтау процессінде анықталатын компоненттің жоғалтуы, ластану, химикалық құрамының өзгеруі мүмкін. Мыналардың барлығы жалпы талдаудың қателігінің ұлғаюына әкеледі.

1. шан түріндегі жоғалту.
2. ұшқыш заттарды жоғалту.
3. адсорбция нәтижесіндегі жоғалту.
4. құрамды өзгертетін химикалық реакциялар.
5. сыртқы ластаулармен түсіндірілетін қателіктер.

Сынаманы талдауға дайындық.

Сынаманы талдауға дайындаудағы үш негізгі сатысын бөлуге болады:

1. кептіру.

2. ыдырау.
3. бөгет жасайтын компоненттердің әсерін жою.

Сынамалардағы су. Үлгілердің кептіруі.

Талданылатын үлгінің құрамында мыналар болу мүмкін:

-химикалық байланбаған су

-химикалық байланысқан су

Объектінің құрамының дұрыс тұрақтануы және шығаратын нәтижелерді алу үшін үлгідегі ылғалды толығымен жою қажет.

Т үлгіні әдетте ауада немесе 105-120°C кептіргіш шкафта құрғатады. Кептірудің уақытын жіне температурасын тәжірибелік жолмен анықтайды.

Алғаш алынған заттың құрамын анықтау үшін кептіру нәтижесіндегі жоғалған массаны анықтау керек. Суды газды сұйықтық хроматография әдісімен немесе ИК-спектроскопия көмегімен, гравиметрикалық тура немесе жанама әдіспен анықтауға болады.

Үлгілердің ыдырауы. Сынаманың ертіндіге айналдыру.

Аналитикалық сигналды өлшеу үшін алдын ала ыдыраусыз талданылатын сынаманы қолданатын талдау әдісі бар. Талдау әдістерінің көбінде алдын ала анықталатын компоненттің ертіндіге айналдыруы керек.

Ыдырау тәсілдері «құрғақ» және «сулы» болып бөлінеді. Біріншісіне термикалық ыдырауды, түрлі заттармен араласып балқу; екіншісіне талданылатын сынаманың түрлі еріткіштердегі еріту. Химикалық анализдің схемасын негізделуінде бір неше факторды есте сақтау керек және сынама ыдырау тәсілін таңдау және оның компоненттерін ертіндіге айналдыру осы факторлармен байланысты. Объект негізінің органикалық немесе бейорганикалық табиғатына, үлгінің химикалық құрамына, анықталынатын компоненттің химикалық қасиеттеріне назар аударады.

Еріту. Еріткіш сынаманы жылдам еріту және де келесі талдау сатыларында бөгет жасамау керек.

Үздік еріткіш су болып табылады. Кейде суға көп емес қышқыл қосады, оны гидролизге және кей бір металл катиондарының тұнбаға түсуге жол бермеу үшін істейді.

Органикалық қосындыларды еріту үшін органикалық еріткіштерді қолданылады.

Сынаманы ыдыраудың «сулы» тәсілі жүзінде түрлі қышқылдар мен қыздыру кезінде катализаторлар мен олардың қоспаларын қолданады және тиісті материалдан жасалынған құбырды пайдаланады.

Ыдыраудың «құрғақ тәсілін» таңдау объект тапсырмасымен және табиғатымен анықталады.

Термикалық ыдырау – газ тәрізді фазасының бір немесе бір неше компоненттердің пайда болуымен жүретін, қыздыру кезіндегі ыдырау. Талданылатын заттың ыдырау нәтижесінде өтпелі және соңғы заттар пайда болады. Олар бастапқы қосылыстың құрамы мен құрылысын сипаттайды және оның мөлшерін анықтауда қолдануы мүмкін.

Бейорганикалық заттардың талдауында сынаманы құрғақ тәсілмен ыдырау әдісі ретінде балқу әдісі қолданылады.

Балқу кезінде жіңішке ұсақталған үлгіні 8-10 рет еселенген реагент артық мөлшерімен араластырып мөлдір балқыма болғанша дейін қыздырады. Суытып болғаннан соң қатқан массаны суда немесе қышқылда ерітеді.

Спекание-сынаманың компоненттердің қосылған реактивтермен жоғары химикалық туыстығында; диффузияда; алмасу реакцияларында негізделген.

Спекание сынама ыдырауды тезрек және жеңілдірек және де ластануының азаюына әкеледі. Спеканиені әдетте сілті металлдардың карбонаттарымен және магний оксидінің, кальций және цинк оксидтерінің көмегімен жүргізеді.

Тақырыбы: Бірінші аналитикалық топтағы катиондарға тән реакция

Жұмыстың мақсаты: Тән реагенттер арқылы бірінші топтық катиондарын анықтау

Құрал-жабдықтар: NaCl, KCl, NaHC₄CO₄O₆, Na₃[Co(NO₂)₆], NaOH, KH₂SbO₄, K₂[HgJ₄], лакмус, шыны ұстатқыш, сым жанарғы, сіріңке

Бақылау сұрақтары:

- 1) Қандай катиондар I топқа кіреді. Ортақ реагенті бар ма?
- 2) Na^+ катионын қандай реакциялар бойынша анықтауға болады.
- 3) K^+ катионын қандай реакциялар бойынша анықтауға болады.
- 4) NH_4^+ өзіне тән реакцияларын сипатта.
- 5) Спецификалық реагент групповой реагент дегеніміз не?
- 6) Спецификалық реакция дегеніміз не?

K^+ катионына тән реакциялар:

Тәжірибе:

1. Жалынды бояу (K^+ тұздары жалынды күлгін түске бояды). Ең бірінші сымды тұз қышқылына малып, өңдеу қажет. Содан кейін, құрғақ тұзға (KCl) сымды батырыңдар, жаңарғының түссіз жалынына апарыңдар, жалын көгілдір түске боялады.

2. Натрий гидротартраты $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$

Тәжірибе:

Пробиркаға KCl ерітіндісінен 2 тамшы құйып, оған 3 тамшы $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ерітіндісін қосыңдар. Пробирканың сырт жағынан суық сумен суытып алыңдар, сонымен қатар шыны таяқшамен тұнбаның түзілуін тездету үшін араластырыңдар. Егер ерітіндіде калий иондары болса, нәтижесінде калий гидротартраты ақ кристалды тұнба түседі.

3. Натрий гексанитрокобальтаты $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

Тәжірибе:

2 тамшы KCl ерітіндісін пробиркаға құйыңдар да 2 тамшы $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ ерітіндісін қосыңдар. Реакция нәтижесінде, сарытұнба түзіледі $\text{KNa}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

II. Na^+ натрий катионына тән реакциялар

4. Жалынды бояу (Na^+ тұздары жалынды күлгін түске бояды). Ең бірінші сымды тұз қышқылына малып, өңдеу қажет. Содан кейін, құрғақ тұзға (NaCl) сымды батырыңдар, жаңарғының түссіз жалынына апарыңдар, жалын түссіз болады.

Жалын қандай түске боялады.

NH_4^+ катионына тән реакциялар

Сілтілер аммоний тұздарымен әрекеттескенде, NH_3 бөлініп шығады. Бөлініп шығатын NH_3 лакмус арқылы тексеруге болады.

Аммиак дымқыл лакмусқа тиіп, аммоний гидроксиді пайда болады. Нәтижесінде көк түсті дақты байқауға болады.

Тәжірибе:

1. пробиркаға 3 тамшы аммоний хлоридінің ерітіндісін құйыңдар, оған 3 тамшы сілті қосыңдар. Пробирканы ерітіндімен бірге қыздырыңдар. Қыздырған кезде лакмусты пробирканың қабырғаларына тигізбей ұстап отырыңдар.

Лакмустың түсі қалай өзгереді?

2. Несслер реактиві $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ және KOH қоспасы

Несслер реактиві аммоний тұздарымен қызыл-қоңыр тұнба түзеді.

Тәжірибе:

Бір тамшы аммоний хлоридіне үш тамшы Несслер реактивін құйыңдар. Не байқадыңдар?

NH_4 ионын ашуға Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} катиондары кедергі жасайды.

Мына кестені толтырыңдар:

Анықтайтын ион	реактив	Не бақыладық	Реакция теңдеуі
----------------	---------	--------------	-----------------

Тақырыбы: Бірінші аналитикалық топтағы катиондардың қоспаларын талдау

Жұмыстың мақсаты: Қоспалардың құрамындағы NH_4^+ , K^+ және Na^+ иондарын тәжірибе арқылы анықтау

Құрал-жабдықтар: реактивтер: $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, $\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$, немесе KOH , $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, лакмус, кәрлен табақша, ұстағыш, шыны таяқша, пробиркалар, спиртшам, сіріңке, дистилденген су, анықталатын қоспа

4 стақанда зерттеуге арналған ерітінді беріледі.

1. NH_4^+ ионына қатысына тәжірибе жасау. Ең алдымен аммоний ионының бар ма жоқ па екенін тексеріп алуымыз қажет. Себебі NH_4^+ ионы K^+ және Na^+ ионын ашуға кедергі жасайды.

Тәжірибе:

Пробиркаға 1-2 тамшы зерттелетін ерітіндіні құямыз және оған 3-4 тамшы Несслердің реактивін қосамыз. Егер де қоңыр-қызыл тұнба түзілсе онда ол ерітіндінің құрамында NH_4^+ ионы бар екенін көрсетеді. Несслер реактивінің орнына негіз (сілті) пайдалануға болады. Лакмус қағазының көмегімен тексереміз егер қызыл лакмус қағазы көкшіл түске өзгерсе ол зерттелетін ерітіндінің құрамында аммиак бар екенін дәлелдейді. NH_4^+ жоқ болған жағдайда. Онда K^+ және Na^+ катиондарының қоспаларын талдауға болады.

2. Na^+ ионының бар екендігіне талдау. Пробиркаға 3-4 тамшы зерттелетін ерітіндіні құйыңыз, оның ортасын лакмус қағазымен тексереміз.

K^+ ионының бар екенін зерттеу.

3. Пробиркаға 3-4 тамшы зерттелетін ерітіндіден құйып оған 2-3 тамшы $[\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ қосамыз. Егер де сары тұнба түзілсе ол K^+ иондарының бар екенін көрсетеді.

Қоспалар:

- 1) NH_4^+ , K^+
- 2) NH_4^+ , Na^+
- 3) NH_4^+ , K^+
- 4) NH_4^+ , Na^+

№ р/с	Зерттелетін қоспа	Реактив	Не бақыладық	Қорытынды
-------	-------------------	---------	--------------	-----------

Тақырыбы: Екінші аналитикалық топтағы катиондарға тән реакциялар (Ag^+ , Pb^{2+}).

Жұмыстың мақсаты: Топтық және тән реагенттер арқылы II-ші топтың катиондарын анықтау.

Реактивтер мен құрал-жабдықтар: AgNO_3 , $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, HCl , K_2CrO_4 , KI , NaOH , ұстатқыш, су, жанарғы, пробиркалар, сіріңке.

Жұмыстың барысы:

Күміс, Ag^+ катионына тән реакциялар.

1. Тұз қышқылы – HCl (топтық реагент)

Пробиркаға күміс нитрат ерітіндісінің екі тамшысын құйып, оған екі тамшы сұйытылған тұз қышқылын қосады. Түзілген тұнбаға концентрілген аммиак ерітіндісінің 5 тамшысын құйып, содан тұнбаны сілкіп жіберіңдер. Түзілген ерітіндіге концентрілген азот қышқылын құйып жіберіңдер. Нені байқайсыңдар?

2. Калий иодиді – KI

Пробиркаға AgNO_3 құйып (1-2 тамшы), оған калий иодид ерітіндісінің 2 тамшысын қосыңдар. Ашық-сары тұнба түзілуін байқаңдар (AgI). Бұл түзілген тұнба AgI аммиакта ерімейді.

3. Калий хроматы - K_2CrO_4

Нитратына калий хромат K_2CrO_4 ерітіндісінің 2 тамшы құйындар. Қызыл-қоңыр тұнбаның түзілуін байқандар.

4. Сілтілер – KOH (NaOH)

Күміс нитрат 2 тамшысына калий гидроксидін (немесе натрий гидроксидін) құйындар (2-3 тамшы). Кір-қоңыр тұнбаның түзілуін байқандар.

Қорғасын, Pb^{2+} катионына тән реакциялар.

1. Тұз қышқылы - HCl (топтық реагент)

Пробиркаға қорғасын ацетатына $Pb(CH_3COO)_2$ 2 тамшы тұз қышқылын құйындар. Ерітіндіге 0,5 мл су құйып, қыздырындар. Не байқадындар?

2. Сілтілер – KOH (NaOH)

Қорғасын ацетатының екі тамшысына сілті ерітіндісінің 1 тамшысын құйып, содан көбірек, тұнбаның түзілуін байқандар.

3. Күкірт қышқылы – H_2SO_4

$Pb(CH_3COO)_2$ -на күкірт қышқылының 2 тамшысын құйындар. Тұнбаның түзілуін байқандар. Тұнбаның түсі қандай екенін бақылаңдар.

4. Калий иодиді - KI

$Pb(CH_3COO)_2$ калий иодидінің 2 тамшысын құйындар. Түзілген ерітіндіге 0,5 мл су құйып, екі минут қыздырындар. Содан пробиркадағы затты ақырындап суытындар. Қорғасын иодиді қайтадан суыту кезінде әдемі алтындай қабыршақтар түрінде түзіледі.

5. Калий хроматы – K_2CrO_4

$Pb(CH_3COO)_2$ -на 2 тамшы калий хроматын құйындар. Сары тұнбаның түзілуін байқандар.

Бақылау сұрақтар:

1. Екінші аналитикалық топтың катиондарына жалпы сипаттама беріңдер
2. Күміс иондарын Ag^+ қандай тән реагенттермен анықтауға болады?
3. Қорғасын иондарын Pb^{2+} қандай тән реагенттермен анықтауға болады?
4. Тән реагент пен тән реакция дегеніміз не?
5. Топтық реагент деген не?
6. Екінші аналитикалық топтың катиондарының тұнбалары топтық реагентпен әрекеттескенде қандай түске боялады?

Тақырыбы: Үшінші топ катиондарына тән реакциялар (Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+})

Мақсаты: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} иондарын жеке реагенттердің көмегімен анықтау.

Жабдықтар мен реактивтер: пробиркалы штатив, шыны таяқшалар, қалақша, HCl, $BaCl_2$ тұзы, $BaCl_2$ немесе $Ba(NO_3)_2$ ерітіндісі, аммиак ерітіндісі $(NH_4)_2CO_3$, K_2CrO_4 немесе $NaCrO_4$, H_2SO_4 , $CaCl_2$, $K_4[Fe(CN)_6]$, $CaSO_4 \cdot 2H_2O$, $MgCl_2$, H_2O , KOH, Na_2HPO_4 , C_9H_6NOH .

Жұмыс барысы:

Ba^{2+} барий катионының реакциясы

1. Жалынды бояу реакциясы. Ұшқыш барий тұздары газды жанғыштың түссіз жалынын сары-жасыл түске бояйды.

Реакцияны орындау: Барий тұзын ($BaCl_2$) HCl сулап, жалын негізінде жіңішке платиналы сымға шығарады, одан кейін жоғары температуралы жалынның жартысын көшіреді.

2. Сұйытылған күкірт қышқылы барий тұздарының өте сұйытылған ерітінділерінен де барий сульфатының тұнбасын бөледі.

Тұнба сілтілер мен қышқылдарда ерімейді.

Реакцияны орындау: барий тұзының бір тамшы ерітіндісіне бір тамшы сұйытылған H_2SO_4 қосу.

3. Натрий карбонатын немесе барий тұздарымен еріткен қандай да бір карбонат барий карбонатының ақ тұнбасын береді.

Тұнбаларды аз сілтілі ортада, аммиакты ортада жүргізген жөн болады.

Реакцияны орындау: барий тұзының 2 тамшы ерітіндісін құяды немесе бір тамшы ерітілген аммиак ерітіндісін және 2 тамшы натрий карбонатының ерітіндісін қосады.

4. Калий немесе натрий хроматы немесе нейтралды немесе барий тұзының сілті-қышқылды ерітінділерімен тұнбаланады. Барий хроматы сары түсті.

Реакцияны орындау: барий тұзының 1 тамшы ерітіндісіне калий хроматының 1 тамшы ерітіндісін құяды.

5. Калий дихроматы $K_2Cr_2O_7$. Пробиркаға 1-2 тамшы барий хлоридін құйып, 2 тамшы натрий ацетатын құйыңдар, содан соң калий дихромат ерітіндісін қосыңдар. Сары тұнба түзіледі.

6. 1-2 тамшы барий хлорид ерітіндісін пробиркаға құйып, 2 тамшы аммоний оксалатын $(NH_4)_2C_2O_4$ қосыңдар.

Ca^{2+} катионының реакциялары.

1. Сұйытылған күкірт қышқылы мен кальций катиондары ақ тұнба береді.

Реакцияны орындау: кальций тұзының 3 тамшы ерітіндісіне сұйытылған H_2SO_4 қосыңдар.

2. Жалынды бояу реакциясы: кальцийдің ұшқыш қосындылары түссіз газды жалынды кірпішті қызыл түске бояйды.

Реакцияны орындау: реакция барий катионының реакциясы сияқты орындалады.

3. Натрий карбонаты кальций карбонатының ақ тұнбасын түзеді.

Реакцияны орындау: Пробиркаға кальций тұзының ерітіндісінің 2 тамшысын құяды, оған ерімеген аммиак ерітіндісінің 1 тамшы мен натрий карбонаты ерітіндісінің 2 тамшысын қосады.

4. Аммоний оксалаты $(NH_4)_2C_2O_4$ сұйықтағы нейтралды немесе аз сілтілі ерітінділерде аммоний оксалатының ақ ұсақ кристалды тұнбасын түзеді.

Тұнба CH_3COOH ерімейді, бірақ минералды қышқылдарда жеңіл ериді. Аммоний оксалатының реакциясын барий тұздары болғанда жүргізуге болмайды, өйткені Ba^{2+} ионы аммоний оксалатымен ақ тұнба BaC_2O_4 түзеді.

Реакцияны орындау: Пробиркаға барий тұзының ерітіндісінің 2 тамшысын құяды, оған ерімеген аммиак ерітіндісінің 1 тамшы мен натрий карбонаты ерітіндісінің 2 тамшысын қосады.

5. Калий гексацианоферраты (сары-қызыл тұз) $K_4[Fe(CN)_6]$ аз сілтілі ерітінділерде кальций тұздарымен кристалды тұнба түзеді.

Реакцияны орындау: Пробиркаға $CaCl_2$ ерітіндісінің 2 тамшысын құйып, NH_4Cl ерітіндісінің 1 тамшысын және аммиак (сілтілі реакцияға дейін) ерітіндісінің 2 тамшысын қосады және 1-2 минут сулы буда қыздырады. Ыстық ерітіндіге 5-6 тамшы сары-қызыл тұздың қаныққан ерітіндісін қосады. Бұдан кейін тағыда 1-2 минут сулы буда қыздырады.

Sr^{2+} катионының реакциялары.

1. Сұйытылған күкірт қышқылы мен стронций катиондары ақ тұнба түзеді.

Реакцияны орындау: стронций нитратының 3 тамшы ерітіндісіне бірнеше тамшы күкірт қышқылын құйыңдар.

2. Жалынды бояу реакциясы: стронцийдің ұшқыш қосындылары түссіз газды жалынды қызыл түске бояйды.

Реакцияны орындау: стронций тұзын $(Sr(NO_3)_2)$ HCl сулап, жалын негізінде жіңішке платиналы сымға шығарады, одан кейін жоғары температуралы жалынның жартысын көшіреді.

3. Аммоний оксалаты $(NH_4)_2C_2O_4$.

Реакцияны орындау: Пробиркаға 2-3 тамшы стронций тұзын $(Sr(NO_3)_2)$ құйып, бірнеше тамшы аммоний оксалатын қосыңдар.

Бақылау сұрақтары:

1. III аналитикалық топ катиондарына жалпы сипаттама беріңдер.
2. Топ реагенті, тән реакциялар дегеніміз не?
3. Барий катиондарына тән реакциялар.
4. Кальций катиондарына тән реакциялар.

Тақырыбы: *Үшінші аналитикалық топтағы катиондардың қоспаларын талдау.*

Жұмыстың мақсаты: III аналитикалық топтық катиондарының қоспаларына талдау (сынақ) жасау. Қоспалардың құрамындағы Ba^{2+} , Ca^{2+} иондарын тәжірибелік жолмен анықтау.

Құрал-жабдықтар: K_2CrO_4 , центрифуга, $(NH_4)_2C_2O_4$, сынауықтар, зерттелетін ерітінді, сулы монша.

Бақылау сұрақтары:

- 1) III аналитикалық топтың катиондарының топтық реагенті бар ма? Ол қандай реактив?
- 2) Ca^{2+} ионына қандай жеке реакциялар тән?
- 3) Sr^{2+} ионына қандай жеке реакциялар тән?
- 4) Ba^{2+} ионына қандай жеке реакциялар тән?

Тәжірибе:

а) Қоспаның құрамындағы Ba^{2+} ионын зерттеу.

Бірінші зерттеу Ba^{2+} ионының қоспаның құрамында бар жоғына жасалады, себебі Ba^{2+} ионы кальцийдің ашуға кедергі жасайды. Ол үшін зерттелетін ерітіндінің 5 тамшысын сынауыққа құйып, сынауықты қайнап тұрған сулы моншаға қыздырады. Оған 2 тамшы калий хроматының ерітіндісін қосады. Сары тұнбаның түзілуі Ba^{2+} бар екенін дәлелдейді. Егер тұнба түзілсе оған калий хроматының ерітіндісінен бір тамшыдан тұнбаның үстіндегі ерітінді ашық-сары түске боялғанша тамызамыз. Оны 2-3 мин ерітінді түссіз болғанға дейін сулы моншада қыздырамыз, одан кейін центрифугалаймыз немесе филтрлейміз. Түссіз ерітіндіні алып оның құрамындағы кальцийді анықтаймыз.

б) Қоспаның құрамындағы Ca^{2+} ионын зерттеу. Ba^{2+} ионын анықтағаннан кейінгі ерітіндіге 2-3 тамшы аммоний оксалатын $(NH_4)_2C_2O_4$ қосамыз. Егер Ca^{2+} ионы бар болса, онда ақ тұнба кальций оксалаты түзіледі CaC_2O_4 .

Талдау жасағандағы қорытындыны төмендегі кесте түрінде дәптерге жазу ұсынылады.

III топтың катиондарын талдауға өздік тапсырма

№ р/с	Жасалатын жұмыс	Реактив	Байқалатын өзгерістер	Реакция теңдеуі	Қорытынды
1					
2					

Тақырыбы: Төртінші аналитикалық топтағы катиондарға тән реакциялар
(Cr^{3+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , As^{5+}).

Жұмыстың мақсаты: Топтық реагент бойынша сапалық талдау орындау; амфотерлік қасиеттерін зерттеу.

Реактивтер мен құрал-жабдықтар: Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} тұздары, KOH, NaOH, NH_4OH , H_2SO_4 , $KMnO_4$, H_2O_2 , $K_3[Fe(CN)_6]$, $K_4[Fe(CN)_6]$, ализарин, пробиркалар, ұстатқыштар, спиртовкалар.

Жұмыстың барысы:

I. Хромның (Cr^{3+}) тән реакциялары.

1. Сілтілер (KOH, NaOH). Пробиркаға хром нитратын 2 тамшы ($\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$) құйып, бір тамшы сілті ерітіндісін қосыңдар, содан тағы бірнеше тамшы тамызып жіберіңдер. Сұр-жасыл тұнбаның түзілуін байқаңдар. Тағыда не байқадыңдар?
2. Сутегінің асқын оксидінің әсері (сілтілік ерітіндіде реакция орындалады) H_2O_2 . Пробиркаға хром нитратын $\text{Cr}(\text{NO}_3)_2$ 2 тамшы құйып, сілтінің бірнеше тамшысын қосыңдар (түзілген $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ери бастау керек). Содан сутегінің асқын оксидін (H_2O_2) 3 тамшы құйып, кішкене қыздырыңдар (аса көп қыздырудың қажеті жоқ). Жасылдан сары түске боялуын байқаңдар.
3. Калий перманганаттың (KMnO_4) әсері (реакция қышқыл ерітіндіде жүреді). Пробиркаға $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 4-5 тамшы, H_2SO_4 3-4 тамшы және 10 тамшы 0,1н KMnO_4 ерітінділерін құйып, қоспасын қыздырыңдар (бірнеше минут). Түстің өзгерісін байқаңдар: малина түстен қызғылт сары түске боялады.
4. Аммиак ерітіндісінің әсері NH_4OH . Пробиркаға 3-4 тамшы $\text{Cr}(\text{NO}_3)_2$ құйып, сондай мөлшерде аммиак ерітіндісін құйыңдар. Жасыл аморфты тұнбаның түзілуін байқаңдар.

II. Алюминийдің (Al^{3+}) тән реакциялары.

1. Сілтілер (KOH, NaOH). Алюминий нитратына (2 тамшыға) 1 тамшы KOH құйыңдар, содан соң сілтінің ерітіндісін көбірек қосыңдар, не байқадыңдар?
2. Ализариннің әсері ($\text{C}_{14}\text{H}_5\text{O}_2(\text{OH})_2\text{SO}_3\text{Na}$). Пробиркаға 3 тамшы $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ орналастырып, аммиак (NH_4OH) ерітіндісін қосыңдар (әлсіз сілтілік ортаға дейін). Қоспаны қыздырыңдар, содан 4-5 тамшы ализаринді құйыңдар. $\text{Al}(\text{OH})_3$ тұнбасы қып-қызыл түске боялады.

III. Цинктің (Zn^{2+}) тән реакциялары.

1. Сілтілер (KOH, NaOH). Пробиркаға 2 тамшы мырыш сульфатын (ZnSO_4) құйыңдар, бірінші 1 тамшы NaOH немесе KOH қосып, ал содан кейін көп мөлшерде NaOH құйыңдар. Ақ сірнемелік тұнба түзіледі. Ал содан соң оның еруі басталады.
2. Калий гексацианоферраты (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Мырыш сульфатына 2 тамшы $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ құйыңдар. Не байқадыңдар?
3. Калий гексацианоферраты (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Мырыш сульфатына 2 тамшы $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ерітіндісін құйыңдар. Ақ тұнбаның түзілуін байқаңдар.
4. Аммиактың әсері NH_4OH . Пробиркаға 3-4 тамшы ZnSO_4 құйып, дәл сондай мөлшерде NH_4OH қосыңдар. Не байқадыңдар?

Бақылау сұрақтар:

1. Төртінші аналитикалық тобына қандай катиондар кіреді? Топтың атауы
2. Төртінші аналитикалық топтағы катиондарына топтың реагент
3. Тотығу – тотықсыздану реакциялар деген не?
4. Алюминий иондарына, Al^{3+} қандай тән реакциялар болады?
5. Хром, Cr^{3+} иондарына қандай тән реакциялар болады?
6. Мырыш, Zn^{2+} иондарына тән реакциялар

Тақырыбы: *Бесінші аналитикалық топтағы катиондарға тән реакциялар (Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Bi^{3+} , Mg^{2+})*

Жұмыстың мақсаты: Тән және топтық реагент арқылы бесінші топтың катиондарын анықтау.

Реактивтер мен құрал-жабдықтар: FeSO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, MgCl_2 , $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, NH_4CNS , $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, MnSO_4 , H_2SO_4 , NH_4OH , NaOH, Na_2HPO_4 , пробиркалар, су, сіріңке, жанарғы, ұстатқыш, шыны.

Жұмыстың барысы: **Fe^{2+} катионына тән реакциялар.**

1. Сілтілер (KOH, NaOH).
Темір сульфат FeSO_4 ерітіндісіне 2 тамшы натрий (калий) гидроксидін құйыңдар. Түстің өзгеруін байқаңдар.
2. Аммиак ерітіндісі NH_4OH концентріленген.

Пробиркаға 3 тамшы FeSO_4 құйып, аз-аздап 1-2 тамшы аммиак ерітіндісін (NH_4OH конц.) қосыңдар. Ерітіндіні сілкіп жіберіңдер. Нені байқадыңдар?

3. Калий гексацианоферраты (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (қан-қызыл тұз). Пробиркаға 2 тамшы FeSO_4 ерітіндісін құйыңдар, 1 тамшы сұйытылған күкірт қышқылын H_2SO_4 қосыңдар. Содан осы қоспаға $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ерітіндісін құйып жіберіңдер (1 тамшы).

4. Демитилглиоксим (Чугаев реактиві) $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$ немесе $\text{CH}_3 - \text{C} = \text{N} - \text{OH}$
 $\text{CH}_3 - \text{C} = \text{N} - \text{OH}$ |

Шыныға 1 тамшы FeSO_4 ерітіндісін құйыңдар, сол жерге 1 тамшы Чугаев реактивін, NH_4OH (1 тамшы) қосыңдар.

Fe^{3+} катионына тән реакциялар.

1. Сілтілер (KOH, NaOH).

Темір сульфат (III) FeSO_4 ерітіндісіне $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 2 тамшы натрий (калий) гидроксидін құйыңдар.

2. Аммиак ерітіндісі NH_4OH концентрілген.

Темір сульфат ерітіндісіне (III) $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 2 тамшы аммиак ерітіндісін (NH_4OH конц.) құйыңдар. Не байқадыңдар?

3. Аммоний роданиді NH_4CNS (артық мөлшерде алынады).

Пробиркаға 1 тамшы $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ерітіндісін құйыңдар да, соған 2-3 тамшы аммоний роданидін (NH_4C) қосыңдар.

4. Калий гексацианоферраты (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (қан-сары тұз).

Темір сульфатына (2 тамшы) (III) $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, 1 тамшы $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ерітіндісін қосыңдар.

Mn^{2+} катионына тән реакциялар.

1. Сілтілер (KOH, NaOH).

Марганец сульфатына MnSO_4 2 тамшы сілті ерітіндісін құйыңдар. Нені байқадыңдар?

Bi^{3+} катионына тән реакциялар.

1. Сілтілер (KOH, NaOH).

Висмут нитратына $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 2 тамшы сілті ерітіндісін құйыңдар.

2. Висмут тұздардың гидролизі (H_2O).

2 тамшы висмут нитратын $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ алып, 10 тамшы су құйыңдар. Ақ тұнба түзілуін байқандар $\text{Bi}(\text{OH})_2\text{NO}_3$. Түзілген тұнбаға концентрілген тұз қышқылын HCl аз-аздап құйыңдар. Тұнба ериді.

Mg^{2+} катионына тән реакциялар.

1. Сілтілер (KOH, NaOH).

Магний хлоридіне MgCl_2 2 тамшы NaOH ерітіндісін құйыңдар. Ақ сірнемелі тұнба түзіледі ($\text{Mg}(\text{OH})_2$).

2. Натрий гидрофосфаты – Na_2HPO_4 .

Пробиркаға 2 тамшы MgCl_2 құйыңдар, 2 тамшы NH_4OH пен NH_4Cl қосыңдар. Содан түзілген ерітіндіге 1-2 тамшы натрий гидрофосфатын құйыңдар.

Бақылау сұрақтар:

1. Бесінші аналитикалық топтың катиондарын атап шығарыңдар. Топтық реагенті
2. Темір Fe^{2+} иондарына тән реакциялары?
3. Темір Fe^{3+} иондарына тән реакциялары?
4. Марганец Mn^{2+} иондарына тән реакциялары?
5. Магний Mg^{2+} иондарына тән реакциялары?
6. Висмут Bi^{3+} иондарына тән реакциялары?

Тақырыбы: VI аналитикалық топтың катиондарына тән реакциялар

Мақсаты: VI топтың катиондарын топтық реагентімен анықтауды үйрету. Аммиактардың түзілуі туралы түсінік беру

Құрал-жабдықтар: CuSO_4 , NiSO_4 , CoSO_4 ерітінділері, KOH , NH_4OH конц., NH_4OH ерітіндісі, диметилглиоксим, H_2O_2 , эфир, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ кристалл, спиртшам, сынауықтар.

Бақылау сұрақтары:

1. YI аналитикалық топқа қандай катиондар жатады?
2. YI аналитикалық топтың топтық реагенті қандай?
3. Қышқылдық-негіздік жіктеу бойынша YI аналитикалық топтың катиондары қалай аталады?
4. Реакция сезімталдығы дегеніміз не?
5. Cu^{2+} катионына тән реакциялар
6. Ni^{2+} катионына тән реакциялар
7. Co^{2+} катионына тән реакциялар

Жұмыстың барысы:

I. Cu^{2+} катионына тән реакциялар

1. Сұйытылған аммиак ерітіндісі NH_4OH .

Сынауыққа 3 тамшы CuSO_4 құйып, үстінен 3 тамшы сұйытылған NH_4OH құйыңдар. Ерітіндінің түсін көрсетіңдер.

2. Концентрленген аммиак ерітіндісі NH_4OH конц.

Сынауыққа 3-4 тамшы CuSO_4 құйып, үстінен 6 тамшы концентрленген NH_4OH құйыңдар. Не бақыладыңдар?

3. Натрий тиосульфатының $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ әсері.

Сынауыққа 3-4 тамшы CuSO_4 құйып, оған 4-5 тамшы су қосыңдар, үстінен 2-3 тамшы H_2SO_4 тамызып, сынауыққа 2-3 түйір $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ салыңдар. Шыны таяқшамен араластырып, қыздырыңдар. Тұнбаның түсін көрсетіңдер.

II Co^{2+} катионына тән реакциялар

1. Сұйытылған аммиак ерітіндісі NH_4OH .

Сынауыққа 3 тамшы CoSO_4 құйып, оған 3 тамшы сұйытылған NH_4OH қосыңдар. Тұнбаның түсін көрсетіңдер.

2. Концентрленген аммиак ерітіндісі NH_4OH конц.

Сынауыққа 3-4 тамшы CoSO_4 құйып, үстінен 6 тамшы концентрленген NH_4OH құйыңдар. Не бақыладыңдар?

3. Аммоний радониді NH_4CNS .

Сынауыққа 2-3 тамшы CoSO_4 құйып, оған 8-10 тамшы NH_4CNS және 5-6 тамшы эфир қосыңдар. Ерітіндінің түсін көрсетіңдер.

III Ni^{2+} катионына тән реакциялар

1. Сұйытылған аммиак ерітіндісі NH_4OH .

Сынауыққа 3 тамшы NiSO_4 құйып, оған 3 тамшы сұйытылған NH_4OH қосыңдар. Тұнбаның түсін көрсетіңдер.

2. Концентрленген аммиак ерітіндісі NH_4OH конц.

Сынауыққа 3-4 тамшы NiSO_4 құйып, үстінен 6 тамшы концентрленген NH_4OH құйыңдар. Не бақыладыңдар?

3. Диметилглиоксим әсері.

Сынауыққа 2-3 тамшы NiSO_4 құйып, оған 5-6 тамшы H_2O_2 және 5-6 тамшы NH_4OH конц қосындар. Егер тұнба ерімесе, онда сұзу керек. Сүзілген ерітіндіге диметилглиоксим ерітіндісінің 1 тамшысын тамызу керек. Тұнбаның түсін көрсетіндер.

Тақырыбы: I аналитикалық топтағы аниондарға тән реакциялар.

Мақсаты: Аниондардың жіктеуімен танысу, топтық реагентің әсері, I аналитикалық топтық аниондарына тән реакциялар.

Құрал-жабдықтар: Кесте «Аниондардың жіктелуі» Na_2SO_4 , BaCl_2 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, Na_2HPO_4 , AgNO_3 , HCl , Na_2SO_3 , I_2 еріт., Na_2SiO_3 , NH_4Cl крист., K_2CrO_4 , Na_3PO_4 , HNO_3 ерітін., NH_4OH , NH_4Cl ерітін., MgCl_2 , спиртшам, ұстағыш, пробиркалар

Бақылау сұрақтары:

1. Аниондар қандай топтарға жіктеледі?
2. Аниондардың жіктелуінің неге негізделген?
3. I аналитикалық топтық аниондарының ортақ реагенті не?
4. Қандай иондар I аналитикалық топтық аниондарына жатады?
5. SO_4^{2-} тән реакциялар
6. SO_3^{2-} тән реакциялар
7. CO_3^{2-} анионына тән реакциялар
8. PO_4^{3-} тән реакциялар
9. SiO_3^{2-} тән реакциялар
10. CrO_4^{2-} тән реакциялар

Жұмыстың барысы:

I. SO_4 сульфат ионға тән реакциялар

- 1.1. BaCl_2 әсері. 2 тамшы Na_2SO_4 – ке ерітіндісін қосындар және ақ тұнбаның түзілуін бақылаңдар.
- 1.2. Қорғасын ацетатының ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$), немесе қорғасын нитратының $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ әсері. 2 тамшы Na_2SO_4 натрий сульфатына 2 тамшы қорғасын нитратын қосындар және ақ тұнбаның бақылаңдар.

II. PO_4^{3-} – фосфат ионға тән реакциялар

II.1. BaCl_2 әсері. 4 тамшы натрий гидрофосфатына 4 тамшы BaCl_2 , қосындар. Ақ тұнбаның түзілуін бақылаңдар. Тұнбаның ерігіштігін тексеріндер. Ол үшін тұнбаны 2 пробиркаға бөліңдер. Бірінші пробиркаға HCl , ал екіншісіне HNO_3 қосындар.

II.2. Күміс нитратының әсері AgNO_3 , 4 тамшы Na_3PO_4 , натрий фосфатына 4 тамшы AgNO_3 , қосындар. Сары тұнба түзіледі. Тұнбаны екіге бөліңдер, ерігіштігін HNO_3 және NH_4OH көмегімен тексеріндер.

II.3. Магнезиальная смесь әсері (аммиак судағы ерітіндісі + NH_4Cl + MgCl_2)

Пробиркаға 2 тамшы Na_2HPO_4 натрий гидрофосфатын құйыңдар, оған 2 тамшы NH_4Cl аммоний хлоридін ерітіндісін, 2 тамшы NH_4OH аммоний ерітіндісін және 2 тамшы MgCl_2 магний хлоридін қосындар. Түзілген ақ кристалдық тұнбаның ерігіштігің тексеріндер. Тұнбаны екіге бөліп, біріншісіне HCl , екіншісіне HNO_3 қосындар.

III CO_3^{2-} – карбонат ионға тән реакциялар

- III.1. BaCl_2 әсері. 5 тамшы натрий карбонатына Na_2CO_3 , барий хлоридінің BaCl_2 ерітіндісін құйыңдар. Ақ тұнбаның түзілуін бақылаңдар және оның ерігіштігін қышқылмен (HCl) тексеріндер.
2. Қышқылдың әсері. 2 тамшы натрий карбонатының ерітіндісіне 1-2 тамшыдан тұз қышқылын HCl қосындар. Газ бөлінгенін бақылаңдар.

IV. SO_3^{2-} – сульфит ионға тән реакция

1. BaCl_2 әсері. 4 тамшы Na_2SO_3 натрий сульфидіне, 4 тамшы BaCl_2 барий хлоридін қосыңдар. Түзілген тұнбаны 2-ге бөліңдер. Тұнбаның қышқылда ерігіштігін бақылаңдар. 1 пробиркаға HNO_3 , ал екіншісіне HCl қосыңдар.
2. I_2 йод ерітіндісінің әсері. 3 тамшы йод ерітіндісіне 1 тамшы еріген HCl және 1 тамшыдан араластырып отырып натрий сульфитін қосыңдар. Йод ерітіндісінің түссіздігінен бақылаңдар.
3. AgNO_3 күміс нитратының әсері. Пробиркаға 5 тамшы Na_2SO_3 және 6 тамшы AgNO_3 құйыңдар. Ақ кристалды тұнба түзілгенін бақылаңдар. Тұнбаны 3 бөлікке бөліңдер 1-ші пробиркаға HNO_3 , екіншісіне аммиак, үшінсіне артық мөлшерде натрий сульфитін қосыңдар.

V. SiO_3^{2-} – силикат ионға тән реакциялар

1. BaCl_2 әсері. Сынауыққа 2-3 тамшы BaCl_2 ерітіндісін құйыңдар, оған 2-3 тамшы Na_2SiO_3 қосыңдар. Ақ тұнбаның түзілгенін бақылаңдар.
2. Аммоний тұзының әсері. Сынауыққа 4-5 тамшы су қосыңдар, оған 3-4 тамшы NH_4Cl кристалдарын салыңдар және қыздырыңдар. Ақ тұнбаның түзілгенін бақылаңдар.

VI. CrO_4^{2-} – хромат ион әсері

1. BaCl_2 әсері. 2 тамшы K_2CrO_4 калий хроматына 2 тамшы BaCl_2 қосыңдар. Сары тұнба түзіледі, тұнбаның ерігіштігін азот қышқылының көмегімен тексеріңдер.
2. $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ қорғасын нитратының әсері 4 тамшы K_2CrO_4 калий хроматына 4 тамшы қорғасын нитратын қосыңдар. Ашық-сары тұнбаның түзілгенін бақылаңдар. Тұнбаны 3 бөлікке бөліп 1шісіне HNO_3 , 2шісіне NaOH , 3шісіне CH_3COOH құйып ерігіштігін тексеріңдер.
3. AgNO_3 , күміс нитратының әсері. 2 тамшы K_2CrO_4 калий хроматына 2 тамшы AgNO_3 қосыңдар. Қою қызыл тұнбаның түзілгенін бақылаңдар. Ерігіштігін азот қышқылының көмегімен анықтаңдар.

Тақырыбы: **II Аналитикалық топтың аниондарына тән реакциялар**

Максаты: II аналитикалық топтың аниондарымен танысу, топтық реагенттің әсерін бақылау, II аналитикалық топқа тән реакциялармен танысу

Құрал-жабдықтар: кесте «Аниондардың жіктелуі», AgNO_3 ерітіндісі, NaCl , NaBr , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, концентрлі NH_4OH , концентрлі HNO_3 , хлороформ, хлорлы су Cl_2 , KJ , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, CH_3COOH , H_2SO_4 , крахмал, Na_2S , HCl , ұстағыш және сынауықтар, спиртшам, сіріңке

Жұмыстың барысы:

I. Cl^- анионына тән реакциялар.

I.1. AgNO_3 күміс нитратының әсері. 2 тамшы NaCl ерітіндісіне 2 тамшы AgNO_3 қосыңдар. Тұнба түзілген ерітіндіге концентрлі аммиактық ерітіндісін NH_4OH , тұнба ерігенге дейін қосыңдар. Алынған ерітіндіні концентрлі HNO_3 қосып, қышқылдандырыңдар және тұнба түзілгенін бақылаңдар.

II. Br^- анионына тән реакциялар.

II.1. AgNO_3 күміс нитратының әсері. 4 тамшы NaBr ерітіндісіне 4 тамшы AgNO_3 ерітіндісін қосыңдар. Тұнба түзілген ерітіндіні 2 сынауыққа бөліңдер. Бірінші сынауыққа натрий тиосульфатын $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ қосыңдар, екінші сынауыққа – концентрлі аммиак ерітіндісін NH_4OH қосыңдар және тұнба AgBr . Екі сынауықтағы тұнбаның (AgBr) ерігіштігін салыстырыңдар.

II. 2. Хлорлы судың әсері. 3 тамшы NaBr натрий бромидіне 0,5 мл хлороформ қосыңдар, одан кейін бір тамшыдан қатты шайқап отырып 2-3 тамшы хлорлы су қосыңдар. Сарғыш хлороформ қабықшаның түзілгенін бақылаңдар.

III. I^- анионына тән реакциялар.

III.1. AgNO_3 күміс нитратының әсері. KJ ерітіндісіне аздап AgNO_3 ерітіндісін қосыңдар. Түзілген тұнбаның ерігіштігін натрий тиосульфатының $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісін қосу арқылы тексеріңдер.

III.2. $Pb(NO_3)_2$ немесе $Pb(CH_3COO)_2$ күміс нитратының немесе күміс ацетатының әсері. 3 тамшы KJ ерітіндісіне 2-3 тамшы $Pb(NO_3)_2$ немесе $Pb(CH_3COO)_2$ қосындар. Түзілген сары тұнбаға мөлшері 1 мл су, 2-3 тамшы CH_3COOH қосындар және тұнба ерігенге дейін қыздырындар. Алынған ерітіндіні салқындатындар және сары алтын түстес күміс иодидінің кристалдарының түзілгенін бақылаңдар.

III.3. Хлорлы судың әсері. 3 тамшы KJ ерітіндісіне 1 тамшы еріген H_2SO_4 -пен қышқылдандырындар, 0,5 мл хлороформ, одан кейін 1 тамшыдан шайқап отырып 2-3 тамшы хлорлы су қосындар. Хлороформ қабықшасының қызыл-күлгін түске боялғанын бақылаңдар. Екінші сынауыққа 1 тамшы KJ ерітіндісін құйыңдар, оған 1 тамшы хлорлы су және 2 тамшы крахмал ерітіндісін қосындар. Көк түстің пайда болғанын бақылаңдар.

IV. S^{2-} анионына тән реакциялар

IV.1. $AgNO_3$ күміс нитратының әсері. 2 тамшы Na_2S ерітіндісіне 2 тамшы $AgNO_3$ қосындар және тұнбаның түзілгенін бақылаңдар.

IV.2. HCl тұз қышқылының әсері. Бұл жұмысты жасағанда өте сақ болыңдар. H_2S өте ұлы зат. Сынауыққа 2 тамшы Na_2S құйыңдар және оған 2 тамшы HCl қосындар. Сынауықтың аузына $Pb(CH_3COO)_2$ қорғасын ацетатына малынып алынған фильтрлі қағаздың бір бөлігін апарыңдар және фильтрлі қағаздың қарайғанын бақылаңдар.

Тақырыбы: III Аналитикалық топтың аниондарына тән реакциялар

Мақсаты: III аналитикалық топтың аниондарымен танысу, III аналитикалық топқа тән реакциялармен танысу

Құрал-жабдықтар: кесте «Аниондардың жіктелуі», KNO_3 , KNO_2 , еріген H_2SO_4 , ақ қағаз, Грисса-Лунге реактиві, дистилденген су, KJ, хлороформ $FeSO_4$, концентрленген H_2SO_4 , металдық Cu , спиртшам, CH_3COONa , C_2H_5OH

Бақылау сұрақтары:

1. III аналитикалық топқа қандай аниондар жатады?
2. III аналитикалық топтың топтық реагенті?
3. NO_2 анионына тән реакциялар?
4. NO_3 анионына тән реакциялар?
5. CH_3COO анионына тән реакциялар?

Жұмыстың барысы:

I. NO_2^- анионына тән реакциялар.

I.1. Еріген H_2SO_4 әсері. 2 тамшы $NaNO_2$ ерітіндісіне 2 тамшы еріген H_2SO_4 қосындар. Түзілген газды ақ қағаздың көмегімен бақылаңдар.

I.2. Грисса-Лунге реактивінің әсері. Сынауыққа 3 тамшы дистилденген су құйып, оған 3 тамшы $NaNO_2$ ерітіндісін қосындар, одан кейін 1-2 тамшы Грисса-Лунге реактивін құйыңдар және қызыл тұнбаның түзілгенін бақылаңдар.

I.3. KJ калий иодидінің әсері. 2 тамшы KJ калий иодид ерітіндісіне 1 тамшы еріген H_2SO_4 , 2 тамшы қосындар $NaNO_2$ ерітіндісін және 0,5 мл хлороформ қосындар. Шайқаңдар, және хлороформ қабықшасының боялғанын бақылаңдар.

II. NO_3^- анионына тән реакциялар.

II.1. $FeSO_4$ құрғақ сульфатының әсері. Сынауыққа 2-3 тамшы су және 2-3 құрғақ $FeSO_4$ ұнтағын салыңдар. Оған 2 тамшы $NaNO_3$ ерітіндісін құйып, оны суық судың астына ұстап, салқындатыңдар. Ақырын сынауықтың бір жақ қабырғасынан 2-3 тамшы концентрленген H_2SO_4 қосындар. Ерітінділердің қосылған жерінен шар тәрізді домалақтар пайда болады.

II.2. Металдық мыстың әсері. 2-3 тамшы KNO_3 калий нитратына бірнеше тамшы концентрленген H_2SO_4 құйып, оған металдық мыстың бірнеше түйіршегін салыңыз және оны спиртшамда қыздырыңдар. Не бақыладыңдар?

III. CH_3COO^- анионына тән реакциялар.

III.1. H_2SO_4 күкірт қышқылының әсері. Сынауыққа 6-8 тамшы натрий ацетатын CH_3COONa және 6 тамшы H_2SO_4 құйыңдар, қоспаны аздап қыздырыңдар.

III.2. Спирттің әсері. 8-10 тамшыдан H_2SO_4 және C_2H_5OH қосыңдар, қоспаны қыздырыңдар, одан кейін сынауықтағы қоспаны суық су құйылған стаканға құйыңдар. Сірке қышқылының этил эфирінің жағымды иісі бөлінгенін сезініңдер

Тақырып: Химиялық микроталдаудың негіздері.

Мақсаты: Химиялық микроталдаудың негіздерімен, сапалық реакцияларды жүргізудің әдістемесімен танысу.

Әдістердің жіктелуі.

Зерттелетін заттың мөлшеріне, ерітіндінің көлеміне және операцияларды орындау техникасына қарай, аналитикалық әдістерді макро-, микро- және жартылай микроәдістер деп бөледі.

Талдау әдістерінің жіктелуі (1955 ж.)

Әдеттегі атауы	Жаңа атауы	Зерттелетін заттың мөлшері	
		г	мл
Макроталдау	Грамм-әдіс	1-10	10-100
Жартылай микроталдау	Сантиграмм-әдіс	0,05-0,5	1-10
Микроталдау	Миллиграмм-әдіс	$0,001-10^{-6}$	$0,1-10^{-4}$
Ультрамикроталдау	Микрограмм-әдіс	$10^{-6}-10^{-9}$	$10^{-4}-10^{-6}$
Субмикроталдау	Нанограмм-әдіс	$10^{-9}-10^{-12}$	$10^{-7}-10^{-10}$
Субультрамикроталдау	Пикограмм-әдіс	10^{-12}	10-10

Макроәдіспен талдау жүргізген кезде заттардың салыстырмалы үлкен мөлшерін алады, мысалы I – 10 г құрғақ материал немесе 10-100 мл ерітінді. Сонымен қатар реакцияларды әдеттегі түтікшелерде орындайды, алынатын тұнбаларды ерітіндіден сүзу арқылы ажыратады және оларды қағаз сүзгіштерде шаяды.

Микроәдіспен талдау кезінде құрғақ зат немесе ерітінді шамамен 100-100 есе аз қажет (1 мг құрғақ зат немесе 0,1 мл ерітінді). Реакцияларды микросталлоскопиялық немесе тамшылық әдіспен (немесе шыны пластинада ғана) орындайды.

Т.Е. Ловиц (1798) ұсынған, микрорекристаллоскопиялық талдау микроскоппен қарастырылатын реакциялар кезінде түзілетін кристалдардың формасы мен түсі бойынша иондарды анықтаудан тұрады. Әдетте микрорекристаллоскопиялық реакцияларды заттық шыныларда орындайды.

Н.А. Танаев (1920) ұсынған тамшылық талдау кезінде ерітіндісінің түсі өзгеретін немесе түсті тұнбалар түзілетін реакцияларды пайдаланады. Әдетте сүзгіш қағаздың жолағына қандай да бір бірізділікпен зерттелетін ерітінді мен реагенттерді орналастырады және дақтың түсін бақылайды. Кейде тамшылық реакцияларды сағаттық шыныда, ойыстау жерлері бар арнайы пластинада, фарфор тигельде орындайды. Тамшылық әдіс қоспаның құрамында бар бірнеше ионды бір мезгілде ашуға мүмкіндік береді. Әдістің негізіне қағаздың қылтүтік-адсорбциялық қасиеттері алынған. Сүзгіш қағаз еритін заттарды қатты адсорбциялайды, олар қойылады және сондықтан реакцияның сезімталдығы арта түседі. Жүргізілген реакцияның нәтижесінде қағазда боялған дақ пайда болады. Оның түсі бойынша қандай да бір ионның болуы туралы айта алады.

Бірдей реактивпен түрлі иондардың түрліше адсорбциялануына қарай, дақтың ортасынан түрлі қашықтықта орналасатын, боялған аймақтарды түзеді. Оылайша иондар бөлінеді. Дақтың ортасына жақын ең нашар еритін қоспа орналасады, одан соң ерігіштігі бойынша келесі қоспа және т.с.с. тамшылық әдісті қолдана отырып, кейбір жағдайларда талдаудың жүйелі барысында

жүргізілетін, кедергі келтіретін иондарды бөлмей-ақ қоюға болады, яғни иондарды бөлшектеп ашуға болады.

Тамшылық реакцияларды орындаудың техникасы қарапайым. Реакцияларды орындау үшін қылтүтігі бар тамызғыш қолданылады. Оны зерттелетін ерітіндіге салады және сұйықтықтың 1-2 мм көтерілуіне мүмкіндік береді. Содан соң тамызғышты сүзгіш қағазға қатты басады, сұйықтық жайылып ақпауы тиіс.

Тамшылық реакцияларды қолдану талдаудың уақытын қысқартуға мүмкіндік береді, яғни оларды орындау кезінде ұзақ операцияларды пайдаланбайды.

Микрокристаллоскопиялық реакциялардың нәтижесінде анықталатын ион мен реактивтің арасындағы әрекеттесу кезінде осы затқа тән, белгілі бір формадағы кристалдар түзіледі. Микрокристаллоскопиялық реакцияларды орындауға аз уақыт жұмсалады, зерттелетін заттың микроөлшерін сәйкестендіруге мүмкіндік беретін, жақсы көрнекілікке, жоғары сезімталдыққа ие. Бұл реакциялар өте сезімтал, оларды пайдаланып, миллиграмның ондық үлестерін ашуға болады. Олар заттық шыныда орындалады. Заттық шыны, шыны таяқша мұқият жуылып, құрғатылу керек. Реакцияның салдарынан түзілетін кристалдар тек қолайлы жағдайларда ғана өзіне тән форманы қабылдайды. Кристалдар жылдам өспеу керек, сондықтан реакцияны салыстырмалы сұйылтылған ерітінділермен жүргізген дұрыс. Бөгде заттардың болуы кристалдардың формасын өзгертуі мүмкін, мұны заттардың қоспасын талдаған кезде есепке алу қажет.

Заттық шыныға таяқшамен зерттелетін ерітіндінің тамшысын тамызады, жанына реактивтің тамшысын орналастырады. Содан соң шыны таяқшамен екі тамшыны абайлап қосады. Микрокристаллоскопиялық реакцияны бақылау уақытының ұзақтығы микроскоппен көрінетін кристалдардың түзілу жылдамдығына тәуелді. Кристалдардың түзілу жылдамдығы ерітіндінің концентрациясына, зерттелетін тамшның көлеміне, қоспалардың болуына, реакцияны жүргізу техникасына тәуелді. Кейде тамшыны буландыруды ұсынады, бірақ мұны абайлап, жиектің пайда болуына дейін ғана орындайды. Одан соң заттық шыныны суытады. Реакцияны жүргізген соң түзілген кристалдарды микроскоппен қарастырады. Микрокристаллоскопиялық реакциялар үшін жамылғы шыныларды қолданбайды.

Макро- және микроталдаудың арасында сапалық химиялық талдаудың жартылай микроәдісі орын алады. Микроталдауға қол жеткізу үшін, макроталдауға қарағанда, зерттелетін затты 20-25 есе аз алады, яғни 50 мг құрғақ материал немесе 1 мл ерітінді. Сонымен қатар біртіндеп топтарға бөліп және жеке иондарды ашып, макроталдаудың жүйелі барысы сақталады.

Жартылай микроталдау реактивтердің шығынын азайтуға, анықтамаларды орындауды үдетуге, зертхана ауасының зиянды газдармен ластануын болдырмауға мүмкіндік береді.

Сонымен қатар микроаналитикалық әдістердің ішінде ультрамикроталдауды, субмикроталдауды және субультармикроталдауды ажыратады.

Салыстырмалы мөлшеріне қарай, талданатын үлгіде анықталатын заттарды макро- және микрокомпоненттерге ажыратады. 0,01% артық мөлшердегі заттар макрокомпоненттер, 0,01% аз мөлшердегі заттар микрокомпоненттер деп аталады.

Реакциялардың сезімталдығы

Сезімталдығы әр түрлі бірнеше реакциялардың бірінің көмегімен әр ион ашылуы немесе анықтаулы мүмкін. Реакцияның *сезімталдығы* берілген реактивтің көмегімен ашылуы мүмкін ионның минималды концентрациясымен сипатталады. Сезімталдықты минималды концентрациямен немесе *шекті сұйылтумен* білдіреді. Шекті сұйылтудың шамасын анықталатын ион массасының, ион ашылуы мүмкін, еріткіштің ең үлкен мөлшерінің массасына қатынасымен білдіреді. Минималды концентрация немесе шекті сұйылту берілген реакция әлі байқалатын, заттың бір грамм ерітіндісін ең көп сұйылтуды көрсетеді.

Шекті сұйылту реакцияның сезімталдығын толықтай сипаттамайды, яғни ол берілген реакцияның көзге көрінетін сыртқы әсеріне қол жеткізу үшін, әр анықтауға алынуы мүмкін, минималды концентрация кезіндегі ерітіндінің минималды көлемін көрсетеді.

Ионды ашуға жеткілікті, минималды концентрация ерітіндісінің ең аз көлемінде болатын, берілген ионның массасын *ашылатын минимум* деп атайды. Ашылатын минимумды гаммамен көрсетеді:

$$1\gamma = 10^{-6} \text{ г} = 10^{-3} \text{ мг} .$$

Реакцияның сезімталдығы тұрақты шама емес. Ол реакцияны жүргізудің жағдайларына тәуелді: реактивтің концентрациясы, ерітінді қабатының қалыңдығы, ортаның температурасы мен сипаты (ерітіндінің рН), басқа иондардың немесе заттардың болуы және т.б.

Реакцияның ерекшелігі

Аналитикалық тәжірибеде ізделетін ион әдетте басқа иондар болғанда анықтауға тура келеді. Басқа иондар болғанда ионды ашуға болатын реакциялар мен реактивтерді *ерекше* деп атайды. Алайда қатаң ерекше реактивтер, яғни бір ғана ионмен реакцияға түсетін реактивтер көп емес. Көптеген жағдайда ерітіндідегі басқа иондар, олар реактивпен реакцияға түсетіндіктен немесе олар ашылатын ионды байланыстырып және берілген реактивпен реакцияға түсуіне мүмкіндік бермейтіндіктен, берілген ионды ашу реакциясына кедергі келтіреді. Қоспалар берілген ионды ашуға кедергі келтірмеу үшін, бірқатар шаралар, соның ішінде алдын ала қоспаларды ажыратуды қолданады.

Минералдардың микрохимиялық диагностикасы.

Минералдар диагностикасының химиялық әдістері түпшаймалы сынамалардың және кенді концентраттардың құрамына енетін минералдарды анықтауда кең қолданылады. Олар берілген минералдың құрамына енетін қандай да бір элементті сапалық ашуға негізделген және жасалған визуалды анықтамалардың дұрыстығын дәлелдеуге қызмет етеді. Сонымен қатар химиялық реакциялар анықталатын элемент үшін әдетті болып табылады.

Элементті ашу әрқашан басқа элементтер болғанда жүзеге асырылады. Сондықтан реакцияның нәтижесі сәйкес химиялық элементті анықтаудың сенімділігін кепілдендіру керек. Негізінен барлық химиялық реакциялар заттық немесе сағаттық шыныларда; түтікшелерде немесе фарфор тигельдерде орындалады. Микрохимиялық реакцияларды жүргізу үшін заттың аз мөлшері (2-3 түйір) қажет. Микрохимиялық реакцияларды жүргізу асқан ұқыптылықты талап етеді. Сенімді нәтижелер алу үшін қажет:

- кірікпелері жоқ, таза минералдардың түйірлерін зерттеуге алу;
- тек таза ыдысты пайдалану;
- барлық реакцияларды ерітінділердің максималды аз мөлшерінде жүргізу;
- реактивтерді шағын бөліктермен қосу.

Реакцияны жүргізудің тәсіліне және алынған нәтижелерге қарай, микрохимиялық реакциялар бөлінеді:

- қабықты;
- тамшылық;
- ұнтақты (ұнтақтарды үгіту әдісі бойынша реакциялар);
- кристаллоскопиялық;
- жалынды.

Қабықты реакциялар.

Минералдардың түйірлерінде жүргізіледі. Реакцияларды жүргізу үшін минералдың түйірлерін күшті ерітіндімен (қышқылмен, сілтімен) өңдейді, содан соң сәйкес түске боялған, жұқа қабықтың түйірдің бетінде пайда болуын тудыратын, реактивтің тамшысын қосады. Бұл әдіс түпшаймалы сынамадан алдын ала ажыратусыз кейбір минералдардың анықтауға мүмкіндік береді.

Тамшылық реакциялар.

Тамшылық микрохимиялық реакциялар минералдарды алдын ала ерітуге және ерітінділердің арасында реакциялар жүргізуге негізделеді. Бұл әдіс белгілі бір минералдың құрамына енетін қандай да бір химиялық элементті сапалық ашудан тұрады. Ерігіштік дәрежесі бойынша барлық минералдар бөлінеді:

- жылдам ерігіш;
- қиын ерігіш;
- ерімейтін.

Жылдам ерігіш минералдар әлсіз еріткіштердің (қышқылдардың, сілтілердің) көмегімен ерітіндіге көшіріледі.

Қиын еритін минералдарды еріту үшін күшті қышқылдар мен сілтілердің қойылтылған ерітінділерін қолданады.

Ерімейтін минералдар арнайы тәсілдің – минералдың балқымалармен алдын ала қорытудың көмегімен еріген күйге көшеді. Балқымалар ретінде сода, сілтілер (КОН немесе NaOH), сақар, бура, калий пиросульфаты қолданылады. Қорытудың алдында минерал шағын келіде үгітіледі, содан соң келіге минералға қатысты 6-8 еселік мөлшерде балқыманы қосады және біртіндеп ұнтақтау жүргізіледі. Нәтижесінде минерал мен балқыма жақсы араластырылу керек.

Қорыту екі тәсілмен жүргізілуі мүмкін:

1. Дәнекерлейтін түтіктің жалынында платина сымының көзінде. Алынған қоспаны қорытудың алдында ұнтақтың ұшын болдырмау үшін тазартылған судың тамшысымен суландырады. Балқыту аяқталған соң қорытпаны суытады және заттық шыныға көшіреді. Қандай да бір қышқылмен қышқылданған, тазартылған судың тамшысында ерітеді. Бұдан соң әдеттегі схема бойынша тамшылық реакцияларды жүргізеді.

2. Балқыма мен минералдың қоспасы салынатын шағын фарфор тигельдерді спиртпен жанатын шамда қыздырады. Сол кезде қорытпа көбіктенеді, сары-жасыл немесе қоңыр түске боялады, бұл балқыту аяқталуының белгісі болып табылады. Суытқан соң қорытпаны тазартылған сәл қышқылданған суда ерітеді. Бұдан соң схема бойынша тамшылық реакцияларды жүргізеді.

Ұнтақты реакциялар.

Қатты заттардың арасында жүріп жататын реакциялар арқылы жеке химиялық элементтерді ашу принципі әдістің негізіне алынған. Мұндай реакциялардың нәтижесінде боялған өнімдер түзіледі. Олардың боялу сипатына қарай минералдар мен кендердегі химиялық элементтерді сапалық анықтау жүргізіледі. Бұл әдістің әдістемесі өте қарапайым. Минералдың түйірлерін еріткіш болып табылатын кристалды реактивтің 5-6 еселі мөлшерімен мұқият ұнтақтайды. Ұнтақтау шыны таяқшаның көмегімен фарфор кювтада жүргізіледі. Минералдың түйірлерін ұсақтаған соң және біркелкі масса алынған соң, оған реактив-айқындауыштың бірнеше кристалын қосады және ұнтақтауды жалғастырады. Қоспа деммен ылғалдандырылады немесе тазартылған судың шағын мөлшерімен суландырылады. Қоспаға тән түстің пайда болуы минералдарда белгілі бір элементтерді ашуға мүмкіндік береді.

Кристаллоскопиялық реакциялар.

Кристалдардың түзілу формасы мен түсі тән, кристалл тұнбаны реакция нәтижесінде алуға негізделген. Кристалды тұнбаны алу үшін минералды шыныда ерітеді, содан соң алынған ерітіндіге реактив-тұндырғыштың 2-3 кристалын немесе тамшысын қосады. Түзілген кристалдарды лупамен зерттейді. Кейде шыныны қызыру керек, бірақ ерітіндінің булануын болдырмау қажет.

Жалынды реакциялар (дәнекерлеуші түтік әдісі).

Бұл зерттеулер ең алдымен түпшайманы зерттеуде, әсіресе сілтілі немесе сілтілі-жер элементтері болғанда жүргізіледі. Минералдың сынығын пинцеттің көмегімен дәнекерлеуші түтіктің жалынына апарды. Жалын минералдың бетін сипап өту керек. Жалынның түсін бақылайды. Бірқатар жағдайларда минералды қыздырудың алдында HCl суландырады, өйткені сол кезде түзілетін хлоридтер тез ұшқыш.

Барлық реакциялар сағаттық шыныда жүргізіледі.

1 сынау. Na^+ катиондарының реакциясы.

Калий гексагидроксостибатының $K[Sb(OH)_6]$ әрекеті

Натрий ерітіндісінің 1 тамшысына дәл сонша реактив қосу керек және қоспаны шыны таяқшамен езу қажет. Тұнбаны бақылаңыз, оның кристалды екендігіне көз жеткізіңіз. Молекулярлы және ионды түрдегі (алмасу реакциясы) реакция теңдеуін жазыңыз.

2 сынау. Калий катионының реакциясы.

Натрий гексанитрокобальтаты $Na_3[Co(NO_2)_6]$

Калий тұзы ерітіндісінің 1 тамшысына реактивтің 3 тамшысын қосыңыз және шыны таяқшамен езіңіз. Сары кристалды тұнба (аморфты емес) түзіледі. Молекулярлық және ионды түрдегі реакциялардың теңдеулерін құрыңыз.

Үштік нитрит

Заттық шыныға калий тұзы ерітіндісінің тамшысын тамызыңыз және құрғақ күйге дейін буландырыңыз. Жанына реактивтік тамшысын орналастырыңыз және таяқшаның көмегімен құрғақ қалдықпен араластырыңыз. Кристалдардың формасы мен түсін бақылаңыз. Реакция теңдеуін құрыңыз.

3 сынау. NH_4^+

Несслер реактиві $K_2[HgJ_4] + KOH$

NH_4^+ тұзы ерітіндісінің 1 тамшысына сағаттық шыныда Несслер реактивінің 1-2 тамшысын қосыңыз. Реакцияны орындай отырып, реактивтің артығымен міндетті түрде әрекет етіңіз. Өйткені түзілетін тұнба NH_4^+ тұздарында ериді. Аммиак іздерінен немесе NH_4^+ иондарынан қызыл-қоңыр тұнба түзілмейді, бірақ ерітінді сары немесе қызғылт сары түске боялады. Реакция теңдеуін құрыңыз.

4 сынау. Mg^{2+} катиондарының реакциясы

Қара хромоген

Mg^{2+} тұзының 2 тамшысына аммиак ерітіндісінің 1 тамшысын және қара хромогеннің (0,5 г қара хромогенді 10 мл аммонийлі буферлік қоспада ерітеді және эталонмен 100 мл дейін жеткізеді) 1 тамшысын қосыңыз. Ерітінді шарап түсті қызыл болады, бірақ тұнба түзілмейді. Хромоген ерітіндісінің орнына құрғақ реактивті (бірнеше түйіршік) пайдалануға болады.

5 сынау. Ba^{2+}

Калий дихроматы

Ba^{2+} тұзы ерітіндісінің 1 тамшысына калий дихроматы ерітіндісінің 1 тамшысын және қорғасын ацетаты ерітіндісінің 1 тамшысын қосыңыз. Калий дихроматы мен Ba^{2+} тұзының арасындағы реакция теңдеуін құрыңыз. (Ерітіндіге $Pb(CH_3COO)_2$ қосқан кезде Ba^{2+} ионы толық тұнады).

Күкірт қышқылы

Ba^{2+} тұзының 1 тамшысына H_2SO_4 1 тамшысын қосыңыз. Кристалдардың формасын бақылаңыз, реакция теңдеуін құрыңыз.

6 сынау. Ca^{2+} катионының реакциясы

Аммоний аксолаты.

Ca^{2+} тұзының тамшысына аммоний аксолатының тамшысын қосыңыз. Тұнбаның құрылымына назар аударыңыз, қыздырып көріңіз. Нені байқадыңыз? Реакция теңдеуін жазыңыз.

Күкірт қышқылы

Ca^{2+} тұзының ерітіндісінің тамшысына дәл сонша күкірт қышқылын қосыңыз және тамшы шетінен жиек пайда болғанға дейін буландырыңыз. Шоғырға жиналған, гипстің инелі кристалдарын қарастырыңыз. Ba^{2+} және Sr^{2+} сульфаттарының кристалдарының формасы басқа. Реакция теңдеуін жазыңыз.

7 сынау. Al^{3+} катионының реакциясы

Ализарин

Al^{3+} тұзының тамшысын сүзгіш қағазға тамызыңыз және 1-2 минут қойылтылған аммиагы бар ашық сауыттың үстінен ұстаңыз. Ализариннің тамшысын қосыңыз және қайтадан аммиакпен әсер етіңіз. Боялуы құрғатқан кезде жақсырақ байқалады.

8 сынау. $Fe(III)$ катионының реакциясы

Калий гексацианоферраты $K_4[Fe(CN)_6]$.

$Fe(III)$ тұзының 1 тамшысына сары қан тұзының 1 тамшысын қосыңыз. Кристалдардың формасы мен түсін қарастырыңыз, реакция теңдеуін құрыңыз.

Калий немесе аммоний тиоционаты NH_4CNS немесе $KCNS$

Сүзгіш қағазға Fe (III) реактив тұзының тамшысын тамызады және оған реактив тамшысын салады. Алынған тамшының түсіне назар аударыңыз.

9 сынау. Нитрат-ионының реакциясы NO_3^-

Дифениламин $(C_6H_5)_2NH$

Дифениламиннің 3-4 тамшысына (таза сағаттық шыныда) нитрат ерітіндісінің біразын таяқшамен қосыңыз. Реакция өнімі қандай түске боялады? Осылайша дифениламин нитрит иондарын да бояйды.

10 сынау. Сульфид-анионының реакциясы S^{2-}

Күміс нитраты

Na_2S ерітіндісінің 2 тамшысына $AgNO_3$ ерітіндісінің 2 тамшысын қосады және тұнбаның түзілуін бақылайды.

11 сынау.

AgCl тамшылық реакция (Mn^{2+})

Сүзгіш қағазға сұйылтылған тұз қышқылының тамшысын тамызыңыз және ылғалды дақтың ортасына күміс нитратының аммиакты ерітіндісінің қылтүтігін орналастырыңыз. Сол кезде дақтың ортасында суы бар қылтүтікті ұстап, дақтың диаметрі 2-3 есе ұлғайғанша, түзілетін тұнба $AgCl$ мұқият жуыңыз. Шайылған тұнбаны Mn^{2+} тұзы ерітіндісінің тамшысымен сулаңыз және $NaOH$ 25% ерітіндісінің тамшысымен әрекет етіңіз. Еркін күмістің бөлінуінен қағаздағы дақ қараяды.

12 сынау.

Диметилглиоксиммен тамшылық реакция – Чугаев реакциясы (Ni^{2+}). Fe^{2+} болғанда жүргізіледі.

Сүзгіш қағазға Na_2HPO_4 1 тамшысын, одан соң сыналатын ерітіндінің ($Fe^{2+} + Ni^{2+}$) тамшысын және тағыда Na_2HPO_4 тамшысын қосыңыз. Сол кезде аз еритін фосфаттар, мысалы $FePO_4$, дақтың ортасында қалады, ал ерігіш никель фосфаты оның шетіне қарай ығысады. Алынған дақтың шетінен диметилглиоксим ерітіндісі бар қылтүтікпен жүргізіңіз және қағазды аммиак буымен өңдеңіз. Қызғылт сақинаның пайда болуын немесе (Ni^{2+} үлкен мөлшерінде) бүкіл дақтың қызғылт түске боялғанын бақылаңыз.

13 сынау.

(Bi^{3+}) KI тамшылық реакциясы

Сүзгіш қағазға Bi^{3+} тұзының бір тамшысын тамызып, KI қосыңыз. Сары түсті және жиегі бойынша қып-қызыл түсті жұқа қабатты бақылаңыз.

14 сынау.

(Fe^{2+}) $K_3[Fe(CN)_6]$ тамшылық реакция

Сүзгіш қағазға Fe^{2+} тұзының бір тамшысын тамызыңыз, $K_3[Fe(CN)_6]$ темірсинеродты калийдің 1-2 тамшысын қосыңыз. Турбулды көктің жасыл-көк дағының түзілуін бақылаңыз.

15 сынау.

(Cu^{2+}) $K_4[Fe(CN)_6]$ тамшылық реакциясы

Сүзгіш қағазға Cu^{2+} тұзының бір тамшысын тамызыңыз және сары қанды тұзды қосыңыз. Қызыл-қоңыр дақты бақылаңыз.

16 сынау.

(Sn^{2+}) $(NH_4)_2MoO_4$ тамшылық реакция

Сүзгіш қағазға Sn^{2+} тұзының 1-2 тамшысын тамызыңыз және аммоний молибдатының тамшысымен өңдеңіз. Сүзгіштегі көк түске боялуды бақылаңыз.

17 сынау.

(Sb^{3+}) $(NH_4)_2MoO_4$ тамшылық реакция

Сүзгіш қағазға Sb^{3+} тұзының 1-2 тамшысын тамызыңыз. Ылғал даққа $(NH_4)_2MoO_4$ аммоний молибдаты ерітіндісінің тамшысын, бұдан соң бензидин тамшысын қосыңыз. Сүзгішті аммиагы бар ашық сауыттың үстінен ұстаңыз. Сүзгіштің көк түске боялғанын бақылаңыз.

18 сынау.

(Mo) KCNS және SnCl₂ тамшылық реакция

Сүзгіш қағазға Mo 1-2 тамшысын тамызыңыз, KCNS және SnCl₂ тамшысын қосыңыз. Қызыл дақты бақылаңыз.

Тақырып: Сапалық талдау. Органикалық қоспаларды талдау.

Мақсаты Әдістемені оқып, жұмыстың мақсатын құрастыр

Құрал –жабдықтар: Әдістеме бойынша құрал—жабдықтарын жаз

№ 1 сынау. Шала күйдіруге сынамалап анықтау.

(Сынауды соратын шкафта жүргізеді).

Көптеген органикалық заттарда С болуын затты ұқыпты қыздыру кезінде оны шала күйдіруден анықтауға болады.

1. Скальпельдің ұшына (немесе тигельдің қақпағына) глюкозаның (немесе қанттың) бірнеше кристалын салады және оттық жалынымен абайлап қыздырады. Глюкоза балқиды, қараяды және жанады. Скальпельде қара түсті шала күйген масса – С қалып қояды. Осыдан келе, глюкоза органикалық зат болып табылады.

2. Скальпельдің ұшына (немесе тигельдің қақпағына) казеиннің түйіршігін салады және оттықтың жалынында абайлап қыздырады. Казеин кебеді де, жана бастайды. Скальпельдің ұшында шала күйген қара масса – С қалып қояды. Осыдан келе, ақуыздар органикалық заттар болып табылады. Ақуыз жанған кезде жанған шашқа тән иіс пайда болады.

3. Кейде органикалық заттарға (қант, крахмал, жасұнық, спирттер және т.б.) ылғалдан айырғыш заттардың, мысалы, қойылтылған күкірт қышқылының ықпал ету кезінде шала күйе байқалады. Қыздыру кезінде шала күйе әсіресе айқын көрінеді. Осылайша, қыздыру кезінде сұйылтылған күкірт қышқылы да шала күйдіреді.

Фильтрлі қағаздың тіліміне (жасұнық) күкірт қышқылы ерітіндісінің тамшысын тамызады. Кепкен кезде қағазда із қалмайды. Қағазды оттық жалынында абайлап қыздырады. H₂SO₄ ерітіндісімен суланған, фильтрлі қағаздың бөлігі, таза қағазға қарағанда бұрынырақ күйеді. Осыдан келе, жасұнық та органикалық заттарға жатады.

Шала күйдіру сынамасы зерттелетін заттағы С анықтаудың қосымша тәсілі ғана болып табылады. Өйткені ол шала күйдіру кезінде ғана сенімді. Егер шала күйдіру болмаса, зерттелетін затта С болмауы туралы қорытынды шығаруға негіз жоқ. Өйткені бірқатар заттарды әдеттегі жолмен шала күйдіруге болмайды. Кейбір органикалық заттар, мысалы спирт және эфир, қыздырған кезде шала күйгенге дейін буланып кетеді; басқалары, мысалы мочеви́на, фталді ангидрид, айдалады. Сондықтан С мен Н ашудың жалпы әдісі тотықтырғыштармен қоспада органикалық затты жағу болып табылады. Оның орнына CuO пайдаланады.

№ 2 сынау. Органикалық заттардағы көміртегін, сутегін, азотты және хлорды сапалық анықтау.

а) Көміртегі мен сутегіні сапалық анықтау.

Құрғақ түтікшеге мыс косиді ұнтағының (II) CuO 1 г жуығын және 0,2 парафин, бензин, вазелин салыңыз. Егер сынаққа парафин қатысса, түтікшені парафин ерігенге дейін қыздырыңыз, одан соң оның құрамын заттар жақсы араласу үшін сілкіңіз. Көлденең қалыпта түтікшені штативке бекітіңіз және оның ішіне ашық аузына жақын жерде сусыз мыс сульфатын (II) салыңыз. Газқайырғыш түтігі бар тығынмен түтікшені жабыңыз, оның ұшын әктас суы бар басқа түтікшеге салыңыз. Түтікшенің құрамын аздап қыздырыңыз және болып жатқан өзгерістерді бақылаңыз. Мыс сульфатының түсі неліктен өзгереді? Бұл зерттелетін затта қандай элементтің болатындығын дәлелдейді? Әктас суының лайлануы қандай элементтің болуын дәлелдейді? Мыс оксидінен (II) не түзілді және қандай бақылаулар мұны дәлелдейді?

б) Хлорды сапалық анықтау.

Хлорды анықтау үшін, мыс пен хлор әркеттескен кезде жалынға жасыл түс беретін мыс хлориді (II) түзілетінін есепке алған дұрыс. Ол үшін мыс сымынан спираль жасап, жалын жасыл түске боялғанға дейін, жалында қыздырыңыз. Қыздырылған спиральді тетрахлорметан бар

түтікшеге немесе құрамында хлор бар өзге органикалық затқа салыңыз. Қандай заттың болуынан жалын жасыл түске боялады?

в) *Азотты сапалық анықтау.*

Натронды әктасы бар мочеви́на қоспасының біразын (шпательдің ұшында) түтікшеге салу және қыздыру. Бөлінген газды абайлап иіскеп, иісі бойынша аммиактың бөлінуіне көз жеткізу. Түтікшенің тесігіне сумен суланған қызыл лакмус қағазын салу. Оның түсі қалай өзгереді? Неліктен? Байқалатын құбылыстар зерттелетін қоспада қандай элементтің болуын көрсетеді?

3 сынау. *Метанды алу және оның қасиеттері.*

Натрий ацетаты мен натронды әктас қоспасының біразын (шпательдің ұшында) түтікшеге салу және қыздыру. Түтікшені тығынмен және газқайырғыш түтікпен жабу және қыздыру. Түтіктің тесігіне мезгіл сайын жанған шырпыны жақындату. Бөлінген газдың жануын бақылау. Жалынның түсі қандай? Метанның жану реакциясының теңдеуін жазу. Метанды бром суының ерітіндісінен өткізу. Не байқалады?

4 сынау. *Этиленді алу және онымен сынақтар жүргізу.*

1. Бір түтікшеге 2-3 мл этил спиртің құйыңыз және абайлап қойылтылған H_2SO_4 6-9 мл қосыңыз. Одан соң қайнау кезінде сұйықтықтың дүмпулерін болдырмау үшін, алдын ала қыздырылған құмнан біраз қосыңыз. Газқайырғыш түтігі бар тығынмен түтікшені жабыңыз, штативке бекітіңіз және абайлап қыздырыңыз.

2. Басқа түтікшеге 2-3 мл бром суын құйыңыз. Газқайырғыш түтікті бром суы бар түтікшенің түбіне түсіріңіз және бөлініп жатқан газды одан өткізіңіз.

3. Үшінші түтікшеге күкірт қышқылымен қышқылданған, 2-3 мл калий перманганатының сұйылтылған ерітіндісін құйыңыз және одан газды өткізіңіз.

4. Бөлініп жатқан газды жағыңыз.

Этил спиртінің күкірт қышқылымен қоспасын қыздырған кезде қандай газ бөлінеді? Газды бром суы және калий перманганатының ерітіндісі арқылы өткізген кезде не болады? Неліктен метанға қарағанда, этилен жарығырақ жалынмен жанады? Сәйкес реакциялардың теңдеулерін жазыңыз.

5 сынау. *Ацетиленді алу және оның қасиеттері.*

Түтікшеге 2-3 түйір кальций карбидін (шыны ұшының көлеміндей) салу, 0,5-1 мл су қосу. Газқайырғыш түтігі бар тығынмен түтікшені жабу және еңістеп штативке бекіту. Түтіктің ұшын 1-2 мл бром суы бар түтікшеге салу. Бром суының түсі өзгере ме? Газқайырғыш түтікті ерітіндіден алу және бөлініп жатқан газды жағу. Бөлініп жатқан газдың жану ерекшелігі неде?

6 сынау. *Бензолдың жануы.*

а) Шыны таяқшаны бензолға түсіру және спиртовканың жалынына енгізу. Бензол жалынының сипаты қандай? Реакцияның теңдеуін жазыңыз.

б. б) *Хош иісті құрылымға сынамалау.*

Түтікшеге хош иісті көмірсутектің 5 тамшысын, хлороформның 4 тамшысын құяды және микроқалақшаның ұшында сусыз алюминий хлоридін қосады. Түтікшенің құрамын мұқият шайқайды. Біртіндеп түрлі реңктегі түстер пайда болады, тұрған қалыпта қоңыр түске өтеді.

Бұл сынауды кез келген хош иісті қоспамен хош иісті құрылымға сынамалау ретінде жүргізуге болады.

7 сынау. *Глицериннің қасиеттері.*

1. Түтікшедегі 1 мл суға глицериннің тең мөлшерін құйыңыз және шайқаңыз. Одан соң тағы сонша глицерин қосыңыз. Оның суда ерігіштігі туралы не айтуға болады?

2. Сүзгіш қағаздың бетіне 2-3 тамшы глицерин және жеке бірнеше тамшы су тамызыңыз. Қандай сұйықтық бұрын буланатынын мезгіл сайын бақылап отырыңыз. Сынауның нәтижесін қалай түсіндіруге болады?

3. Түтікшедегі 2 мл сілті ерітіндісіне мыс сульфаты (II) ерітіндісінің бірнеше тамшысын қосыңыз. Түзілген мыс гидроксидіне (II) глицерин құйып, қоспаны шайқаңыз. Қандай өзгерістер пайда болды? Сәйкес қорытынды жасаңыз.

8 сынау. *Фенолдың қасиеттері.*

Фенол – улы зат, сондықтан оның ерітіндісімен жұмыс жасаған кезде аса сақ болыңыз.

1. Түтікшеге 1-2 мл фенол ерітіндісін құйыңыз, шайқаңыз. Бұдан соң ақ жүзгіндер пайда болғанға дейін, бром суының қаныққан ерітіндісін аздап қосыңыз. Байқалатын құбылысты түсіндіріңіз. Реакция теңдеуін жазыңыз.

2. Түтікшеге біраз сілті ерітіндісін құйыңыз, фенолфталеин, одан соң фенол ерітіндісін қосыңыз. Нені байқадыңыз? Бұл құбылысты түсіндіріңіз.

3. Фенолға тән түсті реакция темір хлоридімен (III) реакциясы болып табылады. Сұйылтылған C_6H_5OH ерітіндісіне $FeCl_3$ ерітіндісінің бірнеше тамшысын қосады.

9 сынау. Спирттің қасиеттері.

а) *Спирттің жануы*

Фарфор ыдысқа құйылған спиртті тұтатады. Ыдысты шынымен немесе диаметрі үлкен басқа фарфор ыдыспен жауып, жалынды өшіреді.

Спирт жанғандағы жалынның түсі қандай? Реакция теңдеуін жазыңыз.

б) *спирттің альдегидке тотығуы.*

1. Мыс сымының ұшында спиральдің 5-6 орманы ораңыз.

2. Түтікшеге 1 мл этил спиртіні құйыңыз, мысты оксидтің қара қабаты қаптағанша, оттықтың жалынында мыс спиральді қыздырыңыз және спиральді спирті бар түтікшеге жылдам салыңыз. Бұл операцияны бірнеше рет қайталаңыз. Түзілетін альдегидтің иісіне және спиральмен болып жатқан өзгерістерге назар аударыңыз.

3. Қыздыру кезінде мыстың тотығу және мыс оксидімен (II) спиртті альдегидке тотықтыру реакцияларының теңдеулерін жазыңыз.

10 сынау. Формальдегидтің қасиеттері.

а) *Күміс айна реакциясы.*

1. Түтікшені сода ерітіндісімен, одан соң таза сумен мұқият жуыңыз. Оған 2 мл жаңа дайындалған күміс нитратының (I) 2% ерітіндісін құйыңыз және басында пайда болған тұнба ерігенге дейін, аммиактың сұйылтылған ерітіндісін тамшылап құйыңыз. Алынған ерітіндіге метаналь (немесе этаналь) ерітіндісінің бірнеше тамшысын қосыңыз. Түтікшені ыстық суы бар стаканға салыңыз. Альдегидтер тотыққан кезде не түзіледі? Реакциялардың теңдеуін жазыңыз.

б) *Метанальді (этанальді) мыс гидроксидімен (II) тотықтыру.*

Түтікшеге 1 мл метаналь (этаналь) ерітіндісін құйыңыз және $CuSO_4$ (2%) ерітіндісінің және натрий гидроксидінің 10% ерітіндісінің 1 мл қосыңыз. Алынған қоспаны қыздырыңыз. Қандай өзгерістер болып жатыр? $CuSO_4$ сілтімен әрекеттесу реакциясын және осының нәтижесінде түзілген альдегиді бар заттың теңдеуін құрыңыз.

в) *Альдегидтің фуксинкүкіртті қышқылмен реакциясы.*

Түтікшедегі 1 мл фуксинкүкіртті қышқылдың түссіз ерітіндісіне альдегид ерітіндісінің 2-3 тамшысын қосыңыз. Қызыл-қою көк түстің пайда болғанын бақылаңыз. Бұл құбылысты қалай түсіндіруге болады?

11 сынау. Карбон қышқылдарының қасиеттері.

а) *Индикаторлардың әрекеті*

1 мл сірке қышқылына лакмус ерітіндісін құйыңыз. Нені байқадыңыз? Қорытынды жасаңыз.

б) *сірке қышқылының кейбір металдармен әрекеттесуі.*

Екі түтікшеге 1 мл сірке қышқылының ерітіндісін құйыңыз. Бір түтікшеге магний жоңқаларын, екіншісіне мырыштың бірнеше түйірін салаңыз. Бірінші түтікшеде қарқынды реакция жүріп жатыр, ал екіншісінде реакция тыныш (кейде ол тек қыздырған кезде ғана жүреді) жүріп жатыр.

Жүргізілген реакциялардың жылдамдығын салыстырыңыз және молекулярлы, ионды және қысқартылған ионды күйде теңдеулерін жазыңыз.

в) *сірке қышқылының тұздармен әрекеттесуі.*

Газқайырғыш түтігі бар түтікшеге аздап (1-2 г) Na_2CO_3 (сода) салады және 4-5 мл CH_3COOH құяды. Түтікшені тығынмен және газқайырғыш түтікпен жабады, оның ұшын әктас суы бар түтікшеге салады.

г) *құмырсқа қышқылының күміс оксидімен (I) тотығуы.*

Таза түтікшеге 2 мл AgNO_3 жаңа дайындалған 2% ерітіндісін құйыңыз, пайда болған тұнба ерігенше, NH_4OH сұйылтылған ерітіндісін аздап құйыңыз. Содан соң бірнеше тамшы құмырқа қышқылын құйыңыз және қоспасы бар түтікшені ыстық суы бар шыны сауытта қыздырыңыз.

Неліктен құмырсақ қышқылына «күміс айна» реакциясы тән, ал басқа карбон қышқылдардың мұндай қасиеті жоқ? Реакция теңдеуін жазыңыз.

12 сынау.

а) Анилинді бромдау.

Түтікшеге 3 тамшы бром суы мен 1 тамшы анилин суын құяды. Триброманилиннің ақ тұнбасының түзілуін байқаңыз. Реакция теңдеуін жазыңыз.

б) Анилин тұзын алу және оны анилиннен ажырату.

Түтікшеге 1 мл қойылтылған тұз қышқылын және 0,5 мл анилин құйыңыз, араластырыңыз, суытыңыз. Не байқалады? Реакция теңдеуін жазыңыз. Кристалдардан сұйықтықты төгіңіз, оларды суда ерітіңіз, натрий гидроксиді ерітіндісінің артығын қосыңыз. Не байқалады? Реакция теңдеуін жазыңыз.

13 сынау. Глюкозаның, крахмалдың қасиеттері

а) Глюкозаның мыс гидроксидімен (II) әрекеттесуі.

Түтікшеге 2-3 мл глюкоза ерітіндісін және натрий гидроксидінің сұйылтылған ерітіндісін де сондай мөлшерде (NaOH артық болу керек) құйыңыз. Одан соң мыс сульфаты (II) ерітіндісінің бірнеше тамшысын қосыңыз. Алынған ерітіндісі бар түтікшені қыздырыңыз.

Көк түсті ерітінді не? Бұл сынақ нені дәлелдейді? Неліктен қыздырған кезде түтікшеде алдымен сары, одан соң қызыл тұнба пайда болады? Сәйкес реакциялардың теңдеулерін жазыңыз.

б) Глюкозаның күміс оксидімен (I) реакциясы.

Жаксылап жуылған екі түтікшеге 1 мл-ден күміс нитратын (I) құйыңыз және тамшылап аммиактың сұйылтылған ерітіндісін қосыңыз. Күміс оксидінің (I) түзілген тұнбасы аммиактың сулы артық ерітіндісінде ериді. Одан соң бір түтікшеге 1-1,5 мл 10% глюкоза ерітіндісін, басқасына дәл солай фруктоза ерітіндісін құйыңыз. Екі түтікшені де ыстық суы бар ыдысқа салыңыз.

Неліктен «күміс айна» глюкоза ерітіндісі бар түтікшеде ғана пайда болады? Реакциялардың теңдеулерін жазыңыз.

в) Крахмал желімін дайындау және крахмалдың йодпен әрекеттесуі.

Түтікшеге 4-5 мл су құйыңыз, біраз крахмал қосыңыз және қоспаны шайқаңыз. Түзілген суспензияны біртіндеп қайнап жатқан суы бар түтікшеге құйыңыз, ерітіндіні үнемі шайқап отырыңыз.

Алынған желімді суық сумен сұйылтыңыз (1:200) және оны 3-5 мл бойынша екі түтікшеге құйыңыз. Бір түтікшеге спирттегі йод ерітіндісінің біразын, басқасына калий йодидінің ерітіндісін құйыңыз.

Неліктен көк түс тек бірінші түтікшеде пайда болды?

г) Крахмал гидролизі

Түтікшеге 2 мл крахмал желімін құйыңыз, 6 мл су қосыңыз және 0,5-1 мл күкірт қышқылы ерітіндісін абайлап құйыңыз. Қоспаны 5 мин қайнатыңыз, одан соң оны натрий гидроксиді ерітіндісімен бейтараптандырыңыз және мыс гидроксидінің (II) жаңа дайындалған тұнбасын аздап қосыңыз. Түтікшенің құрамын қайта қыздырыңыз.

Күкірт қышқылында крахмалды қыздыру кезінде оған не болады? Сары және қызыл түсті тұнбаның пайда болуы нені дәлелдейді? Сәйкес реакциялардың теңдеуін жазыңыз.

4 сынау. Ақуыздардың түсті реакциялары

а) Биуретті реакция (пептидті топтардың реакциялары)

Түтікшеге зерттелетін ақуыз ерітіндісінің 2 тамшысын, сілті ерітіндісінің 1 тамшысын және мыс сульфаты ерітіндісінің 1 тамшысын салады. Сұйықтық қандай түске боялады?

б) Ксантопротеин реакциясы (хош иісті аминқышқылдардың реакциясы)

Түтікшеге ақуыздың сулы ерітіндісінің 3 тамшысын және азот қышқылының 1 тамшысын салады. Не байқалады? Қыздырыңыз. Не байқалады? Қоспаны суытыңыз және ащы натрдың 1-2 тамшысын қосыңыз. Ерітінді және тұнба қандай түске боялады?

в) Сульфгидрильді реакция (күкірт реакциясы).

Түтікшеге ақ жүн жіптің кесегін салады, ащы натрдың 2 тамшысын, сірке-қышқыл қорғасын ерітіндісінің тамшысын тамызып, түтікшені оттықтың жалынында қыздырады. Пайда болған тұнбаның түс қандай?

ОРГАНИКАЛЫҚ ҚОСПАЛАРДЫҢ САПАЛЫҚ РЕАКЦИЯЛАРЫ

Қоспа	Реактив	Бақыланатын реакция
Алкандар	Жалын	Әдетте ерекшелік жолымен анықтайды Төменгі алкандар көгілдір жалынмен жанады
Алкендер $C = C$	1) Бром суы 2) $KMnO_4$ ерітіндісі 3) Жану	Ерітіндінің түссізденуі Ерітіндінің түссізденуі, MnO_2 қоңыр тұнбасының түсуі Сәл сары жалынмен жанады (көміртегі бөлшектері)
Бензол	Жану	Әдетте ерекшелік жолымен анықтайды Күйе жалынмен жанады
Фенол	1) Бром суы 2) Na_2CO_3 3) $FeCl_3$	Түссіздену, трибромфенолдың ақ тұнбасының түсуі Көмірқышқыл газдың бөлінуі Қою көк түске боялу
Спирттер	1) Na 2) Жану 3) Қара қатты қыздырылған Cu -сым	Сутегінің бөлінуі Ашық көгілдір жалынмен жанады Қатты қыздырылған мыс сымның қызыл түсінің қалпына келуі
Көпатомды спирттер	$Cu(OH)_2 + NaOH$	Көк түске боялу – глицераттардың және т.б. түзілуі
Аминдер	1) Лакмус 2) $HNaI$	Su ерітіндісінде – көк түске боялу Галогенсутектермен тұздар түзеді – буландырудан кейін қатты тұнба
Анилин	1) Бром суы 2) $HNaI$	Бром суының түссізденуі, триброманилин тұнбасының түсуі Буландырудан кейінгі қатты тұнба – анилин гидрогалогенидінің тұзы
Альдегидтер	1) Ag_2O 2) $Cu(OH)_2$	Күміс айна реакциясы Cu_2O қызыл тұнбасының түзілуі
Карбон қышқылдары	Лакмус	Қызыл түске боялу Құмырсқа – күміс айна реакциясы Олеин – бром суының түссізденуі
Крахмал	$KI I_2$ ерітіндісі немесе йодтың спирт ерітіндісі	Көк түске боялу
Ақуыздар	Қойылтылған HNO_3	Сары түске боялу, сілтілі ерітінді қосқан кезде – қызғылт сары түске боялу

Тақырыбы: Сандық талдау. Аналитикалық таразыларда өлшеудің техникасы. Талдаудың гравиметриялық тәсілінде қолданылатын ыдыстар мен құралдар.

Мақсаты: Гравиметриялық талдаудың әдістерімен қолданылатын құрал- жабдықтармен, олардың техникасымен танысу.

Анықталатын компоненттің құрамдас бөлігінің массасын дәл өлшеуге негізделген мөлшерлік анализ-гравиметриялық талдау деп аталады. Гравиметриялық әдістер зат құрамының тұрақтылық

және массаның сақталу заңдарына , эквиваленттер заңдарына негізделген. Гравиметриялық талдау 3 топқа бөлінеді:

1.Бөлу – анықталатын құрам бөлікті бос күйінде бөліп алып өлшейді немесе қалдықты өлшейді.
2.Тұндыру-анықталатын құрам бөлікті аз еритін қосылыс түрінде тұндырады.Қалдықты жуып кепіреді, немесе қатты қыздырып өлшейді.

3.Айдау-анықталатын құрам бөлікті ұшқыш қосылысқа айналдырып,қыздыру арқылы айдайды.Оны гравиметриялық формаға келтіріп өлшейді.

Гравиметриялық анализде мынадай шарттар орындалуы тиіс: анықталатын ион тұнбаға түгел түсуі; тұнбаның құрамы заттың химиялық формуласына сәйкес болуы;тұнба құрамы шайқағанда, кептіргенде ,қыздырғанда өзгермеуі.

Таразылардың қолдану ережелері

1.Орнатылған таразыны орнынан қозғауға болмайды.

2.Таразыдағы жүктеме арретирлеуден соң ғана өзгертіледі.

3.Өлшенетін заттар таразымен температуралық тепе-теңдікте болу керек.

4.Өлшенетін заттар құрғақ болуы,және ластанусыз болу керек.

5.Шеткі жүктемеден артық таразыны жүктемелеуге болмайды.ВДА-200 таразысының максимальді жүктемесі 200г.

6.Қатты заттарды сағаттық шыныда немесе стаканда сұйықтықтарды,ұшқыш және ылғал сіңіргіш заттарды бюкста өлшейді.

7.Салмағы әр түрлі гiрлердi тек пинцетпен алады.

8.Салмағы әр түрлі гiрлердi шынының ортасына орналастырады.

Аналитикалық таразыда өлшеу әдістері

1.Өлшендінің мөлшерін технологиялық таразыда алдын-ала анықтайды.

2.Өлшеу алдын-ала таразының нолдік нүктесін белгілейді.

3.Өлшенетін затты таразының сол жақ шынысына, салмағы әр түрлі гiрлердi оң жақ шынысына орналастырады.

4.Салмағы әр түрлі гiрлердi қосқан немесе алған кезде алдын ала баяу,абайлап және біртіндеп дискісін бұрайды.

5.Салмағы әр түрлі гiрлердi біртіндеп алады:егер 1 г гiрлер аз, ал 2 г көп болса, таразының қырындағы есікті жабады,ал үлкен лимбті 5 санына қояды,бұл 0,5 г қосқанға тең.

6.Үлкен және кіші лимбті айналдыру арқылы әркез салмақты 2 есе азайтып, граммның ондық және жүздік үлестерін белгілейді.

7.Өлшенетін заттың массасы 0,01г дейін дәлдікпен табылса, арртирді шекті мөлшерге дейін бұрайды,және ауытқулар тоқтаған соң вейтограф экранының шкаласында қозғалыссыз сызықтың қалпын бекітеді,және таразыны арретирлейді.Вейтограф шкаласы бұл жағдайда үтірден соң 3-ші және 4- ші белгіні көрсетеді.

8.Журналға өлшенетін заттың массасын жазады.

9.Салмағы әр түрлі гiрлердi қорапшаның ұяшықтарына салады

10.Үлкен және кіші лимбтерді нолдік қалыпқа келтіреді.

Электронды аналитикалық таразыда өлшеу ережелері.

1.Таразыны ток көзіне қосып,30 минут қыздырды.Ол үшін ON басқышын басады.Егер таразы көп уақыттан бері қосылмаса OFF басқышымен қосады.

2.Қыздырылғаннан кейін TAR басқышын басады.

3.Дисплейдің 0,0000г көрсетуін күтіңіз.

4.Одан кейін CAL басқышын басып, калибрлік гiрдi табақшаға қойыңыз.

5.Егер дисплей 200 г көрсетсе, гiрлердi алып тастаңыз.Таразы жұмысқа дайын.

Электронды аналитикалық таразыны қолдану ережелері.

1.Орнатылған таразыны орнынан қозғалтуға олмайды.

2.Таразыны қозғалмайтын ,вибрация,жарық,ауа, кедергі келтірмейтін столға орнату керек

3.Қоршаған орта t^0 -сы:

$20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 1° сағат t° - лық тербелістер кезінде.

$20^{\circ}\text{C} \pm 7,5^{\circ}\text{C}$ 5° сағат t° - лық тербеліс кезінде.

4.Салыстырмалы ылғалдылық :50-70%

5.Ток күші:9 OV-12 .OA-1000mA

Талдаудың гравиметриялық тәсілінде қолданылатын құрал-жабдықтар мен ыдыстар.

1.Сыйымдылығы 100,150,250,300,400,500,600,700,800 ,1000 мл құйғымы бар химиялық стакан .Оларды тұнба алуға,ерітінді дайындауға,сұйықтықты құюға пайдаланылады.Ашық отта жұқа стаканды қыздыруға блмайды.

2.Ұзындығы әр түрлі диаметрі 4-6мм шыны таяқша.Оны тұнба алуда, ерітінді араластыруға және ерітіндіні филтьрге құйғанда пайдаланылады.

3.Бұрышы 60° және жоғары диаметрі 6-7см шыны сүзгіш.Тұнбаны филтьрлеуге қолданылады.

4.Шыны бюкс аузы тығыз жабылған шыны ыдыс,ол ауада тотығатын ,ұшқыш болып келетін заттарды сақтауға және оларды өлшеуге арналған.

5.Жуғыш.Тұнбаны жууға,филтьрге ауыстыруға қолданылады.Жуғыш колбалардың сыйымдылығы 250-500мл.

6.Тигель. Қатты заттарды(тұнбаларды) қыздыру үшін және күйдіру үшін қолданылады.

7.Эксикатор.Сандық анализге пайдаланылатын негізгі құралдардың бірі.Ол қалың шыныдан жасалған, ерекше құрлысты тығыз жабылатын қақпақты ыдыс.Эксикатордың ішінде фарфордан жасалған тигель қоюға арналған тесіктері бар қойғыш орналасқан.Оның төменгі бөлігін суды соратын заттармен толтырылған.Оларға:конц. H_2SO_4 ,фарфорлы ангидрид, қыздырылған CaCl_2 және алюминий оксиді жатады.

8.Эксикатор .Бюкс пен тигельдерді суытуға арналған құрал. Эксикатордың қақпағын бірден ашуға болмайды. Ақырындап сол қолмен ұстап,оң қолмен шетіне қарай сырғыта ашу керек.Жапқан кезде үлкен саусақпен баса отырып , тығыз жабу қажет.

9.Тигельді ұстағыш.Ыстық тигелді муфельді пештен алуға қолданылады.

10.Пинцет ұсақ заттарды ұстауға арналған.

11.Муфельді пеш.Тұнбаны күйдіруге,заттарды ерітуге арналған құрал. $t^{\circ}=800^{\circ}$ - 1200° .

12.Кептіргіш шкаф.Филтьрлі тұнбасымен, әр түрлі заттар мен бюксті кептіруге арналған.Кептіргіш шкафтағы $t=250^{\circ}\text{C}$.

13.Сулы монша.Сұйықтарды қыздыруға,буландыруға арналған.

Тақырыбы: Барий хлориді құрамындағы кристалдық су мөлшерін анықтау

Жұмыс мақсаты :Гравиметриялық әдіс арқылы зерттелетін затта кристалдық судың проценттік мөлшерін анықтау

Құрал жабдықтар: $\text{BaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$, бюкс, теххимиялық және аналитикалық таразы, кептіргіш шкаф, тэксикатор.

Бақылау сұрақтары:

Кристаллогидрат дегеніміз не?

Құрамына кристалдық су кіретін заттарды сипаттаңыз?

Гравиметриялық талдау әдісінің негіздері?

Кристалдық суың анықтағанда қандай операциялар қолданылады?

Кристаллогидраттағы су мөлшерін анықтауы қалай жүргізіледі?

Кристаллогидраттардың анықтамасы

Қатты заттарда су гигроскопиялық пен кристалдық түрде болады. Ауаның ылғалдылығына және заттың ұнтақталғанына қарай гигроскопиялық судың мөлшері өзгереді. Ылғалдығын анықтауы — ол гигроскопиялық судың мөлшері анықтауы деп саналады.

Құрамында кристалдық суы бар заттар кристаллогидраттар деп аталады. Кристаллогидрат пайда болуына әкелетін, кристалдық су мөлшері, белгілі түрінде болады. Кейбір кристаллогидраттар

құрғақ жерде көп сақтаған кезде, құрамына кіретін кристалдық су мөлшері азаяды. Бұл процесс кристалдың желдетуі деп саналады. Басқа кристаллогидраттар ауадан суды сіңіріп алады. Бұл құбылысты кристалдардың жайылуы деп атайды. Кристаллогидраттардың құрамы өзгермей үшін, оларды ауызы тығынмен жабылған банкаларда сақтайды.

Кристаллогидраттардағы кристалдық су мөлшерін анықтау үшін, анықтамадан бұл зат қай температурада кристалдық суын жоғалтады, және қай температурада процессті жүргізу керегін білу қажет. Мысалы: $\text{BaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ құрамындағы судың мөлшерін $120-125^\circ\text{C}$ анықтайды.

Талдауды анықтау жолы

1 Заттың нақты мөлшерін алу.

Таза бюкске қарындашпен белгі қойып, құрғатқыш шкафқа (125°C) салады. Бюкстің қақпағын жаппай үстіне жантайып қояды. 45-60 минут өткен соң бюксті қысқышпен алып оксикаторға салып өлшеу бөлмеге апарды. 15-20 мин бюкс салқындаған соң, оның массасын аналитикалық таразыда өлшейді, нәтижесін журналға жазады. Бюкстің салмағы тұрақты болғанша тағы 1-2 рет 30 минуттан құрғатқыш шкафта кептіреді.

Ақыры нәтижелерін бір-бірінен 0,0002 гр айырмашылығы болғанша кептіреді. Салмағы белгілі бюкске ұнтақталған (1-3 г шамасында) $\text{BaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ салып, қақпағын жауып, аналитикалық таразыда өлшейді.

2 Құрғату

Тұзы бар бюксті құрғатқыш шкафқа салып, қақпағын ашып қояды. Алғашқы кептіруін 1,5-2 сағат аралығында өткізеді, температура $120-125^\circ\text{C}$ болу керек. 2 сағат өткеннен соң қысқышты қолданып, бюксті қақпағымен бірге оксикаторға ауыстырып, салқындатып, салмағын анықтайды. Салмақ тұрақты болғанша, осы процестерді 1-2 рет 30 минуттан қайталай береді.

Егер уақыт жетпесе (жұмыс басқа сабақта жалғастырылса) бюксті ашық түрінде оксикаторда қалдырылады.

Есептеулердің түрі

Бос бюкс салмағы.....г, m_1
Тұзы бар бюкс салмағы.....г, m_2
Тұздың салмағы.....г, m_3
Құрғатылған тұзы бар бюкс массасы.....г, m_4
Ұшып кеткен су массасы $m_{\text{су}} = m_2 - m_4$
Кристалдық судың мөлшерін анықтау:

$$\frac{m_{\text{су}} * 100}{m_3}$$

Тақырыбы: Талдаудың гравиметриялық әдісі. Барий хлоридінің құрамындағы барийді анықтау.

Мақсаты: Сандық талдау барысында барий хлоридінің құрамындағы барийді гравиметриялық әдіс бойынша анықтау тәсілдерін меңгеру.

Құрал-жабдықтар: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, бюкс, техникалық және аналитикалық таразы, 200-300 мл стакан, дистилденген су, шыны таяқша, 2н HCl , электроплитка, 100 мл стакан, 2н H_2SO_4 , цилиндрлер, сүзгі қағаздар, кептіргіш шкаф, тигельдер, муфельді пеш, колбалар.

Гравиметриялық анализ – құрамы оның белгілі қосылыс түріне немесе химиялық таза күйінде бөлінген анықталатын компоненттің массасын дәл өлшеуге негізделген мөлшерлік анализ әдісі.

Жұмыс мынандай 3 сатыда жүреді:

1. Өлшендіні алу $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
2. Еріту және тұндыру $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
3. Тұнбаны шаю және сүзу.

4. Есептеу.

Жұмыстың барысы:

1 сабақ

I. Өлшендіні алу $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Алдымен бюкс алып оны бірінші техникалық таразыда, одан соң аналитикалық таразыда өлшеу қажет.

Бюкс дегеніміз аузы тығыз жабылған шыны ыдыс, ол ауада тотығатын, ұшқыш болып келетін заттарды сақтауға және оларды өлшеуге арналған.

Техникалық және аналитикалық таразыда жұмыс істеу тәсілдерін пысықтау.
Төмендегідей таблица жасаңдар.

Бос бюкстің салмағы

Техникалық таразыда	Аналитикалық таразыда

Бюкстің көмегімен $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ өлшендісін алу 0,6г тең

Бюкстің өлшендімен қосқандағы салмағы $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Техникалық таразыда	Аналитикалық таразыда

Өлшендінің салмағы (–) $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Техникалық таразыда	Аналитикалық таразыда

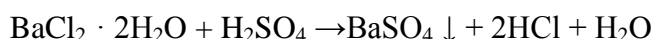
II. Еріту және тұндыру $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Бюкстегі өлшендіні $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ақырын мөлшерін жоғалтып алмай, 200-300 мл таза стаканға салу қажет. Бюксті 2-3 рет дистилденген сумен шайып, оны салынған стаканға құю қажет. Стакандағы ерітіндіні дистилденген сумен көлемі 100 мл дейін құйып ерітіндер.

Стакандағы шыны таяқшаны алуға болмайды, себебі шыны таяқшада 1 тамшы ерітінді қалып қойса, ол талдаудың дәл болуына әсер етеді. Ерітіндіге 5 мл 2н HCl ерітіндісін қосамыз және стакандағы қоспаны электроплиткада қайнағанға дейін қыздырамыз (қайнатпау қажет)

2-ші көлемі 100 мл стаканға 50 мл дистилденген су, 5 мл 2н H₂SO₄, құю қажет және қайнағанға дейін қыздырамыз.

2-ші стакандағы H₂SO₄ ерітіндісін 1-ші стаканға жайлап бір тамшыдан шыны таяқшамен арластыра отырып құямыз. Осы кезде төмендегідей реакция жүреді:



Тұнбаны тұндырып қоямыз. Тұнбаның үстіндегі ерітінді тұнық болғанда, тұнбаның толық түзілгенін білу үшін, оған 1-2 тамшы H₂SO₄ ерітіндісін тамызамыз.

H₂SO₄ тамған жерде ешқандай лай пайда болмаса, онда тұнба толық түзілді деген сөз.

Стканды шыны таяқшамен бірге, ақ бет қағазға группаны, фамилияны жазып, бетін осы қағазбен жауып, келесі сабаққа дейін шкафта қалдырамыз.

2 сабақ

III. Тұнбаны шаю және фильтрлеу

Тұнбаны шаю үшін алдымен фильтрлеу қажет. Ол үшін фильтрлі қағазды алып оны 2-ге, 4-ке бүктеп, воронкаға орнатып, ақырындап шыны таяқшаның бойымен ерітіндіні фильтрге құямыз. Шыны таяқшаны стаканға салып қоямыз. Фильтрлі қағазды толтырғаннан соң, стакандағы тұнбаға 5-10 мл дистилденген су құйып, шайқап шыны таяқшаның бойымен фильтрлі қағазға құямыз. Бұл тәсілді тұнба толық фильтрлі ауысқанша бірінші рет қайталаймыз.

Осындай тәсілмен тұнба толық фильтрге өтуі тиіс, оны 20-30 минут сорғығанша қойып қоямыз.

Одан кейін фильтрдің шетін шыны таяқшаның көмегімен бүгіп, фильтрдегі тұнбаны алдын ала өлшенген тигельге салып, күйдіруге муфельді пешке қоямыз.

IV. Күйдірілген бос тигельді өлшеу

Бос тигельдің салмағы	Техникалық таразыда	Аналитикалық таразыда
-----------------------	---------------------	-----------------------

V. Муфельді пеште күйдірілген тұнбасы бар тигельді өлшеу

Тұнба бар тигельдің салмағы	Техникалық таразыда	Аналитикалық таразыда
-----------------------------	---------------------	-----------------------

VI. Есептеу.

Жазылу үлгісі

Бюкстің өлшендімен қосқандағы салмағы BaCl₂ · 2H₂O –

Бос бюкстің салмағы –

Өлшендінің BaCl₂ · 2H₂O салмағы –

Тұнбаны BaSO₄ өлшеу

Бос тигельдің салмағы –

BaSO₄ тұнба бар тигельдің салмағы –

Алынған BaSO₄ салмағы –

Берілгені:

$m \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} =$

$m \text{ BaSO}_4 =$

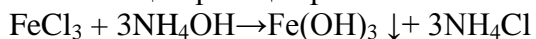
$W_{\text{Ba}} = ?$

Шешуі:

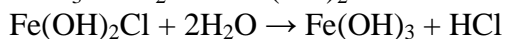
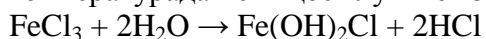
Тақырыбы: Темір (III) хлориді ерітіндісіндегі темірдің мөлшерін анықтау.

Темір ең кең тараған элементтердің бірі. Оны көптеген табиғи және техникалық материалдардың анализі арқылы анықтайды.

III валентті темірді ерімейтін темір гидроксиді $\text{Fe}(\text{OH})_3$ түрінде NH_4OH әсерінен тұнбаға түсіреді, сонымен қатар жеңіл ұшатын аммоний тұзы түзіледі.



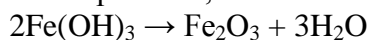
Темір (III) гидроксидінің аморфтық тұнбасы оңай пептизацияланады. Сондықтан тұндыру әдісі электролит-коагулятордың қатысуымен және қыздыру нәтижесінде жүреді. Бірақ жоғары температурада Fe^{3+} қосылуы негізгі тұз бен гидроксидің түзілуімен оңай гидролизденеді:



Осыдан түзілген тұнба стакан қабырғасында жиналады, ол нашар фильтрленеді және нашар жуылады. Темір тұзының гидролизін тоқтату үшін ерітіндіні қыздырар алдында Fe^{3+} тұнбаға түсу процесінде аммиакпен бейтараптанатын азот қышқылымен қышқылданады. Түзілген аммоний нитраты NH_4NO_3 электролит коагулятордың рөлін атқарады.

Жеткілікті мөлшерде концентрленген ерітіндіден Fe^{3+} ионының тұнбасы алынады, осыған орай $\text{Fe}(\text{III})$ гидроксидінің аморфты тұнбасы азырақ көлемді болады, ол азырақ қоспаларды адсортайды және олардан тез жуылады. Cl^- ионы тұнбасының адсорбциясын одан әрі түсіру үшін, тұнбаға түсуден кейін ерітіндіге 1,5-2 есе аз көлемде ыстық су құйып араластырады. Тұнбаны шайған кезде, қыздырғанда тұнбамен ұшқыш темір хлоридін түзуі мүмкін Cl^- қоспаларының жойылуына назар аударылады.

Фильтрленген, шайылған және құрғатылған тұнбаны қыздырады, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ыдырайды.



Осылайша Fe_2O_3 салмақтық формасы болып табылады. Тұнбаны қыздырғанда оны фильтрден айырмай және тым қатты ұзақ қыздыруға болмайды, себебі оның барысында, Fe_2O_3 ақырындап Fe_3O_4 дейін өзгереді:



ал бұл тұнба массасының азаюына және анализ қорытындысының қате болуына әкеледі.

Анықтау реті:

Құрамында 0,05-0,1 г темір бар темір (III) хлоридінің ерітіндісін сыйымдылығы 400 мл стаканға салады да 1-2 мл HNO_3 немесе HCl (1:1) сұйытылған қосып, сумен 100мл болғанша толтырып, араластырады.

Шыққан ерітіндіні қайнағанға дейін қыздырады және айластырғанда кішкентай стаканмен сұйытылған аммиак ерітіндісін (1:1) стакан бетіндегі ауада аммиактың иісі байқалғанша ақырындап құяды. 100мл-дей ыстық дистилденген су қосып, сұйықтықты тағы да жақсылап айластырып, 5 минутқа қойып қояды. 2-3 тамшы аммиак ерітіндісін тамызып тұнбаның толық түзілгенін тексереді. Фильтрлеуді бірден орындау керек.

Фильтрлеуді диаметрі 11см тығыз емес фильтрмен («қара» немесе «қызыл» лента) өткізеді. Тұнбаны ыстық 2%-тік NH_4NO_3 ерітіндісін 50-75 мм-ден құйып отырады шаяды. Тұнбаны фильрге ауыстырады. Тұнбаны фильрде жуынды сулар, қышқылданған HNO_3 , AgNO_3 ерітіндісімен реакциясын тоқталғанға дейін ыстық сумен шаяды - Cl^- ионының толық жуылғанына сынама.

Шайылған тұнбаны бірақ кептіріп, оны фильтрмен бірге тұрақты массаға дейін қыздырылған тигельге ауыстырады. Қыздырылып, кептірілгеннен кейінгі тұнбасы бар тигельді муфельді пешке орналастырып, 800°C-та тұрақты массаға дейін қыздырады.

Анализ жазбасының формасы:

Ерітіндідегі темір мөлшерін анықтау.

1.Тигельді тұрақты массаға жеткізу.

40 мин ішінде қыздыру: тигель массасы

15 мин ішінде қыздыру: тигель массасы

Тұрақты масса

2.Темірдің тұнбаға түсуі. Тұнбаға түсіру аммиак ерітіндісімен жүрді.

Фильтрлеу күлсіз тығыз емес фильтр «қызыл лента» арқылы жүргізілді. Күлдің массасы 0,002 г. Тұнбаны Cl^- ионына кері реакция бергенше ыстық сумен шаямыз.

3.Тигельді кептіру мен қыздыру.

1-ші өлшем

2-ші өлшем

3-ші өлшем

Тигельдің тұнбамен массасы

4.Есептеу

159,7 г Fe_2O_3 құрамында 111,7 г Fe бар.

1 г Fe_2O_3 құрамында F Fe бар.

$$Mұнда F Fe/Fe = \frac{111,7}{159,7} = 0,6994$$

F – Fe_2O_3 тұнбасы бойынша Fe анықтауға арналған аналитикалық көбейткіш.

P= F m

P – анықталатын зат массасы;

F – аналитикалық көбейткіш;

m – тұнба массасы, г.

- тигельдің тұнбамен массасы, г.

тигельдің тұнбасыз массасы, г.

- тұнбаның фильтр күлімен массасы, г.

фильтр күлінің массасы, г. тұнба массасы, г.

сынамадағы темір мөлшері

$$P = 0,6994 \cdot m \text{ тұнба.}$$

Тақырыбы: Зерттелетін сулардағы құрғақ және кептірілген қалдықты анықтау.

Мақсаты *Әдістемені оқып, жұмыстың мақсатын құрастыр*

Құрал –жабдықтар: *Әдістеме бойынша құрал—жабдықтарын жаз*

Құрғақ қалдық.

Алдын-ала фильтрленген 50мл зерттелетін сынаманы кептіріп суытылған фосфорлы табақшаға салады және сулы моншада құрғағанша буландырады, кептіретін шкафқа орналастырып, кептіреді, өлшейді.

Құрғақ қалдық массасын мына формула бойынша табады:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 1000 \cdot 1000}{V}$$

a – барлық тұнбамен табақшалар, мг

b – барлық тұнбасыз табақшалар, мг

V – зерттелетін сынама көлемі.

Сулы вытяжкадағы сульфат ионин анықтау.

I. сульфат ионының таразылық анықталуы.

Бұл әдістің негізі $BaCl_2$ ерітіндісінде сульфат ионының тұнбаға түсуі және кептірілген қалдықты өлшеу т.б. Карбонаттың, барий фосфатының және басқа қосылыстардың тұнбаға түсуін тоқтату үшін анализденетін тұнбаны тұз қышқылымен қышқылдандырады.

II. анализді орындау.

1.Топырақтан вытяжканы дайындау. Анализ үшін вытяжкалар фильтраттарын қолданады.

2.Сульфат ионин анықтау.

Дозатормен немесе пипеткамен 20см³ анализденетін вытяжканы химиялық стаканға алады. Ерітіндінің ортақ көлемі 40-50-см³ дейін сынамаға дистилденген су, 3 тамшы метилқызыл ерітіндісін қосады және қышқылдың артығынан 3-4 тамшы қосып, 1:3 қышқыл реакцияға дейін араластырылған HCl-мен қышқылдандырады. Егер ерітінді бұдан тұнықтанса, оны күлсіздендірілген фильтр арқылы таза химиялық стаканға фильтрлейді. Фильтрді 3-5см³ –дан 3 бөліктен HCl (1:100)-мен шаяды.

Қою боялған вытяжкалар анализі кезінде сынаманы фарфорлы табақшаға салып, құрғағанша сулы моншада буландырады және 700°C температурада 2 сағат бойы муфельді пеште кептіреді. Судан соң 1см³ HCl (1:3)-мен араластырылған, кептірілген қалдықты сулайды және қышқылды құрғанға дейін сулы моншада буландырады. HCl (1:100)-мен араластырып қыздырғанда тұнбаны ерітеді және күлсіздендірілген фильтр арқылы таза химиялық стаканға ерітіндіні фильтрлейді. Табақша мен фильтрді фильтр көлемі 40-50см³ жеткенше дейін араластырылған HCl (1:100)-мен шаяды.

Вытяжкамен араластырылған және қышқылдандырылған сынамасы бар стаканды қайнағанға дейін қыздырады. Ыстық ерітіндіге BaCl₂ (10%) ерітіндісін 5см³ тамшылармен қосады; әр тамшыны қосқан сайын ерітіндіні таяқшамен жақсылап араластырып отырады. Стаканды шыны сағатпен жабады және 2-3 сағатқа қайнап жатқан сулы пешке тұнбаны тұндыру үшін салады.

Одан кейін BaSO₄ тұнбасының толықтығына сынама жүргізеді. Ол үшін түссіз тұндырылған тұнбаға стакан қабырғасымен BaCl₂ (10%) ерітіндісінің бірнеше тамшысын құяды. Егер қабырға жанында лай түзілсе, ерітіндіге тағы 3см³ BaCl₂ ерітіндісін қосады, қайнағанға дейін қыздырады және тұнбаны қойып қояды. Одан кейін фильтрлеуге кіріседі.

Тұнбаны HCl-мен қышқылдандырылған ыстық дистилденген сумен, Ba²⁺ (H₂SO₄ ерітіндісі – 10%) –ға реакция тоқтағанға дейін шаяды.

Тұнбасы бар фильтрді воронкада кептіреді, қажеттілігі 0,001г аспайтын өлшенген фарфорды тигельге орналастырады. Тұнбаны 700-750°C температурамен 3 минут бойы қыздырады (800°C-тан жоғары температурада тұнба ыдырайды). Одан кейін тигельді эксикаторда салқындатады және қателігі 0,001г аспайтын болғанша өлшейді. Тұрақты массаны алу үшін тұнбаны 20 минут аралығында сол температурада қайта қайта қыздырып отырады. Тура осылай бос тәжірибе жасайды, ол үшін сынама орнына 20см³ дистилденген суды алып орындайды.

Егер түзілетін BaSO₄ тұнбасын массасы 20-200мг болса, онда вытяжка сынамасының көлемі 50см³ дейін үлкені немесе 5см³ дейін азаюына болады.

Жасалған жұмыстың нәтижесі:

Сульфат ионының (x) эквивалент санын, 100г топырақта 1 моль, мына формуламен анықтайды:

$$x = \frac{(m - m_1) \cdot 500}{116,7 \cdot V}, \quad \text{мұндағы}$$

m – BaSO₄ тұнбасының массасы, мг;

m₁ – бос анықтаудың нәтижесі; мг.

500-700г топырақтағы қайта есептеу коэффициенті 116,7 – BaSO₄ эквивалентінің молярлық массасы, мг/моль;

V – вытяжка сынамасының көлемі, см₃

Анализденетін топырақтағы (x₁) сульфат ионының массалық бөлігін үлес бойынша мына формуламен анықтайды:

$$x_1 = c \cdot 0,048 \quad \text{мұндағы}$$

C – топырақтағы сульфат ионының эквивалент саны, 100г-да 1 моль.

0,048 – қайта есептеу коэффициенті, %.

Тақыбы: Өсімдік материалындағы құрғақ заттардың құрамын сандық талдау әдісі бойынша анықтау.

Мақсаты: Жеміс-жидек құрамындағы құрғақ заттың көлемі бойынша олардың құндылығын анықтауға болады, себебі құрғақ заттың құрамы әдетте қоспалардың мөлшерімен ас қатынасына пайдалы қатынасымен анықталады.

Талдауға дайындық. Ағаш немесе пластмасса тақтайда тат баспайтын болат пышақтың көмегімен жеміс-жидекті 3мм-дей ұсақтайды (кептірілген жеміс-жидек 1-2мм-ге дейін). Егер түйіні немесе тамыр түйінін талдасақ, оларды тат баспайтын үккіш көмегімен ұсақтайды, ал жидекті фарфор келіде немесе галогенизаторда (массаны кептіру алдында 2есе мөлшері таза кварц құммен араластырады).

Анықтау жолы. Таза және алдын-ала кептірілген 2 шыны бюксті алып, нақты 1м² дейін аналитикалық таразыда өлшейді және массасын лабораториялық журналға жазады. Одан нақты 1мг-ға дейін аналитикалық таразыда өлшейді және жауып қояды.

Шикі аспамен ашық бюксті кептіргіш шкафқа қойып 100-105°С-та алғашқы 20-30 мин. кептіреді (ұйытқы үрдістерін тоқтату үшін) одан кейін 1-2 сағ., 80-90°С-та қайтадан 105°С-та кептіргіш шкафтан бюксті алып, шамалы суытып қақпақпен жауып, эксикаторға 20-30 мин. орналастырады аналитикалық таразыда толық салқындағаннан кейін өлшейді.

Кептірілген зат пен үтірден кейінгі 3-ші белгіге дейінгі тұрақты массаны кептіруді және өлшеуді бірнеше рет қайталайды, соңғы 2 өлшендігінің нәтижесі бір-бірінен 2 мг ерекшеленсе, кептірілген материалмен әрбір бюкстің массасын жазып отырады.

Егер қолайлы жағдай болса өсімдік материалын 70 және 550-600 мм-де вакуумдық кептіргіш шкафта кептірген жақсы.

Құрғақ заттың массалық үлесін (%) мына формула бойынша анықтайды

$$W (\text{құрғақ зат}) \% = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100$$

Анықтау әрбір бюкске бөлек жасалады, одан соң 2 анықталған нәтижесінен ортақ арифметикалық сан табады. Параллельдік анықтаулар 0,5% арақашықтықтан аспау керек. Нақты анықтама әдісінің кептірілуі ±1%.

өсімдік материалығындағы судың массалық үлесін 100% және құрғақ заттың құрамы бойынша айырмашылық ретінде анықтайды.

Тақырыбы: Топырақ құрамындағы гигроскопиялық суды анықтау. Топырақ күлділігін анықтау.

Мақсаты: Сандық әдісті қолданып, құм құрамындағы гигроскопиялық суды анықтау. Құм күлділігін анықтау. Топырақтың құрамындағы гигроскопиялық суды анықтау. Топырақты сандық анализ бойынша талдау.

Гигроскопиялық су атмосферамен тепе-теңдік күйде орналасады, топырақтың ылғалды-құрғақтығын білдіреді.

Гигроскопиялық судың құрамы топырақта қара-шіріктің мөлшерінен және глинистық бөлшектерге байланысты. Топырақтың құрамындағы бөліктердің болуы, оның сазды бөлшектерінің көп болуы, гигроскопиялық судың құрамын арттырады.

Гигроскопиялық су – судың қасиетін және де ылғалды-құрғақты топырақтың анализдік құрамын анықтайды.

100-105°С температурада құрғату нәтижесінде топырақ өзінің құрамын нашарлатады, топырақ гигроскопиялық сумен қоса, адсорбентті газдарды, т.б. жоғалтады.

Анықтау жолы

Алдын-ала кептірілген және өлшенген бюксте 1-2г әуе құрғақ құмды өлшейді, тесігі 0,25 мм сүзгі арқылы өткізілген, 100-105°С дейінгі қыздырылған кептіргіш шкафқа құм салынған ашық бюксті қояды. Кептіру аяқталғаннан кейін оны бір әдіспен шығару үшін құм салынған бюксті темір қорапшаға орналастырамыз. Кептіру біткен соң бюксті кептіргіш шкафтан пинцет көмегімен аламыз, қақпағын жабамыз және эксикаторға салқындату үшін орналастырамыз. Аналитикалық таразыда 20-30 минут салқындатылған бюксті жабық күйде өлшейді және құм құрамындағы гигроскопиялық су мөлшерін анықтайды. Егер судың толық жойылғанын анықтау үшін құм салынған бюксті 30 мин. кептіргіш шкафқа қояды, эксикаторға салқындатып, өлшейді. Кептіру

үрдісі кезінде қышқыл органикалық заттың массасы тең немесе алдыңғы мөлшерден көп болса, кептіруді тоқтатады.

Кептіргенге дейінгі және одан кейінгі массаның айырмашылығы гигроскопиялық судың мөлшерін көрсетеді. Гигроскопиялық судың құмдағы құрамын (%) мына формула бойынша анықтайды:

$$C_{гв} = a * 100 / г$$

a – массадағы жоғалтылған үлес.

г – 100-105°C кептірілген құмның құрғақ массасы.

Топырақтың күлділігін анықтау

Талдауға дайындық

1. Таза құрғақ тигельді муфельді пеште 525±25°C температурада күйдіреді, кальций хлориді бар эксикаторда 0,001 г айырмашылыққа дейін салқындатады. Тұрақты масса алғанша күйдіруді және өлшеуді қайта қайталап жасаймыз.

2. Өлшенгеннен кейінгі нәтиже 0,005г аспаса күйдіруді тоқтатамыз. Массаны периодты түрде тексеру арқылы тигельді CaCl₂ бар эксикаторда сақтаймыз.

Талдау жасау.

1. Топырақтың құрғақ салмағын анықтау. Анализдік талданған топырақты фарфор ыдысқа салады, топырақ ыдыстың 2/3 бөлігін алып тұруы керек, өлшеу 0,001 г мөлшеріндей және оның салқын құрғақтауышқа салып, 105°C температураға дейін қыздырады.

2. Күлденуді анықтау. Топырақ құрамы, 105±5°C аралығында құрғақталған нақты салмағын, салқын муфельдік пешке салып оны 200 °C температураға дейін ысытады. Түтіннің пайда болуымен пешті сөндіріп, есігін немесе алдын ашып қояды. 1 сағат аралығында муфельдік пешті 300°C температураға дейін жеткізеді. Түтіннің басылуымен пешті жауып, 525±25°C температураға дейін ысытады, ол 3 сағат аралығында жүзеге асады.

Ыдыста қалған қалдықты ыдысымен муфельдік пештен алып, оны қақпақпен жауып, эксикаторға салады. Бөлме t° дейін суыған ыдысты 3% H₂O₂ қоспасын қосып 525±25°C аралығында ысытып 1 сағат аралығында, эксикаторда және 0,001 г қателікпен өлшейді.

Суығаннан кейін қалған қалдықтың салмағын өлшеп тексереді. Егер салмақ өзгеруі төменде сәйкес болса немесе жоғарылауы 0,005 г болса, онда анализдеуді тоқтатып, өлшемнің салмақтың өз бөлігін алады. Егер салмақ мөлшері 0,005 г болса күлді қалдықты қайта ысытады. Ысытуды 2 өлшемнің айырмасы 0,005 г болса тоқтатады.

3. Нәтижелерді қорытындылау.

Топырақтың күлденуінің массаның бөлігі (A) пайыздық, төмендегі формула бойынша есептейді:

$$A = \frac{m - m_1}{m_2 - 100}$$

мұнда, - күлденген бөліктің массасы, (грамм)

- бос бөліктің массасы, (грамм)

- құрғақ топырақ массасы

Титриметриялық талдау

Титриметриялық талдаудың принципі, қолдану саласы.

Титриметриялық әдіс анықталатын компонентпен реакцияға шығындалған реактив ерітіндісінің көлемін дәл өлшеуге негізделеді.

Титриметриялық талдауда концентрациясы немесе титрі анық, титрленген ерітінділерді немесе титранттарды пайдаланады.

Титрант-ерітіндісінің см³ (немесе 1 мл) құрамында болатын заттың массасы титр деп аталады (г/см³, г/мл немесе мг/мл).

Талданатын заттың ерітіндісіне титрант-ерітіндісін біртіндеп құю үрдісі титрлеу деп аталады.

Титрлеу кезінде реактивтің артығын емес, анықталатын затқа химиялық эквивалентті, яғни реакцияның стехиометриясына дәл келетін мөлшерін пайдаланады. Сондықтан титрлеудің барысында реакцияның аяқталу сәтін белгілеу немесе эквиваленттілік нүктесін анықтау қажет.

Әдетте эквиваленттілік нүктесін индикатор түсінің өзгеруі бойынша (индикаторлық тәсіл) белгілейді, бірақ кейде ерітіндінің электр өткізгіштігін немесе басқа қасиеттерін өлшеуге (физикалық-химиялық тәсілдер) жүгінеді.

Эквиваленттілік нүктесіне жеткен соң, титрлеуді тоқтатады. Титранттың шығындалған көлемі және оның концентрациясы бойынша мынатеңдеуді пайдаланып, талдау нәтижесін есептейді:

$$C_1V_1 = C_2V_2,$$

Мұнда C_1 – титранттың концентрациясы;

V_1 – титранттың көлемі;

C_2 – анықталатын заттың концентрациясы;

V_2 – анықталатын заттың көлемі.

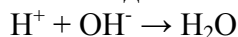
Титриметриялық талдаудың әдістері

Қолданылатын химиялық реакцияларының типі бойынша титриметриялық талдау әдістері 3 топқа бөлінеді:

- 1) иондардың қосылу реакцияларына негізделген әдістер;
- 2) тотықтыру-тотықсыздандыру реакцияларына негізделген әдістер;
- 3) кешентүзілім реакцияларына негізделген әдістер.

1-ші топқа қышқылды-негіздік және тұндырып титрлеу әдістерін, 2-ші топқа тотықтыру-тотықсыздандырудың түрлі әдістері және 3-ші топқа кешендіметриялық титрлеудің әдістері жатқызылады.

Қышқылды-негіздік титрлеу (немесе бейтараптандыру) әдісі қышқылдардың негіздермен әрекеттесуіне немесе H^+ пен OH^- қосылуына негізделген.



Қышқылдардың көмегімен сілтілерді сандық анықтау ацидиметрия деп аталады.

Сілтілердің көмегімен қышқылдарды сандық анықтау алкалиметрия деп аталады.

Бейтараптандыру кезінде эквиваленттілік нүктесін индикатор түсінің өзгеруі бойынша анықтайды.

Шөгінді титрлеу әдісі.

Титрленген ерітіндімен әрекеттесе отырып, анықталатын элемент аз еритін қоспа түрінде тұнуы мүмкін. Соңғысы, ортаның қасиеттерін өзгертіп, эквиваленттілік нүктесін анықтауға мүмкіндік береді.

Тұндырудың титриметриялық әдістерін әрекет ететін титрантқа қарай атайды.

Кешендіметриялық титрлеу әдісі.

Аз иондалатын кешенді иондардың (немесе молекулалардың) түзілуіне негізделген титриметриялық анықтауларды біріктіреді.

Катиондардың органикалық реактивтермен – *комплексондармен* әрекеттесуге негізделген талдау әдістерін *кешендіметриялық* деп атайды.

Тотықтыру-тотықсыздандыру титрлеуінің әдістері (редокс-әдістер) талданатын зат пен титрленетін ерітіндінің арасындағы тотықтыру-тотықсыздандыру реакцияларына негізделген.

Ерітінділерде тотықсыздандырғыштарды немесе тотықтырғыштарды сандық анықтау үшін оларды қолданады.

Стандартты және стандартталған ерітінділер.

Заттың дәл ілмесі бойынша алынған, титрленген ерітінділерді стандартты (немесе дайындалған) деп атайды.

Стандартты ерітінділер тек химиялық таза, қатты және сұйық күйде сақтауға төзімді ерітінділерден дайындалуы мүмкін, олардың құрамы белгілі бір формулаға қатаң сәйкес келу керек.

Осы талаптарды қанағаттандыратын қоспаларды басқа жұмыс ерітінділерінің титрін анықтауға арналған бастапқы стандарттар деп атайды.

Стандартталған ерітінділер.

Титрін дәл ілме бойынша емес, қандай да бір стандартты зат бойынша анықталатын ерітінділерді белгіленген немесе стандартты (екінші қатарлы стандарттардың ерітінділері) деп атайды.

Ерітіндінің титрін мүмкіндігінше талдауды орындағанда болатындай жағдайларда белгілейді. Титрді белгілеу үшін және талдауды орындау үшін бірдей өлшеуіш ыдысты пайдалану қажет.

Өлшеуіш ыдыс.

Өлшеуіш ыдыстың сыйымдылығын тексеру.

Титриметриялық талдауда өлшеуіш ыдыстардың ішінен, ерітінділерді дәл өлшеу үшін қолданылатын, бюреткаларды, тамызғыштарды және өлшеуіш шыны сауыттарды кең пайдаланады.

Титрлеуге шығындалған ерітіндінің көлемін есептеу үшін бюреткалар қолданылады. Пайдаланар алдында бюретканы мұқият жуады, одан соң 2-3 рет титрлейтін ерітіндімен шаяды. Көлемді есептеуді миллилитрдің жүздік үлестеріне дейінгі дәлдікпен орындайды. Есептеу кезінде көзді сұйықтық деңгейінде дәл ұстау қажет.

Титрлеуді орындай отырып, келесі ерітінділерді сақтау қажет:

1. Әр титрлеуді шкаланың нөлдік бөлігінен бастайды, өйткені онда бюретканы калибрлеу қателіктері теңгеріледі.
2. Ерітіндіні бюреткадан баяулап жібереді (секундына 3-4 тамшысынан артық емес). Әйтпесе ол мезгілінде қабырғадан ақпайды және есептеу қате болады.
3. Титрлеуге шығындалатын ерітіндінің көлемі бір бюретканың сыйымдылығынан аспау керек. Оны ерітіндімен қайталап толтыру және көлемді қайта есептеу анықтаудың дәлдігін айтарлықтай төмендетеді.

Титрлеуге шамамен 20-30 мл ерітіндіні шығындау ұсынылады. 10 мл аз көлемдер аз дәлдікпен өлшенеді, ал $\pm 0,02$ мл қатенің өзі мынаны құрайды

$$0,02 * 100/10 = 0,2\%$$

Бюретканы пайдаланған соң, оны мұқият жуады, сумен толтырады және шаң-тозаңның түсуін болдырмау үшін таза тығынмен жабады.

Тамызғыштармен сұйықтықтардың белгілі бір көлемдерін өлшейді және бір сауыттан басқа сауытқа көшіреді.

Пайдаланар алдында тамызғышты жуады, тазартылған сумен жуады және өлшейтін ерітіндімен шаяды.

Тамызғышты босатқан кезде оны титрлеу үшін шыны сауыттың қабырғасына сүйеп, тік ұстайды. Тамызғыштағы сұйықтықтың соңғы тамшыларын үрлеуге немесе қағуға болмайды.

Өлшеуіш шыны сауыттарда титрленген немесе талданатын ерітінділерді дайындайды. Қолданар алдында шыны сауытты булау және жуу қажет.

Өлшеуіш цилиндрлер мен мензуркалар ерітінділерді шамамен өлшеу үшін ғана қолданады, яғни олардың үлкен диаметрі есептеу дәлдігін төмендетеді.

Өлшеуіш ыдыстың сыйымдылығын тексеру.

Өлшеуіш ыдысты сауытта калибрлейді. Онда максималды шамасы техникалық жағдайлармен көзделген, қандай да бір қателік болуы мүмкін.

Сұйықтықтардың көлемін өлшеу кезінде қателікті болдырмау үшін, өлшеуіш ыдыстың сыйымдылығын тексеру қажет. Сыйдырылатын суды өлшеп, сауыттың сыйымдылығын тексереді. 4°C кезінде және бостықта өлшеген кезде 1 мл судың салмағы 1 г тең екені белгілі. Алайда суды 4°C емес, бөлме температурасында және бостықта емес, ауада өлшеуге тура келеді. Сондықтан салмағын өлшеудің нәтижесінде су тығыздығының өзгеруіне және түрлі температуралардағы сауыттың сыйымдылығына, сонымен қатар ауадағы дене массасының кемуіне түзетулер енгізу қажет. Бірақ әдетте ең үлкен мәнге ие, су тығыздығының өзгеруін ғана есепке алады.

Өлшеуіш шыны сауыттың сыйымдылығын тексере отырып, оны мұқият жуады, құрғатады және 0,01 г дәлдікпен технологиялық таразыда өлшейді. Шыны сауытты белгісіне дейін тазартылған сумен толтырады, қайта таразыда өлшейді және айырмасы бойынша шыны сауыттағы судың массасын табады. Бұдан соң судың t өлшейді. Оның тығыздық кестесін пайдаланып, шыны сауыттың ақиқат сыйымдылығын есептейді.

Бюретканы мұқият жуып, оның сыйымдылығын тексереді. Алдын ала судың t өлшеп, су деңгейін нөлдік бөлікке дейін жеткізеді. Бюксты алады және (0,001 г дәлдікпен) алдымен бос күйде, одан соң бюреткадан құйылған судың әр 5 мл кейін өлшейді. Судың әр 5 мл массасын берілген температурадағы оның тығыздығына бөледі және осылайша бюретканың белгілі бір бөлігінің ақиқат сыйымдылығын есептейді.

Тамызғыштың сыйымдылығын тексеру үшін, оны сызыққа дейін сумен толтырады, суды алдын ала 0,001 г дәлдікпен өлшенген бюкқа құяды, бюксты қайта өлшейді және өлшеуіш шыны сауыттың сыйымдылығын тексеру кезіндегідей, түзетуді есептейді.

Титриметриялық талдаудағы есептеулер.

Егер ерітіндінің концентрациясы қалыптылықпен көрінсе, титрлеу кезіндегі есептеу үшін формуланы пайдаланады:

$$V_1 N_1 = V_2 N_2,$$

V_1, V_2 – ерітінділердің көлемі, мл;

N_1, N_2 – ерітінділердің қалыптылығы.

Қалыпты концентрацияны төрттік ондық белгіге дейінгі дәлдікпен есептейді.

Жұмыс ерітіндісінің дәл N көрсеткен кезде түзету коэффициентін қолданады. Бұл, ерітіндінің дәл концентрациясын алу үшін, ерітіндінің көзделетін қалыпты ерітіндісінің мәнін көбейту қажет болатын шама. Ерітіндінің титриметриялық анықталған қалыптылығын ерітінді қалыптылығының көзделетін мәніне бөліп, K шамасын анықтайды:

$$K = \frac{N}{N_0}, \text{ мұнда}$$

N – ерітіндінің эксперименталды анықталған дәл қалыптылығы;

N_0 – ерітіндінің көзделетін қалыптылығы.

Егер жұмыс ерітіндісі фиксаналдан дәл берілген концентрацияда немесе дәл алынған ілме бойынша дайындалса, $K = 1$.

Ерітіндінің концентрациясы титрмен, яғни 1 мл ерітіндідегі заттың грамдарымен берілуі мүмкін:

$$T = \frac{\mathcal{E} \cdot N}{1000} \text{ немесе } T = \frac{g}{V}, \text{ мұнда}$$

\mathcal{E} – заттың эквивалентті массасы;

N – ерітіндінің қалыптылығы;

g – ілме.

Аналитикалық зертханаларда көбінесе жұмыс ерітіндісінің концентрациясын белгілі бір зат бойынша титр арқылы, яғни жұмыс ерітіндісінің 1 мл сәйкес келетін, анықталатын заттың массасымен көрсетеді. Есептеу үшін мына формуланы пайдаланады:

$$T_{\frac{x}{y}} = \frac{N_x \cdot \mathcal{E}_y}{1000}, \text{ мұнда}$$

x – жұмыс ерітіндісі;

y – анықталатын зат;

N_x – жұмыс ерітіндісінің қалыптылығы;

\mathcal{E}_y – анықталатын заттың эквивалентті массасы.

Титрды төртінші маңызды цифрға дейін есептейді.

Анықталатын зат бойынша ерітіндінің титрін пайдаланып, формула бойынша анықталатын заттың массасын оңай есептеуге болады:

$$P_y = V_x * T_{\frac{x}{y}}, \text{ мұнда}$$

P_y – анықталатын заттың массасы, г;

V_x – титрлеуге жұмсалған жұмыс ерітіндісінің көлемі, мл;

$T_{x/y}$ – анықталатын зат бойынша жұмыс ерітіндісінің титры, г/мл.

Белгілі бір концентрациялы ерітінділерді дайындау үшін, ілмені формула бойынша есептейді:

$$g = \frac{N \cdot \mathcal{E} \cdot V}{1000}, \text{ мұнда}$$

N – берілген қалыпты концентрация;

\mathcal{E} – заттың эквивалентті массасы;

V – дайындалған ерітіндінің көлемі.

Тақырыбы: *Натрий карбонатының стандартты ерітіндісін даярлау. Шамамен 0,1 н тұз қышқылының ерітіндісін даярлау. Натрий карбонаты арқылы тұз қышқылының ерітіндісін стандарттау.*

Мақсаты: Әр түрлі концентрациядағы ерітінділерді дайындауға үйрету, тұз қышқылының ерітіндісін әр түрлі тәсілдермен дайындап үйрену, натрий карбонаты бойынша HCl ерітіндісінің нормальдігін және титрін анықтау

Құрал жабдықтар: 1,1н Na_2CO_3 , дистилденген су, таразы, өлшегіш тастар, өлшегіш колбалар (1000 мл), тұз қышқылы (конц), пипетка, колба, фильтр қағазы, бюретка, өлшеуіш цилиндрлар, титрлеуге арналған конусты колбалар, 0,1 н HCl, метилоранж, зертханалық штатив.

Бақылау сұрақтары:

1. Стандартты ерітінді дегеніміз не?
2. Химиялық зертханада стандартты ерітінділерді қандай тәсілмен дайындайды?
3. Фиксаналдан ерітіндіні дайындау жолдарын айтындар.
4. Қандай химиялық ыдыстарды ерітінділер даярлауда қолданады?
5. Титрлеу процесі дегеніміз не?
6. Қышқылды негізді титрлеу тәсілінің маңызы неде? (нейтрализация)
7. Титр дегеніміз не?
8. Қышқылдың нормальдігі қалай есептеледі?
9. Эквивалент нүктесі дегеніміз не?
10. Индикаторлар түстерінің ауысу интервалы дегеніміз не?

Жұмыс барысы:

Стандартты ерітінділерді түрлі тәсілдермен дайындайды.

1. Химиялық таза заттан.

Дәл аналитикалық таразыда ілмені алады және оны өлшеуіш шыны сауытта ерітеді. Концентрациясын математикалық жолмен есептейді.

2. Химиялық емес таза заттан.

Ілмені теххимиялық таразыдан алады және суда ерітеді, оның көлемін цилиндрмен немесе мензуркамен өлшенеді. Мұндай стандартты ерітіндінің концентрациясын бастапқы ерітіндіні титрлеп анықтайды.

3. Фиксаналдан.

Фиксанал – бұл ерітіндінің немесе құрғақ заттың дәл мөлшері бар шыны, герметикалық дәнекерленген ампула. Сыйымдылығы 1 л өлшеуіш шыны сауытта ерітсе, көбінесе бір фиксаналдан 1 л 0,1 н немесе 1 л 0,01 н ерітінді дайындауға болады. Фиксаналдардың түрлі мөлшерін және сыйымдылығы түрліше өлшеуіш шыны сауытты алып, түрлі концентрациялы ерітінділерді дайындауға болады.

Көбінесе стандартты ерітінділерді екінші тәсілмен дайындайды. Жұмыста 0,1 н стандартты ерітінділерді қолданған ыңғайлы.

1. Натрий карбонатының стандартты ерітіндісін даярлау.

Стандартты ерітінді дегеніміз - нақты белгілі концентрациясы анықталған басқа ерітіндінің концентрациясын анықтауға қолданылатын ерітінді.

Таза химиялық заттан ерітіндінің талап етілетін концентрациясын даярлау үшін заттың белгілі өлшендісін аздаған суда ерітеді және алынған ерітіндіні белгілі көлемге дейін ерітеді.

Грамм-эквивалентті 0,5 моль (53,00г) тең 0,1н Na_2CO_3 ерітіндісін даярлау үшін аналитикалық таразыда 0,53 г химиялық таза Na_2CO_3 өлшеп аламыз. 100 мл өлшеуіш колбаға саламыз және затта дистилденген сумен ерітеміз. Ерітіндінің көлемін 100 мл жеткіземіз, колбаны жақсылап тығынмен жабамыз және ерітіндіні жақсылап араластырады.

Өлшендіні алу үшін мынадай формулаларды қолданады:

$$C_n = \frac{m \cdot 1000}{\text{Э} \cdot V}; \quad m = \frac{C_n \cdot \text{Э} \cdot V}{1000};$$

C_n – нормальдық концентрация, 0,1г·эқв/л тең

M – молярлық масса Na_2CO_3 , 105,911 г/моль тең

V – колбаның көлемі, 100 мл тең

Э - Na_2CO_3 эквивалентті, 53 тең

2. Шамамен 0,1 н тұз қышқылының ерітіндісін даярлау.

Концентрленген тұз қышқылынан 0,1 н тұз қышқылының ерітіндісін еріту арқылы даярлау.

Тұз қышқылының грамм-эквивалентті 36,46 г тең

$$\text{Э}_{\text{HCl}} = \frac{1+35,453}{1} = 36,46 \text{ г}$$

Сондықтан 250 мл 0,1н ерітіндіде тұз қышқылы болу керек

$$m = 36,46 \cdot 0,1 \cdot 0,25 = 0,912 \text{ г}$$

Ары қарай есептеу үшін концентрленген тұз қышқылының тығыздығын анықтау қажет. Ол үшін ареометрді қышқыл тұрған цилиндрге салып, өлшендер. Мысалы тығыздық 1,179 г/см³ тең болды десек, осындай тығыздықтағы қышқыл құрамында таза HCl белгілі граммы болады

$$36 \text{ г HCl} \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad 100 \text{ г HCl}$$

$$0,912 \text{ г HCl} \quad \underline{\hspace{2cm}} \quad x$$

$$x = \frac{0,912 \cdot 100}{36} = 2,53 \text{ г}$$

қышқылды өлшеу ыңғайсыз. Сондықтан оның массасын көлемге аударып, есептеу қажет:

$$V = \frac{G}{\rho} = \frac{2,53 \text{ г}}{1,179} = 2,1 \text{ мл}$$

Осы концентрленген қышқылдың көлемін пипеткамен алып оны 250 мл дистилденген сумен ерітіндер. Алынған ерітіндіні жақсылап араластырындар

3. Натрий карбонаты арқылы тұз қышқылының ерітіндісін стандарттау.

Бюретканы сумен бір рет жақсылап жуып алындар. HCl аздаған мөлшерімен бюретканы су қалдықтары толық кету үшін шайқандар. Воронканың көмегімен бюретканы нөлдік бөліндісінен асырып, HCl толтырындар. Воронканы алып тастандар, себебі одан ерітінді тамшылауы мүмкін, артық ерітіндіні ағызып, нөлдік бөліндісіне жеткізіндер. Сыйымдылығы 10 мл таза пипетканы Na_2CO_3 ерітіндісімен шайқандар және Na_2CO_3 10 мл өлшеп колбаға титрлеу үшін құйындар. Пипеткада қалған ерітінді тамшыларын үрлемендер, тек қана колбаның қабырғасына тигізіндер. Na_2CO_3 ерітіндісіне бір тамшы метилоранж тамызындар.

Na_2CO_3 ерітіндісін HCl ерітіндісімен метилоранждың сары түсі ақшыл-қызыл түске өзгергенше титрлендер.

Титрлеуді 3 рет қайталап жасаңдар, есептеуді дәптерге жазып отырындар. Титрлеуді есептеу бір-бірінен 0,1 мл айырмашылықта болғанша жасаңдар. Ортақ арифметикалық есептеуді алындар және қышқылы ерітіндісінің нормальдігін есептендер.

Мысалы 10 мл 0,09867н Na_2CO_3 ерітіндісін үш рет титрлегенде, тұз қышқылын 1) 9,50; 2) 9,70 және 3) 9,65 мл жұмсалды. Үш санның біріншісін алып тастандар, себебі көп айырмашылық болуы мүмкін. Ақырғы 2 есептеудің орташа санын алындар.

$$V_{\text{HCl}} = \frac{9,70 + 9,65}{2} = 9,68 \text{ мл}$$

Тұз қышқылы ерітіндісінің нормальдігін есептендер: $\frac{V_{\text{HCl}}}{V_{\text{Na}_2\text{CO}_3}} = \frac{N_{\text{HCl}}}{N_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}$

$$N_{\text{HCl}} \cdot 9,68 = 0,09837 \cdot 10,00$$

$$N_{HCl} = \frac{0,09837 \cdot 10,00}{9,68} = 0,1016$$

Тұз қышқылының жұмысшы ерітіндісін келесі анықтауларға жұмсаңдар.

Тұз қышқылының ерітіндісінің нормальдігін біле тұрып, оның титрін есептеуге болады:

$$T_{HCl} = \frac{\Delta_{HCl} \cdot N_{HCl}}{1000}$$

$$T_{HCl} = \frac{36,46 \cdot 0,1016}{1000} = 0,003704 \text{ г/мл}$$

Көптеген талдау үшін жұмысшы ерітіндінің нормальдігін табу жеткілікті болып саналады.

Жазу үлгісі:

Берілгені:

$$V_{Na_2CO_3} = 10,00 \text{ мл}$$

$$C_n = 0,09837 \text{ н}$$

$$V_{1HCl} = 9,50 \text{ мл}$$

$$V_{2HCl} = 9,70 \text{ мл}$$

$$V_{3HCl} = 9,65 \text{ мл}$$

$$T_{HCl} - ?$$

$$V_{орташа} - ?$$

$$N_{HCl} - ?$$

Шешуі:

$$V_{HCl} = \frac{9,70 + 9,65}{2} = 9,68 \text{ мл}$$

$$N_{HCl} \cdot 9,68 = 0,09837 \cdot 10,00$$

осыдан

$$N_{HCl} = \frac{0,09837 \cdot 10,00}{9,68} = 0,1016$$

$$T_{HCl} = \frac{\Delta_{HCl} \cdot N_{HCl}}{1000}$$

$$T_{HCl} = \frac{36,46 \cdot 0,1016}{1000} = 0,003704 \text{ г/мл}$$

Тақырып: Қымыздық қышқылының стандартты ерітіндісін дайындау. Қымыздық қышқылы бойынша сілтінің ерітіндісін стандарттау.

Мақсаты: 0,1 н қымыздық қышқылының ерітіндісін дайындауды, натрий гидроксидінің ерітіндісінің концентрациясын қымыздық қышқылы арқылы анықтауды үйрену.

Реактивтер мен құрал жабдықтар: 0,1 н $NaOH$, $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, дистельденген су, пипетка, колба, фенолфталеин, бюретка, тенохимиялық пен аналитикалық таразылар.

Қымыздық қышқылының стандартты ерітіндісін дайындау – $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$

Қымыздық қышқылының бастапқы ерітіндісін дайындау үшін теориялық ілмені есептейді. Есептеу үшін формуланы пайдаланамыз:

$$m = C_{ЭКВ} \cdot M_{ЭКВ} \cdot V_{М.К.}$$

$C_{ЭКВ}$ мәні ретінде 0,1 моль/л аламыз. $H_2C_2O_4$ эквиваленттілік факторы $\frac{1}{2}$ тең, сондықтан қымыздық қышқылы эквивалентінің молярлық массасы молярлық массаның $\frac{1}{2}$ тең, яғни $M_{ЭКВ} (1/2 H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 63,033 \text{ г/моль}$ $V_{М.К.}$ - өлшеуіш шыны сауыттың сыйымдылығы.

Қымыздық қышқылының ілмесін айырмашылық бойынша технохимиялық таразыда, одан соң аналитикалық таразыда алады. Ол үшін алдымен ілмесі бар бюксты өлшейді, воронка арқылы өлшеуіш шыны сауытқа ілмені көшіреді, одан соң бюкс қабырғасына жабысып қалған, қымыздық қышқылының қалдықтары бар бос бюксты өлшейді. Өлшеуіш шыны сауытқа көшірілген дәл ілмені айырмашылық бойынша анықтайды. Воронкадан ілмені тазартылған сумен мұқият шаяды, ерітіндіні өлшеуіш шыны сауыттың жартысына дейін жеткізеді, ілме толық ерігенге дейін араластырады және суды белгіге дейін құяды, одан соң алынған бүкіл ерітіндіні араластырады.

Қымыздық қышқылы эквивалентінің $C_{ЭКВ}$ дәл молярлық концентрациясын формула бойынша дәл ілмені негізге ала отырып, анықтауға болады

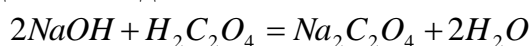
$$C_{ЭКВ} = \frac{m}{M_{ЭКВ} \cdot V_{М.К.}}$$

Қымыздық қышқылының титрін анықтау үшін мына формуланы қолданады

$$T(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = \frac{m(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)}{V_{м.к.}}$$

NaOH концентрациясын қымыздық қышқылының бастапқы ерітіндісін тура титрлеп белгілейді. Ол үшін дайындалған бюреткаға сілті ерітіндісін құяды, бюретканың ұшын толтырады және сілті ерітіндісін нөлдік белгіге дейін жеткізеді. Титрлеуді жүргізетін конустық шыны сауытқа тамызғышпен қымыздық қышқылының бастапқы ерітіндісінің дәл көлемін көшіреді және фенолфталеиннің 1-2 тамшысын қосады. 0,5 мин араластырғанда жойылмайтын, солғын қызғылт түсті сілтінің бір тамшысы пайда болғанға дейін, қымыздық қышқылын сілтімен титрлейді. Соңғы үш титрлеу бір-бірінен 0,1 мл ғана ажыратылып және сәйкес келгенге дейін титрлейді. Соңғы үш титрлеудің нәтижелерінің орташа мәні соңғы болып саналады.

Титрлеу мынадай реакцияға негізделген:



Есептеу

$$\frac{C_{эқв}(NaOH)}{C_{эқв}(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)} = \frac{V(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)}{V(NaOH)}$$

$$C_{эқв}(NaOH) = \frac{C_{эқв}(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) \cdot V(H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O)}{V(NaOH)}$$

$$T(NaOH) = \frac{C_{эқв}(NaOH) \cdot M(NaOH)}{1000}$$

$$K(NaOH) = \frac{C_{эқв}(ісжзінде)}{C_{эқв}(теориялық)}$$

Қышқылдың стандартты ерітіндісін дайындау

Көбінесе стандартты ерітіндіні HCl-дан дайындайды. 0,1 н қышқыл ерітіндісінің берілген көлемін дайындау үшін, қойылтылған қышқылдың көлемін есептейді.

Алдын ала есептеу (HCl 100%-на):

$$m(HCl) = \frac{CMV}{1000}$$

Ареометрмен қойылтылған қышқылдың тығыздығын өлшейді. Сулы ерітінділердің тығыздығы кестесі бойынша HCl тығыздығын және сәйкес үлес салмағын табады. Қышқыл ілмесін есептейді:

$$m_H = \frac{m(HCl) \cdot 100}{\omega}$$

Қойылтылған қышқылдың ілмесін біле тұра, оның көлемін табамыз:

$$V(HCl) = m_H / \rho$$

мұнда ω – HCl үлес салмағы %;

m_H - қойылтылған қышқылдың ілмесі, г;

ρ - тығыздық, г/см³.

Қышқылдардың ерітіндісіне бастапқы стандартты дайындау.

Na₂B₄O₇ * 10H₂O бастапқы ерітіндісін дайындау үшін, теориялық ілмені есептейді:

$$m_H = \frac{C_{эқв} \cdot M_{эқв} \cdot V_{м.к.}}{1000}$$

Бура эквивалентінің молярлық массасы Na₂B₄O₇ * 10H₂O молярлық массасының 1/2 тең. Аса кристалданған бураны алған дұрыс. Бураның ілмесін айырмашылық бойынша технокимиялық, одан соң аналитикалық таразыда алады. Бура суық суда нашар ериді, сондықтан оны еріту үшін үлкен көлемде ыстық су қажет. Ыстық суда бураны толық ерітіп, белгіге дейін суық су құяды және алынған ерітіндіні мұқият араластырады. Алынған ерітіндінің дәл концентрациясын есептейді.

Есептеу: 1-ші тәсіл.

$$T(Na_2B_4O_7 * 10H_2O) = m_H / V_{м.к.};$$

$$C_{\text{экв}}(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O) = \frac{1000T}{M_{\text{экв}}};$$

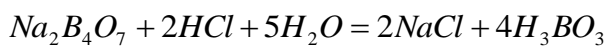
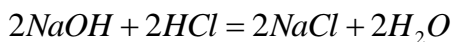
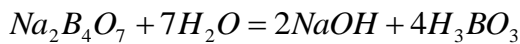
2-ші тәсіл (дәл ілме бойынша):

$$C_{\text{экв}} = \frac{m_H}{M_{\text{экв}} \cdot V_{\text{м.к.}}}$$

Қышқыл ерітіндісін стандарттау.

Қышқыл концентрациясын $Na_2B_2O_7$ бастапқы ерітіндісін тура титрлеп белгілейді. Ол үшін дайындалған бюреткаға қышқыл ерітіндісін құяды, бюретка ұшын толтырады және қышқыл ерітіндісін нөлдік белгіге дейін жеткізеді. Титрлеуді жүргізетін конустық шыны сауытқа тамызғышпен бураның бастапқы ерітіндісінің толық көлемін көшіреді және қызғылт сары-метилдың 1-2 тамшысын қосады. Қышқыл ерітіндісінің бір тамшысынан қызғылт сары-қызғылт түс пайда болғанға дейін, бураның бастапқы ерітіндісін титрлейді. Титрлеудегі ыңғайлылық үшін «куәгерді», яғни дұрыс титрленген ерітіндісі бар шыны сауытты пайдалануға болады.

Титрлеу мынадай реакцияға негізделген:



Реакцияның нәтижесінде ортобура қышқылы жиналады. Осыдан, эквиваленттілік нүктесіндегі рН 7 төмен болады және индикатор ретінде қызғылт сары метил немесе қызыл метил алу керек.

Есептеу.

$$C(HCl) \cdot V(HCl) = C_{\text{экв}}(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O) \cdot V(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O)$$

$$C_{(HCl)} = \frac{C_{\text{экв}}(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O) \cdot V(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O)}{V(HCl)}$$

$$T_{(HCl)} = \frac{C(HCl) \cdot M(HCl)}{1000}; \quad K(HCl) = \frac{C(\text{ісжізінде})}{C(\text{теориялық})}$$

Тақырып: Судың жалпы және карбонатты қаттылығын анықтау.

Судың аз диссоциацияланатын молекулалары бар H_3O^+ иондарының және OH^- гидроксид-иондардың қосындысы жатыр қышқылды-негіздік титрлеудің негізінде. Сілтілердің титрленген ерітінділерін пайдаланып, осы әдіспен қышқылдардың мөлшерін немесе концентрациясын анықтайды. Қышқыл ерітінділерінің көмегімен негіздердің концентрацияларын табады.

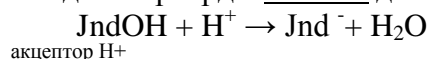
Бейтараптандыру реакциясының қандай да бір сыртқы әсері болмағандықтан, мысалы ерітіндінің түсі өзгермесе, эквиваленттілік нүктесін индикаторлардың көмегімен анықтайды. Алайда әдетте индикаторлар қатаң эквиваленттілік нүктесінде емес, одан аздап ауытқып, түсін өзгертеді. Титрлеудің соңғы нүктесі эквиваленттілік нүктесіне дәл келе бермейді, ол қандай да бір деңгейде эквиваленттілік нүктесіне сәйкес келеді. Сондықтан индикаторды дұрыс таңдағанның өзінде де қателік болады, оны титрлеудің индикаторлық қателігі деп атайды.

Индикаторды дұрыс таңдамау талдау нәтижелерін бұрмалауы мүмкін.

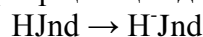
Қышқылды-негіздік титрлеудің индикаторлары.

Индикаторлар – бұл молекулалары диссоциацияланбаған және олар түзетін иондардың түсі түрліше, әлсіз органикалық қышқылдар (немесе әлсіз негіздер). Сондықтан оларды қышқылды-негіздік деп атайды.

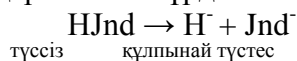
H^+ қосып алу қасиетіне ие индикаторларды негіздік деп атайды ($JndOH$).



Протондарын беру қасиетіне ие индикаторлар қышқылдық индикаторлар деп аталады ($HJnd$).



Егер фенолфталеин молекулаларын қарапайым түрде HJnd, ал аниондарын Jnd деп жазсақ, онда:



Фенолфталеині бар ерітіндіге аздап сілті қоссақ болғаны, енгізілген OH⁻ иондары судың аз диссоциацияланған молекулаларын түзіп, протондарды байланыстыра бастайды. Сонымен қатар индикатор диссоциациясының тепе-теңдігі оңға қарай ұмтылады және аниондарының жинақталуы ерітіндінің құлпынай түске боялуына әкеледі.

Керісінше, егер фенолфталеин ерітіндісіне бірнеше тамшы қышқыл қосса, протондар концентрациясының артуы индикатор молекулаларының диссоциациясын басатын болады. Тепе-теңдік солға қарай ауытқиды және ерітінді түссізденеді.

Индикаторлар түсінің өзгеруі ерітіндінің рН өзгеруімен байланысты. Алайда әр индикатор, рН мәндерінің өзіне ғана тән аралығында түсін өзгертеді.

Индикатор түсін өзгертетін, рН мәндерінің интервалын аралық аймақ деп атайды.

Титрлеудің барысында ерітіндіні индикатор түсінің айқын өзгеруіне дейін құяды. Титрлеу аяқталатын индикатор түсіне, аралық аймақтың ішінде жататын, рН белгілі бір мәні сәйкес келеді.

Берілген индикатормен ерітіндіні титрлейтін рН мәнін осы индикатордың титрлеу көрсеткіші деп атайды.

Титрлеу тәртібі

Титрлеудің соңғы нүктесін дұрыс анықтау индикаторды таңдауға ғана емес, жұмыста қабылданған титрлеу тәртібіне де тәуелді.

Бейтараптандыру әдісі бойынша титрлеуді «қышқылдан сілтіге қарай» орындайды, яғни бюреткадан қышқылға сілтіні құйып, немесе керісінше, «сілтіден қышқылға қарай» орындайды. Бұл жерде индикаторды таңдау парықсыз емес. Мысалы, метилды қызғылт-сарымен (немес метилды қызылмен) титрлеген кезде «сілтіден қышқылға қарай» титрлейді, өйткені түстің сарыдан қызғылтқа өзгергені көзге көрінеді. Фенолфталеинмен «қышқылдан сілтіге қарай» титрлеген ыңғайлы, өйткені түссіз ерітінді құлпынай түсті болады.

Кейде соңғы нүктені жақсырақ анықтау үшін «куәгермен» титрлейді. Титрлеудің соңында алынған сұйықтықтың көлеміне тең мөлшерде түтікке (немесе) стаканға тазартылған суды құяды. Титрлеуге алынған мөлшердегідей индикаторды суға қосады және бюреткадан 1-2 тамшы жұмыс ерітіндісін құяды. Ол ерітінді түсінің өзгеруін тудырады. Талданатын ерітінді мен «куәгер» түсі бірдей болатындай, титрлеу кезінде үлгі ретінде «куәгерді» пайдаланады. «Куәгердің» көмегімен жұмыс ерітіндісінің қосылған артығына титрлеу нәтижелеріне түзету енгізеді, яғни «куәгердегі» индикаторды бояға кеткен, 2 тамшыны (≈0,06мл) шығындалған көлемнен азайтады.

Титрлеудің соңғы нүктесін дұрыс анықтау қосылған индикатордың мөлшеріне тәуелді. Индикатор көбірек қосылған сайын, түстің өзгеруін байқау қиынға түседі. Өйткені ол баяу жүретін болады. Эквиваленттілік нүктесін анықтау үшін, ерітінді түсінің қанықтығы емес, оның өзгеру айқындығы маңызды.

Талданатын ерітіндінің 10-15 мл индикатордың бір тамшысын, ал 25 мл 2 тамшыдан артық емес индикатор алу қажет екендігі тәжірибелік жолмен анықталды.

Осылайша, титриметриялық анықтаудың нәтижесі мынаған тәуелді:

- индикаторды таңдауға;
- индикатордың мөлшеріне;
- титрлеу тәртібіне.

Кешендіметриялық титрлеу

Анықталатын иондар кейбір органикалық қоспалармен кешенді қосындылар түзетін реакцияларға кешендіметриялық титрлеу негізделген.

Комплексондар – бұл органикалық қоспалардың – аминополикакарбон қышқылдары туындыларының класы.

Кең таралған комплексондар:

- Нитрилүшсірке қышқылы немесе комплексон I.

- Этилендиаминтетрасірке қышқылы немесе комплексон II.
- Этилендиаминтетрасірке қышқылының динарийлі тұзы немесе комплексон III.

Трилон Б (ЭДТА).

Комплексон III көптеген K^+ айтарлықтай төзімді және суда еритін кешенішілік тұздар түзеді.

Тұтас сызықтармен қалыпты байланыстар, ал бағдаршамен координациялық байланыстар көрсетілген.

Кешендіметриялық титрлеудің индикаторлары.

Эквиваленттілік нүктесін бірнеше тәсілмен анықтайды:

Кешентүзілім реакцияларына әдетте катиондарға эквивалентті мөлшердегі H^+ бөлінуі ұласады. H^+ иондарын қышқылды-негіздік индикаторлардың бірімен алкаиметриялық түрде анықтауға болады.

Кейде эквиваленттілік нүктесін физикалық-химиялық әдістермен анықтайды. Бірақ көбінесе кешентүзгіш-индикаторларды, яғни органикалық кешенді қоспаларды (металл-индикаторлар) пайдаланады. Алайда бұл қоспалар, K^+ пен III комплексон кешендеріне қарағанда, төзімсіз. Сондықтан III комплексонмен талданатын ерітіндіні титрлеген кезде Me иондары индикатордан комплексонға көшеді және индикатордың бос ионы бөлінеді.

Қазіргі уақытта кешендіметриялық титрлеу үшін арнайы қара хромогенді немесе мурексидті қолданады.

Судың қаттылығы – құрамында еритін Ca^{2+} және Mg^{2+} тұздарының, гидрокарбонаттардың, сульфаттардың және хлоридтердің болуына негізделген, табиғи судың қасиеті.

Қаттылықтың екі түрін ажыратады: карбонатты және карбонатсыз.

Карбонатты қаттылықы (уақытша немесе жойылатын) $Ca(HCO_3)_2$ және $Mg(HCO_3)_2$ гидрокарбонаттарының мөлшерімен анықталады. Қайнатқан кезде бұл тұздар тұнба болып түсетін $CaCO_3$ және $MgCO_3$ бөліп, ыдырайды және су жұмсарады.

Карбонатты қаттылықты J_B деп белгілейді.

Карбонатсыз қаттылық оның құрамында Ca^{2+} және Mg^{2+} сульфаттары мен хлоридтерінің болуына негізделеді. Қайнатқан кезде олар ерітіндіде қалады, сондықтан мұндай қаттылықты тұрақты деп атайды және J_{II} .

Суды талдаған кезде әдетте судың жалпы қаттылығын J_O және карбонатты қаттылығын J_B анықтайды, жалпы және карбонатты қаттылықтың айырымы бойынша карбонатсыз қаттылықты J_{II} анықтайды.

1 литр судың құрамындағы магний мен кальций тұздарының 1 мг-экв қаттылық бірлігі деп қабылданған. Егер, мысалы, судың қаттылығы 5 мг-экв болса, онда тұздардың мөлшері 5 мг-экв/л тең.

Мысал: 1 л судың құрамында 150,3 мг Ca^{2+} және 36,5 мг Mg^{2+} бар. Судың жалпы қаттылығын есептеңіз.

Шешуі: $1 \text{ мг-экв } Ca^{2+} = 40,08 : 2 = 20,04 \text{ мг};$
 $1 \text{ мг-экв } Mg^{2+} = 24,32 : 2 = 12,16 \text{ мг}.$

Егер 1 мг-экв Ca^{2+} - 20 мг,
 онда x мг-экв Ca^{2+} - 150,3 мг,
 $x = 150,3/20,04 = 7 \text{ (мг-экв)}.$

Егер 1 мг-экв Mg^{2+} - 12,16 мг,
 онда y мг-экв Mg^{2+} - 36,5 мг,
 $y = 36,5/12,16 = 3 \text{ (мг-экв)}.$

Судың жалпы қаттылығы мынаған тең $7+3 = 10 \text{ мг-экв}.$

Қаттылық шамасы бойынша табиғи сулар былай бөлінеді:

өте жұмсақ	- 1,5 мг-экв дейін;
жұмсақ	- 1,5-30 мг-экв;
орташа қатты	- 3-6 мг-экв;
қатты	- 6-9 мг-экв;
өте қатты	- 9 мг-экв жоғары.

Орталықтан сумен қамтамасыз ету көзінің суының жалпы қаттылығы 7 мг-экв/л аспау керек.

Судың жалпы қаттылығын анықтау.

Титрлеуге арналған түтікке зерттелетін судың 100,0 мг тамызғышпен өлшеп құйыңыз және оған 5 мг аммонийлі буферлік қоспаны қосыңыз. Айқын көрінетін, бірақ қою емес қызыл шарап тәріздес түс пайда болғанға дейін, индикатор ерітіндісін (қара хромоген) тамшылап құйыңыз (мұның орнына натрий хлориді бар индикатордың құрғақ қоспасының 20-30 мг қалақшаның ұшымен салуға болады).

Қызыл шарап тәріздес түс көк түске ауысқанша 0,05н комплексон III ерітіндісімен титрлеңіз. Титрлеудің соңында комплексон ерітіндісін бір тамшыдан қосыңыз, қызыл түстің мүлдем жоғалуына қол жеткізіңіз. Титрлеуді 2-3 рет қайталаңыз және сәйкес есептеулердің орташасын алыңыз.

Судың жалпы қаттылығын (1 л Ca^{2+} және Mg^{2+}) формула бойынша есептеңіз

$$J_0 = CV_1/V \times 10007$$

Мұнда С - комплексон III ерітіндісінің қалыпты концентрациясы;

V_1 – титрлеуге шығындалған, комплексонның жұмыс ерітіндісінің көлемі, мл.

V – анықтауға ылынған судың көлемі (мл).

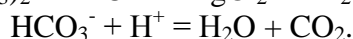
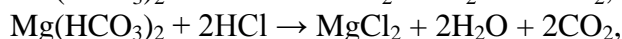
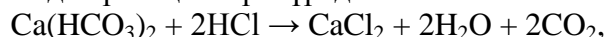
Мысалы, 100,0 мл табиғи суды титрлеуге орташа есеппен 17,60 мл 0,05022н комплексон ерітіндісі жұмсалды. Онда:

$$J = 0,05002 \times 17,60/100 \times 1000 = 8,84$$

Бейтараптандыру әдісімен судың карбонаты қаттылығын анықтау.

Конустық түтікке 100 мл зерттелетін суды өлшеп құйыңыз, қызғылт сары-метилдің 3 тамшысын қосыңыз және 0,05н тұз қышқылының ерітіндісімен қызғылт түс пайда болғанға дейін титрлеңіз.

Титрлеу үрдісінде мынадай реакциялар жүреді:



HCO_3^- анионының мөлшері формула бойынша анықталады:

$$Q\text{HCO}_3^- = V\text{HCl} \times T \times 10,$$

Мұнда, Q – 1 л судағы HCO_3^- мг-экв мөлшері.

T – $\text{NHCl} \times \text{Э} \text{HCO}_3^- = 0,05 \times 61,02$ - $\text{HCl} / \text{HCO}_3^-$ титрі.

n – HCl қалыптылық (0,05)

V – 100 мл зерттелетін суды титрлеуге шығындалған HCl көлемі (мл).

$$J_B = V\text{HCl} \times \text{NHCl} / V\text{H}_2\text{O} \times 1000 \text{ (мг-экв)}$$

100,0 мл суды титрлеуге орташа шамамен 12,25 мл 0,1016 н қышқыл ерітіндісі жұмсалды делік. Онда:

$$J_B = (12,25 \times 0,1016/100) \times 1000 = 12,45.$$

Тақырып: Қымыздық қышқылы бойынша калий перманганаты ерітіндісін стандарттау. Мор тұзының ерітіндісіндегі темірді анықтау.

Мақсаты: ерітінділер дайындауды және қалыптылықты белгілеуді үйрену;

Мор тұзының ерітіндісінде темірді анықтау үйрену.

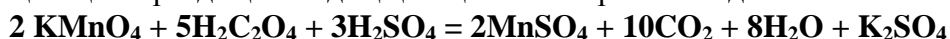
Жабдықтар мен реактивтер: калий перманганаты, қымыздық қышқылы, теміраммонийлі ашудас, 2н. күкірт қышқылының ерітіндісі, тамызғыштар, бюреткалар, конустық түтіктер, электроплита, воронкалар.

Жұмыстың барысы

Шамамен 0,05н. калий перманганаты ерітіндісін дайындау. Қышқыл ортада өтетін реакцияға қарай, калий перманганаты ерітіндісінің қалыптылығын анықтайды. Бұл жағдайда калий перманганатының грамм-эквиваленті 1/5 грамм-молекулаға тең келеді, яғни $158,03:5=31,61г.$ 0,5л. 0,05н. ерітінді дайындау үшін, теориялық түрде 0,8г. калий перманганатын алу керек. Ілмені 500м суда былай ерітіңіз. Мезгіл сайын арнайы дайындалған сауытқа кристалдардан сұйықтықты құя отырып, тамызғышпен ыстық судың шағын мөлшерін стаканға құйып отырыңыз. Үздіксіз араластырып, еруді тездетіңіз. Бүкіл ілме ерітіндіге айналғанда, оған қалған суды құйыңыз, мұқият араластырыңыз, сауытты тығынмен жабыңыз, қара қағазға ораңыз немесе қараңғы жерге қойып, қалдырыңыз. Ерітіндіні күн көзінде сақтағанда калий перманганаты ыдырайды.



Қымыздық қышқылының бастапқы ерітіндісін дайындау. Калий перманганаты келесі теңдеу бойынша күкіртқышқыл ортада қымыздық қышқылымен әрекеттеседі:



100мл 0,05н. қымыздық қышқылын дайындау үшін алу керек $63 \cdot 0,05 \cdot 0,1 = 0,3152г.$

Таразыда қымыздық қышқылының ілмесін алыңыз, сыйымдылығы 100мл өлшеуіш түтікте ерітіңіз, ерітіндінің көлемін белгіге дейін жеткізіңіз және мұқият араластырыңыз. Мына формулалар бойынша қымыздық қышқылының бастапқы ерітіндісінің **T** және **N** есептеңіз: $T = m/V$; $N = T \cdot 100/\text{Э}$

Қымыздық қышқылы бойынша калий перманганаты ерітіндісінің қалыптылығын анықтау. Түтікті қымыздық қышқылының жұмыс ерітіндісімен шайыңыз және оның 10,00мл конустық түтікке көшіріңіз. Күкірт қышқылының 2Н. ерітіндісінің 8-10мл құйыңыз, қайнаууды болдырмай, 70-80 градусқа дейін қыздырыңыз және ыстық ерітіндіні калий перманганатымен титрлеңіз. Сұйықтықты үздіксіз араластырып, калий перманганаты ерітіндісін тамшылап, баяу құйыңыз. Алдыңғы тамшы түссізденгеннен кейін ғана келесі тамшыны құйыңыз. Бастапқыда калий перманганатының түссізденуі баяу жүреді, бірақ катализатор ролін атқаратын, марганец сульфатының түзілуіне қарай, жылдамдайды. Калий перманганатының артық тамшысы ерітіндіні 1-2 мин ішінде жойылмайтын солғын құлпынай түске бояғанда, титрлеуді тоқтатыңыз. 2-3 рет титрлеңіз. Қалыптылықты мына формуламен есептеңіз:

Берілгені:

$$N(H_2C_2O_4) = 0,1н$$

$$V(H_2C_2O_4) = 10мл$$

$$V_{cp}(KMnO_4) =$$

$$N(KMnO_4) = ?$$

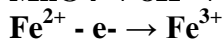
$$T(KMnO_4) = ?$$

$$V(H_2C_2O_4) \cdot N(H_2C_2O_4) = V(KMnO_4) \cdot N(KMnO_4)$$

$$N(KMnO_4) = \frac{V(H_2C_2O_4) \cdot N(H_2C_2O_4)}{V(KMnO_4)}$$

$$T = \frac{N(KMnO_4) \cdot \text{Э}(KMnO_4)}{1000}$$

Мор тұзының ерітіндісінде темірді анықтау. Қышқыл ортада бұл тұзды калий перманганатымен титрлеген кезде мынадай реакция жүреді:



Сыйымдылығы 100мл өлшеуіш түтікке талдау үшін Мор тұзы ерітіндісінің біразын алыңыз және оның көлемін сумен белгіге дейін жеткізіңіз және араластырыңыз.

Алынған ерітіндімен түтікті шайыңыз, оның 10,00мл конустық түтікке көшіріңіз, 2Н. күркіт қышқылының 8-10мл қышқылдай түсіңіз және 1-2 минут шайқаған кезде жоғалмайтын, солғын

құлпынай түс пайда болғанға дейін, калий перманганатының жұмыс ерітіндісімен суықта титрлеңіз. Титрлеуді 2-3 рет қайталаңыз.

100мл ерітіндідегі темірдің мөлшерін табамыз:

Берілгені:

$$V(\text{мор тұзы}) = 10\text{мл}$$

$$N(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2\text{н}$$

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 10\text{мл}$$

$$V_{\text{сп}}(\text{KMnO}_4) =$$

$$T(\text{KMnO}_4)/\text{Fe}^{2+} = ?$$

$$m\text{Fe}^{2+} = ?$$

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot N(\text{H}_2\text{SO}_4) = V(\text{KMnO}_4) \cdot N(\text{KMnO}_4)$$

$$N(\text{KMnO}_4) = \frac{V(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot N(\text{H}_2\text{SO}_4)}{V(\text{KMnO}_4)}$$

$$T_{\text{KMnO}_4 / \text{Fe}^{2+}} = \frac{N(\text{KMnO}_4) \cdot \mathcal{E}(\text{FeSO}_4)}{1000}$$

$$m\text{Fe}^{2+} = T_{\text{KMnO}_4 / \text{Fe}^{2+}} \cdot V(\text{KMnO}_4)$$

ТЕОРИЯЛЫҚ БӨЛІМ

ТОТЫҚТЫРУ-ТОТЫҚСЫЗДАНДЫРУ ӘДІСІ (ОКСИДИМЕТРИЯ)

Тотықтыру-тотықсыздандыру реакцияларын қолдануға негізделген, көлемдік-аналитикалық анықтау әдістері жалпы атауға ие: *оксидиметрия*. Оксидиметрия әдістерімен тотықсыздандырғыштардың немесе тотықтырғыштардың мөлшерін анықтайды. Тотықсыздандырғыштарды сандық анықтау үшін, қандай да бір тотықтырғыштың титрленген ерітіндісі болу керек. Керісінше, тотықтырғыштарды сандық анықтау үшін, тотықсыздандырғыштың титрленген ерітіндісі болу керек. Қолданылатын титрленген ерітіндіге қарай оксидиметрия жеке әдістердің бірқатарынан тұрады: перманганатометрия, иодометрия, хроматометрия, бромометрия.

Перманганатометрия

Әдістің сипаттамасы

Әдістің негізінде, калий перманганатының KMnO_4 ерітіндісімен жүргізілетін, тотықтыру реакциялары жатыр (оны кейде жай *перманганат* деп атайды).

Тотықсыздандырғыш ерітіндісін перманганатпен титрлеу кезінде жеті валентті марганец төрт валенттіге дейін тотықсыздандырылады, онда тотықсыздану өнімі марганецтің қостотығы болып табылады, немесе екі валенттіге дейін тотықсыздандырылады, онда марганецтің шала тотығының тұзы түзіледі. Тотығу сипаты жүру ортасына тәуелді. Қышқыл ортада жеті валентті марганец қос валенттіге дейін, бейтарап немесе сілтілі ортада төрт валенттіге дейін (сілтілі ортада кейде алты валенттіге дейін) тотықсыздандырылуы мүмкін.

Перманганатометрияда әркез дерлік реакцияны қышқыл ортада жүргізеді. Бұл ортада мөлдір сұйықтық алынады, онда ерітінді түсінің өзгеруін оңай байқауға болады. Осыдан, реакцияның соңы дәлірек анықталады. Бейтарап немесе сілтілі ортада тотықтыру кезінде әрқашан кара-қоңыр түсті MnO_2 тұнбасы түзіледі, ол айтарлықтай дәрежеде реакция соңын анықтауды қиындатады. Сонымен қатар, қышқыл ортадағы калий перманганатының қышқылдық белсенділігі, сілтілі ортаға қарағанда, айтарлықтай жоғары. Бұл мақсатта қышқылдардың ішінен күкірт қышқылы жарамды.

Әдеттегі жағдайларда перманганатпен тотықтыру реакциясы өте баяу жүреді, сондықтан титрлеудің алдында реакцияға түсетін сұйықтықтарды қыздыру қажет. Бұл әдісте KMnO_4 өзі индикатор болады, оның ерітіндісі MnO_4^- анионының болуына байланысты қою көк түсті; реакциядан кейін алынатын Mn^{2+} екі валентті марганец катионы түссіз дерлік. Перманганаттың бұл қасиетін – тотықсыздандыру нәтижесінде түссізденуін – перманганатометриядағы реакцияның соңын анықтауда қолданады. Анықталатын тотықсыздандырғыш реакцияға толық түспегенде және реакция аяқталмағанда, бюреткадан құйылатын перманганаттың қою көк түсті ерітіндісі түссізденеді. Анықталатын тотықсыздандырғыш толық реакцияға түскеннен кейін, яғни реакция аяқталғаннан кейін, қосылған перманганат ерітіндісінің келесі артық тамшысы түссізденбейді және зерттелетін ерітіндіні қызғылт түске бояйды. Перманганат түссіздінуінің тоқтауы бойынша және зерттелетін

ерітіндінің қызғылт түске боялуы бойынша реакцияның аяқталғанын тұжырымдайды. Перманганометрия клиникалық талдауда қандағы несеп қышқылын, кальцийді, калийді және каталаза тотықтырғыш ферментін анықтау үшін; санитарлық-гигиеналық талдауда ауыз суларды және ағынды суларды және т.б. зерттеуде қолданылады.

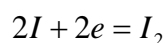
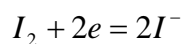
Тақырып: Йодометрияға ерітінділерді дайындау және олардың титрлерін белгілеу.
Тотықтырғыштар мен тотықсыздандырғыштарды анықтау.

Мақсаты: ерітінділерді дайындау кезінде есептеулерді жүргізуді және йодометрия әдісімен талдауды жүргізе алуды үйрету.

Жабдықтар мен реактивтер: калий дихроматы, калий перманганаты, натрий тиосульфаты, крахмал ерітіндісі, кристалды йод, калий йодидінің 10% ерітіндісі, 2Н. күкірт қышқылының ерітіндісі, тазартылған су; 250 мл конустық шыны сауыттар, 100 мл, 500 мл өлшеуіш шыны сауыттар, конустық воронкалар, бюреткалар, тамызғыштар, техникалық, аналитикалық таразы, ұсақ гірлер, бюкстер, сағаттық шыны.

Йодометрия **Әдістің сипаттамасы**

Йодометрия деп аталатын көлемдік талдаудың негізінде екі реакция жатады:

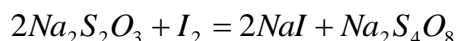


Бірінші реакцияда еркі йод – тотықтырғыш, екіншісінде I^- ионы – тотықсыздандырғыш. Тотықсыздандырғыштар еркін йодты I^- түссіз иондарға көшіреді. Керісінше, йод иондар тотықтырғыштардың ықпалынан қарапайым йодқа айналады. Йод ерітіндісі крахмал қосылғанда көк түске боялады. Осыдан, егер қандай да бір тотықсыздандырғыштың ерітіндісін йод ерітіндісімен титрлесе, онда реакция аяқталған соң ерітіндіге крахмал қосқанда йод ерітіндісінің артық бір тамшысынан көк түсе боялады. Егер йод ерітіндісіне крахмал болғанда тотықсыздандырғышты қосса, реакцияның соңын ерітіндінің көк түсінің жойылуы бойынша анықтауға болады. Осылайша, йодометрия әдісімен тотықсыздандырғыштар мен тотықтырғыштарды анықтауға болады.

Тотықсыздандырғыштарды йод ерітіндісімен тікелей титрлеп немесе кері титрлеу тәсілімен анықтайды. Соңғы жағдайда ерітіндінің белгілі бір көлеміне артық мөлшерде өлшенген йодтың титрленген ерітіндісін қосады, содан соң йодтың артығын титрлейді. Йодометриялық әдіспен сандық түрде анықтауға болатын тотықсыздандырғыштардың қатарына жатады: күкірт, күкіртсутек және мышьяқты қышқылдар және олардың тұздары, үш валентті сүрменің және екі валентті қалайының тұздары және басқа заттар.

Тотықтырғыштарды йодометрия әдісімен сандық анықтау келесі саяды. Тотықтырғыштың қышқылдатылған ерітіндісіне йодты калийдің титрленбеген ерітіндісінің артығын құяды. Реакция нәтижесінде тотықтырғыш KI -дан еркін йодтың эквивалентті мөлшерін ығыстырады. Тотықсыздандырғыштың шығындалған титрленген ерітіндісінің көлемі бойынша талданатын ерітіндідегі тотықтырғыштың мөлшерін дәл анықтауға болады.

Осыдан, қосымша реактив ретінде йодты калийді қолдану йодометриялық әдіспен тотықтырғыштарды да анықтауға мүмкіндік береді. Бұл жағдайда йодты титрлеу үшін және тотықсыздандырғыштарды анықтауда кері титрлеу үшін жұмыс ерітіндісі ретінде $Na_2S_2O_3$ (натрий тиосульфаты) алынады. Соңғысы сандық түрде йодпен тетратонқышқыл натрийге тотығады:



Осылайша, йодометрияда негізгі жұмыс ерітінділері болып табылады: тотықсыздандырғыштарды тікелей титрлеуге арналған йод ерітіндісі және тотықтырғыштарды анықтауға және тотықсыздандырғыштарды кері титрлеуге арналған тиосульфат ерітіндісі.

Қарапайымдылығы мен дәлдігі бойынша йодометрия әдісі ең жақсы әдістердің бірі болып саналады. Оны клиникалық талдауда қан құрамындағы қантты анықтау үшін, санитарлық-

гигиеналық талдауда хлорлы әктастағы «белсенді» хлорды, шаруашылық ауыз судағы қалдық хлорды анықтау үшін және т.б. үшін қолданады.

ЖҰМЫСТЫҢ БАРЫСЫ

1) Натрий тиосульфатының титрленген жұмыс ерітіндісін дайындау.

Натрийдің кристалданған тиосульфатының құрамында түрлі қоспалардың шамалы мөлшері бар. Сонымен қатар, оның кристалдары ауада буланады, соның салдарынан олардың химиялық құрамы әркез $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ формуласына сәйкес келе бермейді. Осы себепті қалыпты химиялық таза натрий тиосульфатының титрленген ерітіндісін дайындау үшін, оның дәл ілмесін пайдалануға болмайды, натрий тиосульфатының ерітіндісін шамамен 0,02Н. дайындау қажет және одан соң қандай да бір бастапқы зат бойынша оның қалыптылығын анықтау керек. Әдетте, натрий тиосульфатының қалыптылығы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ немесе KMnO_4 немесе йодтың титрленген ерітінділерімен белгілейді.

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ грамм-эквивалентті салмағы оның йодпен реакциясы бойынша анықталады. Реакциядан көріп отырғанымыздай, тиосульфаттың екі молекуласы (дәлірек айтсақ, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ қос ионы) йодпен әрекеттескен кезде екі электронын жоғалтады. Осыдан, оның тотықтырғыш грамм-эквивалентті грамм-молекулярлық салмаққа тең:

$$Э_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = M_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = 248,19 \text{ г.}$$

Шамамен 0,02Н. натрий тиосульфаты ерітіндісінің 1 л дайындау үшін қажет:

$$248,19 \cdot 0,02 = 4,9638 \text{ г.}$$

Әдетте мөлшерден көбірек алады (техникалық таразыда өлшейді), мысалы, 5,2 г; бұл ілмені өлшеуіш литрлі шыны сауытқа салады және жаңа қайнатылған және CO_2 қатысынсыз салқындатылған тазартылған суда ерітеді. Төзімділік үшін ерітіндіге шамамен Na_2CO_3 0,1 г қосады. Одан соң ерітіндіні тазартылған сумен 1 л дейін сұйылтады. Дайындалған ерітіндіні 8-14 күн ұстайды, содан соң оның титрін анықтайды.

Натрий тиосульфатының ерітінділері уақыт өткен соң өз титрін түрлі себептермен аздап өзгертеді. Ауадағы және тазартылған судағы көміртегі қышқылы мен оттегі, микроағзалар (тиобактериялар), жарық және өзге факторлар $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ыдыратады. Сондықтан ұзақ уақыт сақтағанда ерітіндіні мерзімді түрде тексеру керек.

Тиосульфат ерітіндісін қара шынылы таза сауытта сақтау ұсынылады.

Тапсырма: көлемі 100 мл 0,02Н. натрий тиосульфаты ерітіндісін дайындау.

2) Крахмал ерітіндісін дайындау.

Барлық йодометриялық титрлеуді индикатор – крахмал ерітіндісі болғанда жүргізеді. Соңғысы йодпен қарқынды көк түсті адсорбциялық қоспа түзеді. Бояу еркін йодтың шамалы мөлшерінен туындайды, бұл йодометриялық анықтамалардың сезімталдығының жоғары дәрежесіне себепші болады. Осыған орай йодометриялық әдіс көлемдік талдаудағы дәл әдістердің бірі болып саналады.

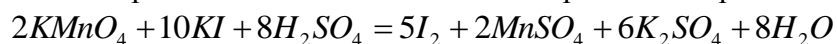
Крахмал ерітіндісін келесідей дайындау ұсынылады. «Еритін» (күріш немесе бидай) крахмалдың шамамен 1 г аз мөлшердегі сумен келіде мұқият ұсақтайды. Қоспаны араластырып отырып, 100 мл қайнап жатқан суға сыздықтатып құяды және тағы бірнеше минут қайнатады. Одан соң шыны сауытты воронкамен жабады және тыныштықта қалдырады. Келесі күні шыны сауыттың түбінде крахмал дәндерінің жарылған қабықтарының шамалы тұнбасы жиналады. Ал оның үстінде мүлдем мөлдір сұйықтық. Сұйықтықты 30-50мл сауыттарға құяды, оларды мақта тығындармен жабады және 45 мин стерилдейді. Ол үшін сауыттарды кастрюльге салып, суға қояды және отта қыздырады. Мұндай жолмен стерилденген крахмал ерітінділері өз қасиеттерін өзгертпей, айлап сақталады.

Индикатор ретінде әр титрлеу үшін крахмал ерітіндісінің 2-3 мл алады. Крахмал ерітіндісін йод ерітіндісіне титрлеу аяқталар алдында, ерітінді ашық сары түсті болғанда құю ұсынылады.

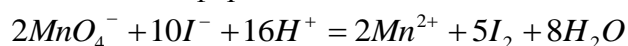
3) Перманганат бойынша тиосульфат ерітіндісінің титрі мен қалыптылығын белгілеу.

KMnO_4 бойынша $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісінің титрі мен қалыптылығы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ сияқты белгіленеді. Ол үшін 500 мл конустық шыны сауытқа KI 10% ерітіндісінің 6-8 мл, 8-10 мл 1,0Н. күкірт қышқылының және 20-25 мл дәл анықталған 0,02Н. KMnO_4 ерітіндісін құяды.

Калий перманганаты мен калий йодиді арасындағы реакция мынадай тендеумен беріледі:



немесе басқа формада:



3-5 мин кейін қоспаны 150 мл тазартылған сумен сұйылтады, бөлінген йодты ашық сары түске дейін тиосульфатпен титрлейді. Одан соң 2-3 мл крахмал ерітіндісін қосады және көк түс жойылғанға дейін титрлеуді жалғастырады. Есептеулерді мына формулалар бойынша жүргізеді:

$$N_{Na_2S_2O_3} = V_{KMnO_4} * N_{KMnO_4} / V_{Na_2S_2O_3}; \text{ г-экв/л};$$

$$T_{Na_2S_2O_3} = \mathcal{E}_{Na_2S_2O_3} * N_{Na_2S_2O_3} / 1000; \text{ г/мл.}$$

4) Йодтың титрленген ерітіндісін дайындау.

Йодометриялық анықтаулар үшін, натрий тиосульфатының ерітіндісінен басқа, йодтың титрленген ерітіндісі болу керек. Оны сатылатын кристалды йодтан айдаумен алдын ала тазартусыз дайындауға болады. Бұл жағдайда өрескел ілмені негізге ала отырып, шамамен қажетті концентрациядағы ерітіндіні дайындайды, содан соң пайдаланар алдында оның қалыптылығын тексереді.

Йодтың шамамен 002Н. Ерітіндісін дайындау үшін техникалық таразыда сатылатын (талдауға арналған таза) йодтың 2,7 г өлшейді, йодты калий ерітіндісінде (20-30 мл суға KI 8г) ерітеді және бұл ерітіндіні 1 литрге дейін сумен сұйылтады.

Алынған йод ерітіндісінің қалыптылығын натрий тиосульфатының титрленген ерітіндісі бойынша белгілеуге болады.

АНЫҚТАУ БАРЫСЫ. Тамызғышпен тиосульфаттың жұмыс ерітіндісінің 20 мл өлшеп алады, конустық шыны сауытқа құяды, крахмал ерітіндісінің 2-3 мл құяды және бюреткадан йод ерітіндісімен титрлейді. Менисктің жоғарғы шеті бойынша титрлеуге шығындалған йод ерітіндісін есептейді. Бастапқы құйылатын йод ерітіндісі тотықтыру-тотықсыздандыру реакциясының салдарынан түссізденетін болады:

Бүкіл тиосульфат тотыққан соң, йодтың алғашқы артық тамшысынан-ақ сұйықтық қарқынды көк түске боялады, бұл реакцияның аяқталғанын көрсетеді.

Есептеулерді келіс формулалар бойынша жүргізеді:

$$N_{I_2} = \frac{N_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3}}{V_{I_2}} \text{ г-экв/л}; \quad T_{I_2} = \frac{N_{I_2} \cdot \mathcal{E}_{I_2}}{1000} \text{ г/мл.}$$

Тақырып: Мор тәсілімен хлор иондарын анықтау

Мақсаты: Мор тәсілі арқылы хлор иондарын сапалық анықтау

Құралдар: колба, бюретка, пипетка, күміс нитрат ерітіндісі, калий немесе натрий хлорид ерітіндісі, калий хромат ерітіндісі.

Жоспар:

1. Теориялық бөлім
2. Өлшенді алу ($AgNO_3$)
3. 100мл $AgNO_3$ ерітіндісін дайындау
4. Өлшенді алу ($NaCl$)
5. 100 мл $NaCl$ ерітіндісін дайындау
6. Титрлеу
7. Есептеу

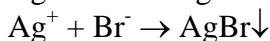
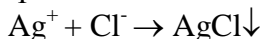
Тұндырып титрлеу әдісінің мәні

Тұндырып титрлеу - титриметрия әдісінің бірі, мұнда химиялық реакция нәтижесінде аз еритін қосылыс тұнбаға түседі. Титрлеу кезінде тұнбаның бірден түсуі, тұнбаның құрамының өзгермеуі және реакция кезінде қосалқы құбылыстар байқалмауы тиіс. Сонымен қатар, индикатор қолдану арқылы титрлеудің эквивалент нүктесін дұрыс табу керек. Титрлеу кезінде тұнбаға адсорбциялану процесі өте шамалы болуы тиіс.

Тұндырып титрлеу қолданылатын титранттарға байланысты аргентометрия (титрант AgNO_3) және тиоцианометрия (титрант NH_4SCN) деп бөлінеді.

Аргентометриялық титрлеу:

Аргентометрия Cl^- , Br^- және I^- иондарының күміс катиондарымен галогенид түзіп тұнба түзу реакциясына негізделген. AgNO_3 стандартты ерітіндісі Cl^- және Br^- иондарымен әрекеттескенде мына теңдіктегі аз еритін тұнба түзіледі.



Күмісті анықтағанда натрий немесе калийдің стандартты ерітіндісін қолданады. Титрлеуді күміс нитраты ерітіндісімен жүргізеді не болмаса күміс нитратын артық мөлшерін енгізеді, соңғысын натрий хлорид ерітіндісімен немесе тиоцианатпен титрлейді. Хлоридті анықтаудың кең тараған тәсілі Мор тәсілі болып табылады. Индикатор ретінде күміс нитратымен аз еритін күміс хроматының тұнбасын түзетін калий хромат ерітіндісін қолданады. Калий хроматы күміс ионымен қызыл күміс хроматы Ag_2CrO_4 тұнбасын береді. Титрлеуді ақ тұнба қызара бастаған кезде тоқтатады.

Аргентометрия әлсіз сілтілік ортада немесе бейтарап ортада жүргізіледі. Қышқыл ортада күміс хроматы еріп кетеді. Орта күшті сілтілік болса күміс нитраты ерімейтін күміс оксидін Ag_2O беріп ыдырайды. Аргентометрия мен аммиак бар заттарды талдауға болмайды, себебі күміс аммиакпен комплексті тұз түзіп ериді.

Жұмыс барысы

1. Өлшенді алу (AgNO_3)

0,01н 100мл AgNO_3 ерітіндісін алу үшін өлшендінің массасын есептеңдер.

$$C_n = \frac{m \cdot 1000}{\text{Э} \cdot V}; \quad m = \frac{C_n \cdot \text{Э} \cdot V}{1000};$$

2. 0,1н 100мл AgNO_3 ерітіндісін дайындау

100мл өлшеуіш колбада алынған өлшендіні дистилденген сумен ерітіңдер.

3. Өлшенді алу (NaCl)

0,01н 100мл NaCl ерітіндісін алу үшін өлшендінің массасын есептеңдер.

$$C_n = \frac{m \cdot 1000}{\text{Э} \cdot V}; \quad m = \frac{C_n \cdot \text{Э} \cdot V}{1000};$$

4. 100 мл NaCl ерітіндісін дайындау

100мл өлшеуіш колбада алынған өлшендіні дистилденген сумен ерітіңдер.

5. Титрлеу

1. AgNO_3 титрін анықтау.

Бюреткаға AgNO_3 тиң ерітіндісін 0-ге дейін құйыңдар. Титрлейтін колбаға 10мл 0,05н NaCl құйып, оған 0,5мл калий хроматы K_2CrO_4 – индикаторын қосыңдар және аздап дистилденген су құйыңдар. Ақырындап стандарт ерітіндімен титрлендер, колбадағы ерітіндіні түсі өзгергенше, шайқап отырып. Алдымен лимон түстес сары түс пайда болғанын бақылаңдар және ол AgNO_3 тамшысынан қызыл рең берген кезде титрлеуді тоқтатыңдар. Тәжірибені 2 рет жасаңдар. Тәжірибенің нәтижесі бойынша AgNO_3 титрін, нормальдігін анықтаңдар.

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{V_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}}$$

$$T_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot \text{Э}_{\text{AgNO}_3}}{1000}$$

2. Ерітіндідегі хлорды анықтау. Титрлейтін колбаға 10мл NaCl құйыңдар, оны сумен ерітіңдер (аздап су құямыз), 0,5мл индикатор K_2CrO_4 қосыңдар және колбадағы лимон түстес ерітіндінің түсі қою қызғылт түске өзгергенше AgNO_3 (стандарт ерітіндімен) титрлендер. Алынған ерітіндідегі хлордың мөлшерін есептеңдер (граммен).

$$\frac{V_{\text{NaCl}} = 10}{\quad} \quad N_{\text{AgNO}_3} = \frac{V_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}}$$

$N_{\text{NaCl}}=0,05\text{н}$ $V_1\text{AgNO}_3 - ?$ $V_2\text{AgNO}_3 - ?$ $V_{\text{ср}}\text{AgNO}_3 - ?$	$T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot \mathcal{E}_{\text{Cl}}}{1000}$ $m_{\text{Cl}} = T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}} \cdot V_{\text{опт}} \text{AgNO}_3$
$T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}} - ?$ $m_{\text{Cl}} - ?$	

Тақырыбы: Жемістер мен көкөністердің, сүттің, нанның, топырақтың жалпы қышқылдығын анықтау.

Мақсаты: Бейтараптандыру әдісі арқылы қышқылдықты анықтау, негізін қалыптастыру.

Құрал-жабдықтар: зерттеу құралдары (нан, топырақ, сүт, көкөніс, жеміс), стакан, өлшеуіш колбалар 250мл, дистилденген су, плита, пипетка, фенофталеин, бюретка, 0,1н КОН.

Бақылау сұрақтары:

1. Алкалиметрия дегеніміз не?
2. Байтараптандыру әдісі негізіне қандай реакциялар жатады?
3. Индикатордың ауыспалы аймағы дегеніміз не?
4. Титрлеу көрсеткіші дегеніміз не?

Жұмыстың барысы:

Жалпы қышқылдық бойынша жаңа немесе қайтадан жасалған түйін және жидек сапасын анықтайды. Көптеген тұздалған ашытылған азық-түлік үшін жалпы қышқылдық мемлекеттік тұрақтылықпен нормаланады.

Алдын-ала өлшенген стаканға ұнтақталған орта сынамадан шамамен 20г талданған материал алынады, техникалық таразыда салмағы нақты 0,01г-ға дейін өлшейді және 250 мл өлшеуіш колбаға аспаның салмағын жоғалтпай ауыстырамыз. Стаканды дистилденген сумен шайып, сол колбаға құямыз.

Колбаны шамамен 80°C-ғы сулы моншаға 15 минут ұстайды. Содан соң колбаны суытып, белгіге дейін дистилденген сумен толтырып, жақсылап араластырамыз.

Пипеткамен 20мл мөлдір (вытяжки) алып, соңғы колбаға орналастырады, 2-3 тамшы фенофталеин қосып және ашық түсті түс пайда болғанға дейін ертіндімен титрлейді. Ол түс 1 минутқа дейін жоғалмауы тиіс.

Жалпы азық-түлік қышқылдығы процентпен мына теңдеу бойынша анықтайды:

V_1 – КОН ертіндісінің 0,1н көлемі, титрлеуге жұмсалған (мл)

T – КОН ертіндісінің 0,1н титріне түзету

V_2 – алынған (вытяжки) жалпы көлемі (мл)

m – талданған үлгі массасы

V_3 – титрлеу үшін алынған (вытяжки) көлемі.

K – үлгідегі басым қышқылды анықтауға КОН 0,1н ертіндісін қайта есептеудің коэффициенті

Алма – 0,067 (шөмішке және сүйік тұқымы), лимон – 0,0064 (цитрусты түйін және жидек), қымыз – 0,0063, сүт – 0,0090 (ашытылған – тұздалған азық-түлік), уксус – 0,0060 (мариналды), шарап – 0,0075 (жүзім).

Сұйық азық-түлікті талдай отыра, титрлеу үшін пипетка көмегімен 10-25мл шырын немесе ертіндісін алады.

Сүттің қышқылдығын анықтау

Сүт бейтарап ортада болады. Қызыл лакмус қағазы көгереді, көк лакмус қағазы қызарады. Тұрып қалған сүт қышқылды реакция көрсетеді. Ол тұру уақытына байланысты күшейеді. Сүттің

қышқылдығы Тернер градусы бойынша анықталады. 1⁰С қышқылдығы деп – 100 мл сүттегі қышқылды нитралдауға кеткен 1 мл 0,1 н NaOH –ты атайды. Сүттің сапасына байланысты төмендегідей қышқылдық болады. Жас сүт -16-22⁰, тұрып қалған сүт 23⁰ және жоғары. Сумен сұйылтылған немесе сода қосылған сүт қышқылдығы 16⁰-тан төмен. Сатылатын сүттің қышқылдығы 21⁰-тан жоғары болуы керек. Сүттің қышқылдығын анықтау үшін конусты колбаға құямыз. 4-5 тамшы фенолфталеин ерітіндісін тамызып, араластырамыз. Дайындалаған осы ерітіндімізді 0,1 н NaOH ерітіндісімен әлсіз қызғылт түске боялғанша титрлейміз. Ол екі минут уақытта кетпеуі керек. Титрлеуге кеткен 0,1 н NaOH көлемі 10 мл көбейтіп, (100 мл сүтке есептегенде) сүттің қышқылдығын анықтаймыз. Мысалы, Титрлеуге 10 мл сүтті 2,6 мл 0,1 н NaOH кетсін. Сонда сүттің қышқылдығы $2,6 \cdot 10 = 26^0$ болады.

1. $V = 2,3$ мл NaOH 0,1 н
 $2,3 \cdot 10 = 23^0$.

Б) Нанның қышқылдығын анықтау. Нанның қышқылдығы ашыған кезде түзілетін сүт және сірке қышқылының болуына байланысты түсіндіріледі. Ржанной нанның қышқылдығы 12⁰ артпайды, ал бидай нанының қышқылдығы 6⁰ 100 гр нандағы қышқылдық нитралдауға кететін 1 мл 0,1 н NaOH ерітіндіні нанның 1⁰ нанның қышқылдығы деп аламыз. 50 гр нанды алып, оған 200 мл жылы су қосып, 50 мл дистелденген су қосып, 1 сағатқа қоямыз. 1 сағ кейін осы нанның ерітіндісінен 50 мл алып, 2 тамшы фенолфталеин тамызамыз. 0,1 н NaOH ерітіндісімен әлсіз қызғылт түс болғанша титрлейміз. (1 мин кетпейді). Нәтиже қышқылдық градусымен есептеледі. Мысалы, 50 мл езілген нанды титрлеу үшін 0,1 н NaOH ерітіндісінен 8,4 мл кетеді, ал 250 мл –ға $8,4 \cdot 5 = 42$ мл 0,1 н NaOH 50 гр нанды нитралдауға кеткен NaOH 0,1 н көлемі. 100 гр нанды нитралдау үшін $42 \cdot 2 = 84$ мл. 0,1 н NaOH немесе $84/10 = 8,4$ мл 1 н NaOH. Нанының қышқылдығы 8,4⁰ нормадан аспайды.

В) Топырақтың гидролитикалық қышқылдығын анықтау.

Топырақтың 2 түрлі қышқылдығы болады: актуальді және потенциалды. Актуальді қышқылдық топырақ ерітіндісіндегі бос сутегі ионының мөлшерімен анықталады. Ол рН –пен белгіленеді. Потенциальді қышқылдың сіңірілетін комплекстегі сутегі ионының қатысуымен анықталады. Ол Н белгіленеді. Анықтауға берілген топырақтан 40 гр техникалық таразыда өлшеп алып, оны қалың шыныдан жасалған 200 мл колбаға аламыз, үстіне 100 мл H₂O қосамыз, және 1 мл 1 н CH₃COONa құямыз да, колбаны жауып ротаторға қойып, 1 сағ қоямыз, 1 сағ өткен соң қоспаны алып, сүземіз. Фильтраттан пипеткамен 50 мл алып, колбаға құямыз, 5-6 тамшы фенолфталеин тамызып 0,1 н NaOH ерітіндісімен титрлеу. Әлсіз қызғылт түс – 1 мин-та кетпеуі керек. Титрлеуге кеткен 0,1 н NaOH ерітіндісін білу арқылы топырақтың қышқылын анықтаймыз. Топырақтың гидролитикалық қышқылын 100 гр топырақтағы Н⁺ ионын мл /экв мөлшерімен төмендегі формула бойынша анықтайды.

$$x_R = \frac{V * R * 5 * 1,75}{10}$$

V – титрлеуге кеткен 0,1 н NaOH көлемі

R – 0,1 н NaOH сілтіге түзету

5 – 100 топырақтың нәтижесін есептеуге берілген коэффициент.

1,75 – орташа мән.

10 – Н⁺ ионы мл/экв аударуға түзету саны.

Тақырып: Ерітіндідегі мысты фотометриялық анықтау. Фотоэлектрлі концентрациялы колориметр КФК-2.

Мақсаты: КФК-2 құрылысымен, оптикалық схемасымен, жұмыс жасау тәртібімен танысу. Градустық қисықты пайдаланып, фотометриялық әдіспен ерітіндідегі мыстың мөлшерін анықтау.

Реактивтер: Сұйылтылған NH₄OH (1:3), конец H₂SO₄, тазартылған су, тамызғыштар, грушалар, 50 мл (8 дана) шыны сауыттар, CuSO₄, 5H₂O, 1л шыны сауыт, сыналатын ерітінді Cu²⁺ (0,01-0,5мг Cu²⁺).

Бақылау сұрақтары:

1. Бугер-Ламберт-Бер заңының мәні неде?
2. Оптикалық тығыздық дегеніміз не?
3. Колориметрия дегеніміз не?
4. КФК-2 аспабының жалпы түрін сипаттаңыз.
5. КФК-2 фотоколориметрінің принципиалды оптикалық схемасы қандай?
6. Фотоэлектрлі концентрациялық колориметрдегі жұмыс тәртібін сипаттаңыз.

Бірсауелелі фотоколориметр КФК-2 315-980нм спектр саласында боялған ерітінділердің, шашылатын жүзгіндердің, эмульсиялардың және коллоидты ерітінділердің өткізгіштігін, оптикалық тығыздығын және концентрациясын өлшеуге арналады.

КФК-2 фотоколориметрінің принципиалды оптикалық схемасы.

Галогенді шағын көлемді шамнан 1 жарық біртіндеп линзалар жүйесі, жылу қорғайтын 2, бейтарап 3, тандалған түсті жарықсүзгіштер, салыстыру ерітіндісі немесе зерттелетін ерітіндісі бар кювета 5 арқылы өтеді, пластинаға 6 түседі, ол жарық ағынын 2 бөледі: жарықтың 10% фотодиодқа 7 (590-980нм спектр саласында өлшегенде) және 90% фотоэлементке 8 (315-540нм спектр саласында өлшегенде) бағытталады.

КФК-2 принципиалды оптикалық схемасы

КФК-2 аспабының жалпы түрі

Фотоэлектрлі концентрациялық колориметрде жұмыс жасау тәртібі.

1. Өлшеуге дейін 15 минут бұрын колориметрді желіге қосыңыз. Қыздыру кезінде кюветті бөлім ашық болуы тиіс.
2. Жұмысқа қажетті жарықсүзгішті (толқын ұзындығын) белгілеңіз.
3. Колориметрдің максималды сезімталдығын белгілеңіз. Ол үшін «сезімталдық» сабын 1 қалпына; «Қондырғы 100» және «Өрескел» саптарын шұғыл солға ұстаңыз.
4. Кюветаға зерттелетін ерітіндіні белгіге дейін құйыңыз және кюветаның дөңбек төселген қабырғаларын сүзгіш қағазбен сүртіңіз.
5. Еріткішті жоғарғы кюветбөкіткішке орнатыңыз, ал зерттелетін ерітіндіні төменгіге орналастырыңыз, кюветті бөлімді жабыңыз.
6. «Сезімталдық», «Өрескел», «Дәл» саптарымен Д колориметрінің шкаласы бойынша 0 белгілеңіз.
7. Сапты бұрып, еріткіші бар кюветаны зерттелетін ерітіндісі бар кюветаға ауыстырыңыз. Көрсеткіштерді жазып алыңыз.
8. Өлшеуді 3-5 рет жүргізіңіз және шаманы өлшеудің соңғы мәнін алынған мәндердің арифметикалық орташасы ретінде анықтаңыз.

Ерітіндідегі мысты анықтау.

Ерітінділердегі Cu^{2+} мөлшерін анықтау жоғары тәжірибелік қызығушылықты тудырады. Мыс тұздарын улы химикаттар ретінде а/ш кеңінен қолданады. Сонымен қатар Cu^{2+} мыс микротыңайтқыштардың құрамына енеді.

Мысты фотометриялық анықтауды аммиактық, ферроцианидті және басқа әдістермен орындайды. Аммиактық әдіс қарқынды көк түске боялған, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ аммиак кешенімен Cu^{2+} ионының түзілуіне негізделген. Оның түсі айтарлықтай тұрақты, ерітіндіні кез келген тәсілмен колориметрлеуге болады.

Ерітіндідегі мыс концентрациясын анықтаудың алдында, арнайы еріткіш пен Cu^{2+} тұзының стандартты ерітіндісін пайдаланып, градустық графикті құру қажет.

Градустық графикті құру үшін салыстыру ерітіндісін дайындау.

10мл сұйылтылған (1:3) аммиакты сыйымдылығы 50мл өлшеуіш шыны сауытқа көшіреді, 1 тамшы конц. H_2SO_4 ($\rho = 1,84\text{г/см}^3$) қосады және тазартылған сумен белгіге дейін (нөлдік ерітінді) жеткізеді.

Мыс тұзының стандартты ерітіндісін дайындау. 3,927г химиялық таза мыс сульфатын $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ сыйымдылығы 1000мл өлшеуіш шыны сауытқа көшіреді, ерітеді, 5мл конц. H_2SO_4 қосады және сумен белгіге дейін жеткізеді. Бұл ерітіндінің 1мл Cu^{2+} ионының 1мг бар.

Градустық графикті құру.

Сыйымдылығы 50мл 6 өлшеуіш шыны сауытқа тамызғыштармен сәйкесінше 25; 20; 15; 10; 5 және 2,5 мл мыс тұзының стандартты ерітіндісін өлшеп құйыңыз. Әр шыны сауытқа 10 мл сұйылтылған (1:3) аммиак ерітіндісін қосыңыз және көлемдерін тазартылған сумен белгіге дейін жеткізіңіз.

А абсорбциялылығыны өлшеуді мыстың концентрациясы ең жоғары ерітіндіден бастаңыз. Ол үшін шыны сауыттағы ерітіндіні жұмысшы ені 1см кюветаға құйыңыз, кюветаны қақпақпен жабыңыз және қызыл жарықсүзгіште ерітіндінің абсорбциялылығын өлшеңіз. Барлық ерітінділердің А абсорбциялылығын өлшеп, градустық график құрыңыз. Сонымен қатар осьтің горизонталі бойынша Cu^{2+} ионының белгілі концентрацияларын (яғни 1 мл-гі 0,5; 0,4; 0,3; 0,2; 0,1; 0,05 мг мыс), ал вертикаль бойынша оларға сәйкес келетін ерітінділердің абсорбциялылықтарын салыңыз.

Градустық график

Зерттелетін ерітіндіде мысты анықтаудың барысы.

Сыйымдылығы 50мл өлшеуіш шыны сауытқа талдау үшін, құрамында 0,01-ден 0,5мг дейін Cu^{2+} болуы мүмкін, сыналатын ерітіндінің біразын алыңыз. Шыны сауытқа конц. H_2SO_4 1 тамшысын қосыңыз, лай пайда болғанға дейін тамшылап, сұйылтылған (1:3) аммиакпен бейтараптандыңыз. Тағы 10мл аммиак құйыңыз және шыны сауыттағы көлемді умен белгіге дейін жеткізіңіз.

Ерітіндіні мұқият араластырыңыз, жұмысшы ені 1см кюветаны онымен толтырыңыз және қызыл жарықсүзгіште оның абсорбциялылығын өлшеңіз, яғни градустық график алынған жағдайдағыдай.

Абсорбциялылықты біле отыра, градустық график бойынша ерітіндінің 1мл миллиграмдармен Cu^{2+} ионының концентрациясын табыңыз. Бүкіл талданатын ерітіндінің көлеміне (50мл) көбейтіп, мыстың жалпы массасын есептеңіз.

Тақырып: Сульфосалицил қышқылының көмегімен фотометриялық әдіспен жалпы Fe, Fe (III) мөлшерін анықтау.

Мақсаты: Әдістеме бойынша жұмыстың мақсатын құрастырыңыз

Құрал-жабдықтар: әдістеме бойынша құрал-жабдықтарын жазыңыз

1. Талдау әдісінің принципі.

Өлшеу әдісі – фотометриялық. Бұл әдіс сульфосалицил қышқылы мен оның натрийлі тұзы темір тұздарымен боялған кешенді қоспалар түзетініне негізделеді. Қышқыл ортада сульфосалицил қышқылы тек Fe (III) тұздарымен реакцияға түседі (қызыл түске боялу), ал әлсіз сілтілі ортада Fe (III) және Fe (II) тұздарымен реакцияға түседі (сары түске боялу). Минималды анықталатын концентрация 0,1 мг/дм³ тең. Боялған кешеннің оптикалық тығыздығын $\lambda = 410-440\text{нм}$, жалпы Fe дм $\lambda_{\text{max}} = 425\text{нм}$ және $\lambda = 490-520\text{нм}$, Fe (III) үшін $\lambda_{\text{max}} = 500\text{нм}$ кезінде өлшейді.

Анықтауға сынаманың түсі, органикалық заттардың көп мөлшерде болуы, Cu кедергі жасайды. $AL > 0,2\text{мг/дм}^3$ басқа әдісті қолдану керек.

2. Өлшеулерді жүргізуге дайындау.

1) Реактивтен темір тұзының негізгі үлгілік ерітіндісін дайындау.

0,8674г теміраммонийлі ашудастарды, 2см³ HCl ($\rho = 1,19\text{г/см}^3$) қосып отырып, тазартылған суда ерітеді, 1дм³ дейін тазартылған сумен сұйылтады, ерітіндінің 1см³ құрамында 0,1мг темір бар.

2) Темір тұзының үлгілік жұмыс ерітіндісін дайындау. Негізгі ерітіндіні 10 есе сұйылтады, ерітіндінің 1см³ құрамында темірдің 0,010мг бар.

3) Темірдің негізгі стандартты ерітіндісі.

Fe 1мг/дм³ аттестацияланған құрамды үлгілік стандартты үлгіден 5 см³ сыйымдылығы 50см³ шыны сауытқа орналастырады және 1м белгісіне дейін сұйылтады. HNO³ 1см³ құрамында 0,1мг темір бар. Ерітінді бір айдың ішінде жарамды.

4) Стандартты жұмыс ерітіндісі.

Негізгі ерітіндіні 10 есе сұйылтып, жұмыс ерітіндісін талдау жүргізетін күні ғана дайындайды. Ерітіндінің 1см³ құрамында 0,010мг темір бар.

5) Аммиак ерітіндісін (1:3) дайындау.

Қойылтылған аммиактың 2 көлемін тазартылған судың 3 көлемімен араластырады. Осыған ұқсас аммиак (1:1), HCl (1:1), HCl (3:2) ерітіндісін дайындайды.

б) 20% сульфосалицил қышқылының ерітіндісін дайындау. Сульфосалицил қышқылының 20г тазартылған судың 80см³ құяды.

Градустық графикті құру.

100см³ шыны сауыттардың қатарына (бюреткалармен және тамызғыштармен) 0,0; 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4; 8; 12; 20; 24; 32; 36см³ мөлшері 0,01мг/см³ Fe жұмыс ерітіндісін, 1мл NH₄OH(1:1); 1 мл салицил қышқылын құяды және тазартылған сумен 100см³ дейін жеткізеді. Ерітінділердің концентрациялары 0,2; 0,4...9мг/дм³ тең. Жалпы темір үшін $\lambda = 425\text{нм}$ және Fe (III) үшін $\lambda = 500\text{нм}$ болғанда, ерітіндінің оптикалық тығыздығын өлшейді. Бос ерітінді ретінде тазартылған суды пайдаланады.

4. Талдауды орындау.

1) Жалпы темірді анықтау.

Сынаманың іріктелген көлемін – 80см³ өлшеуіш шыны сауыттың 100см³ орналастырады, іріктелген көлемге 0,5см³ конц. HNO³ қосады және көлемнің 1/3 дейін буландырады.

Алынған ерітіндіге (индикаторлық қағаз бойынша) бейтараптанғанға дейін (рН = 7) аммиак ерітіндісін (1:1) құяды, 2см³ NH₄C, 2см³ сульфосалицил қышқылын немесе натрий сульфосалицилатын, 2см³ аммиак ерітіндісін (1:1) құяды. Тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді. 5 мин кейін тазартылған суда бос ерітіндіге қатысты сәйкес жарықсүзгішпен $\lambda = 425\text{нм}$ кезінде оптикалық тығыздығын өлшейді.

Қажет болғанда ерітіндінің потикалық тығыздығын өлшейді.

5. Fe (III) анықтау.

Көлемі 30см³ сынаманы сыйымдылығы 100см³ өлшеуіш шыны сауытқа салады, аммиак ерітіндісімен (1:1) немесе HCl рН = 3-5 (индикаторлық қағаз бойынша) бейтараптандырады, 2см³ сульфосалицил қышқылын немесе сульфосалицилды натрийді қосады, тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді және 5 мин кейін бос ерітіндіге қатысты кюветтердегі $\lambda = 500\text{нм}$ кезінде оптикалық тығыздықты өлшейді. Қажет болғанда оптикалық тығыздықты өлшейді.

6. Темір концентрациясын есептеу.

Судың талданатын сынамасындағы мг/дм³ темір концентрациясын (x) мына формула бойынша есептейді:

$$x = \frac{c \cdot 100}{V}, \text{ мұнда}$$

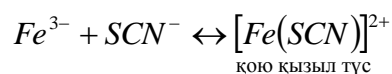
c – градустық график бойынша табылған темір концентрациясы;

100 – стандартты ерітіндінің көлемі, см³;

V – талдауға алынған су сынамасының көлемі, см³.

Ерітіндідегі Fe (III) анықтау

Топырақтағы Fe (III) колориметриялық анықтау оның тиоцианаттармен реакцияларына негізделген:



Алайда ерітіндінің қызыл түсі айтарлықтай тұрақты емес, ерітінді тұрған кезде түс қарқындылығы темірдің тиоцианатты кешенінің қалпына келуінен төмендейді. Сондықтан, абсорбциялылықты боялған ерітіндіні дайындаған соң дереу өлшеу қажет.

Темір (III) тұзының стандартты ерітіндісін дайындау. $1 \cdot 10^{-5}$ г/мл концентрациялы Fe (III) бастапқы ерітіндісін сыйымдылығы 1000 мл шыны сауытта химиялық таза $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$ 0,1006г ерітіп дайындайды.

Градустық графикті құру. Сыйымдылығы 100мл нөмірленген алты өлшеуіш шыны сауытқа бюреткадан бастапқы ерітіндінің 10, 20, 30, 35, 40 және 45мл өлшеп құйыңыз. Әр шыны сауытқа сұйылтылған (1:1) HNO_3 1мл және үлес салмағы 10% NH_4CNS немесе $KSCN$ ерітіндісін құйыңыз. Шыны сауыттардағы ерітіндінің көлемін белгіге дейін сумен жеткізіңіз және мұқият араластырыңыз. Шыны сауыттардағы Fe (III) концентрациялары 1; 2; 3; 3,5; 4 және $4,5 \cdot 10^{-6}$ г/мл құрайды.

КФК-2 көмегімен барлық ерітінділердің абсорбциялылығын (D) өлшеңіз. Ол үшін жарықсүзгішті 4 және ені 1 см кюветаны пайдаланыңыз.

Fe (III) концентрацияларын горизонталь ось боймен, ал оларға сәйкес абсорбциялықты вертикаль ось бойымен салып, градустық графикті құрыңыз.

Зерттелетін ерітіндіде Fe (III) анықтаудың барысы.

Сыйымдылығы 100мл өлшеуіш шыны сауытқа зерттелетін ерітіндіні құйыңыз, оған 1мл HNO_3 (1:1), үлес салмағы 10% 5мл NH_4CNS немесе $KSCN$ құйыңыз, шыны сауыттағы ерітіндінің көлемін белгіге дейін жеткізіңіз және мұқият араластырыңыз.

Ерітіндіні ені 1см кюветаға құйыңыз және градустық график алынған жағдайларда абсорбциялылықты (D) өлшеңіз.

Абсорбциялылықты біле тұра, 1мл ерітіндіге мг темір (III) концентрациясын градустық график бойынша табыңыз. Оны бүкіл талданатын ерітіндінің көлеміне (100мл) көбейтіп, темірдің (III) жалпы массасын есептеңіз.

Тақырып: Табиғи және ағын суларда аммоний азотын фотометриялық анықтау.

Мақсаты: Әдістеме бойынша жұмыстың мақсатын құрастырыңыз

Құрал-жабдықтар: әдістеме бойынша құрал-жабдықтарын жазыңыз

Әдістеме Несслер реактивінің көмегімен табиғи және ағын суларда аммоний азотын фотометриялық анықтауға арналады. Анықталатын концентрациялардың диапазоны $0,05-4,0 \text{ дм}^3$.

I. Өлшеу әдісі.

Әдіс сынап йодидінің сілтілі ерітіндісімен аммиак пен аммоний иондарының сары түске боялған меркураммоний қоспаларын түзу қабілетін негізделген. Ерітінді түсінің қарқындылығы аммиактың концентрациясына тура пропорционал және $\lambda = 400-425 \text{ нм}$ (көк жарықсүзгіш) кезінде ФЭК-де өлшенеді. Азотты анықтаудың төменгі шегі $0,05 \text{ мг/дм}^3$. анықтаудың салыстырмалы қателігі 5%.

Несслер реактивімен әрекеттесетін, аминдер, хлораминдер, ацетон, альдегидтер, спирттер және кейбір басқа органикалық қоспалар анықтауға кедергі келтіреді. Олар болғанда, аммиакты айырып анықтайды.

Сегнет тұзының ерітіндісін немесе комплексон III қосып, су қаттылығының ықпалын жояды.

Темірдің үлкен мөлшері, ульфидтер және лай суды цинк тұзымен мөлдірлеу кезінде жойылады. 100 см^3 сынамаға $ZnSO_4$ ерітіндісінің 1 см^3 қосады және мұқият араластырады. Одан соң сілтінің 20% ерітіндісін қосып, қоспаның рН 10,5 дейін жеткізеді. Шайқаған соң және көбік пайда болған соң, шыны сүзгіш арқылы центрифугалап немесе сүзіп, тұнбаны ажыратады. Сұйықтық көлемінің артуын есептеу кезінде есепке алу қажет.

Натрий тиосульфаты ерітіндісін қосып (1 дм^3 суға 3,5г тұз), хлордың кедергі әсерін жояды. 0,5мг хлорды жою үшін осы ерітіндінің 1 см^3 қосу жеткілікті.

Аммоний иондары биохимиялық тұрақсыз, сондықтан оларды анықтау сынамаларды іріктеген соң тез арада жүргізілу керек. Егер талдаудың дереу орындалуы мүмкін болмаса, сынаманы сүзеді және $2-4 \text{ см}^3$ су қосып, сақтайды. Бұл жағдайда сынаманы $0-3^{\circ}\text{C}$ кезінде 1-3 тәулік сақтауға болады.

II. Өлшеулерді жүргізуге дайындық.

Ерітінділерді дайындау.

1. Негізгі стандартты ерітінді.

105⁰С кезінде алдын ала кептірілген химиялық аза NH₄Cl 3,82г ілмесін бидистиллятта 1дм³ өлшеуіш шыны сауытта ерітеді және белгіге дейін тазартылған сумен жеткізеді.

2. Стандартты жұмыс ерітіндісі.

Өлшеуіш шыны сауыттың 1дм³ NH₄Cl негізгі стандартты ерітіндісінің 10см³ көшіреді және белгіге дейін тазартылған сумен жеткізеді. Бұл ерітіндінің 1см³ құрамында 0,01мг аммоний азоты; 1 мл Несслер, 1мл қызыл шарап түсті Na (Na тартраты (NaOH + сегнет тұзы) бар.

3. Несслер реактиві (Йодты сынаптың сілтілі ерітіндісі).

Егер реактив жоқ болса, оны былай дайындайды. Йодты сынаптың HgI₂ 100г және йодты калийдің KI 70г бидистилляттың шағын мөлшерінде ерітеді және ащы натрий ерітіндісімен араластырады. Оны ащы натрийдің 160г бидистилленген судың 500см³ ерітіп дайындайды. Реактив әлсіз сары түске ие. Тұнбаның түзілуі реактивті бұзбайды, бірақ анықтау үшін жоғарғы мөлдір сұйықтықты абайлап айырып алады.

4. Натрий тартраты және 50% калий (сегнет тұзы) ерітіндісі.

50г KNaC₄H₄O₆ · 4H₂O бидистилляттың шамалы мөлшерінде қыздырып ерітеді және көлемін 100см³ дейін бидистилленген сумен жеткізеді, Несслер реактивінің 0,2-0,5см³ қосады. Ерітіндіні араластырады, сүзеді, мөлдірлеуден кейін қолданады.

III. Калибрлі графика құру.

Сыйымдылығы 100см³ өлшеуіш шыны сауытқа 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ хлорлы аммонийдің жұмыс ерітіндісін құяды және көлемін белгіге дейін бидистиллятпен жеткізеді. Сәйкесінше 0,0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг/дм³ құрамында аммонийлі азот бар стандартты ерітінділердің сериясы алынады. Алынған ерітінділерді төменде сипатталған тәсілмен өңдейді.

Жұмыс қабатының қалыңдығы 30мм кюветаны және көк жарықсүзгішті ($\lambda = 400-425\text{nm}$) пайдаланып, ФЭК көмегімен стандартты ерітінділердің оптикалық тығыздығын өлшейді. Алынған мәндерден бос сынамааның оптикалық тығыздығын шегереді.

Стандартты ерітінділердің аммоний азотының оптикалық тығыздығының концентрациясына тәуелділігінің калибрлі графика құрады, оптикалық тығыздық мәндерін ордината осіне, оларға сәйкес стандартты ерітінділердің аммонийлі азотының концентрация мәндерін мг/дм³ абсцисса осінде орналастырады.

График түзу сызықты болу керек.

IV. Өлшеулерді орындау.

Шамалы сандық бағасы бар сапалы анықтау.

Диаметрі 13-14мм түтікшеге 10 см³ зерттелетін су құяды, сегнет тұзының 50% 0,2-0,3см³ және Несслер реактивінің 0,2см³ қосады.

10 мин соң, ал құрамындағы азоттың мөлшері 0,15мг/дм³ кем сулар үшін 19-20 мин соң, аммоний азотының шамалы мөлшерін кесте бойынша түстің пайда болу жылдамдығы мен қарқындылығына қарай анықтайды:

Қарастырған кездегі түсі		Аммиак азотының концентрациясы, мг/дм ³
Қырынан	Үстінен	
Боялмаған	Боялмаған	0,04 кем
Дәл солай	Аса әлсіз сары	0,08
Аса әлсіз сары	Әлсіз сары	0,2
Өте әлсіз сары	Сарғыш	0,4
Әлсіз сары	Әлсіз сарғыш	0,8
Сары	Қоңыр сары	4,0
Лайлы, айқын сары	Қоңыр, ерітінді лайлы	8,0
Қарқынды қоңыр, ерітінді лайлы	Дәл солай	10,0 артық

Сандық анықтау.

100см³ сыналатын сынамаға (немесе 100см³ бидистилденгенсумен жеткізілген, оның аз көлеміне) Несслер реактивінің 2см³ қосады және қайта араластырады. 1 мин кейін бояла бастайды және 1сағ ішінде тұрақты. Оптикалық қабатының қалыңдығы 30мм кюветада ФЭК-де, көк жарықсүзгішті пайдаланып, оптикалық тығыздықты өлшейді. Анықтаулардың сериясымен қатар бао сынақ жүргізеді (100см³ бидистиллят + 2см³ сегнет тұзы + 2см³ Несслер реактиві).

Бос сынақтың оптикалық тығыздығын судың зерттелетін сынамасының оптикалық тығыздығынан шегереді. Аммоний азотының мөлшерін мг/дм³ калибрлі график бойынша анықтайды.

Өлшеу нәтижелерін өңдеу.

Аммоний азотының (C_x) мөлшерін мг/дм³ мыа формула бойынша есептейді:

$$C_x = \frac{c \cdot 100}{V},$$

мұнда с – калибрлі график бойынша табылған аммоний азотының концентрациясы;

100 – стандартты ерітіндінің көлемі, см³;

V – талдауға алынған су сынамасының көлемі, см³.

Көзбн бақылап, шамалы сандық бағалап, сапалы анықтау кезінде түстің өзгеруі байқалмайды, яғни аммиак азотының концентрациясы 0,04мг/дм³ кем.

Тақырып: Күкірттің мөлшерін анықтау.

Мақсаты: нефелометриялық әдіспен күкірттің мөлшерін анықтау.

Талдаудың нефелометриялық және турбидиметриялық әдістері.

Талдаудың нефелометриялық және турбидиметриялық әдістері жүзгін түрінде болатын, анықталатын компонентті аз еритін күйге көшіруден тұрады және шашылған жарықтың қарқындылығын немесе осы суспензиямен жарық ағынының әлсіреуін өлшейді.

Егер заттың мөлшерін шашылған жарықтың қарқындылығы бойынша анықтаса, мұндай әдісті нефелометриялық деп атайды. Суспензиямен жарық ағынын әлсірету бойынша заттың мөлшерін анықтау әдісі турбидиметриялық деп аталады.

Нефелометриялық және турбидиметриялық әдіс жағдайында жарық ағынының қарқындылығы өзгереді, бірақ жарық ағынының спектрлік сипаттамасы тұрақты болып қалады.

Талдаудың нефелометриялық және турбидиметриялық әдістерінде тұндыру реакцияларын пайдаланады. Осы әдістерде қолданылатын реакцияларға қойылатын талаптар келесідей: реакцияф өнімі айтарлықтай ерімейтін болу керек, реакция өнімі тұнба түрінде емес, жүзгін (суспензия) түрінде болу керек.

Рэлей заңына сәйкес, шашыраңқы жарық ағынының қарқындылығы көптеген факторларға тәуелді:

$$\frac{I_s}{I_o} = \frac{n_1^2 - n^2}{n^2} \cdot \frac{NV^2}{\lambda^4 r^2} (1 + \cos^2 \beta),$$

мұнда I_s – шашыраңқы жарық ағынының қарқындылығы;

I_o – бастапқы жарық ағынының қарқындылығы;

n₁ – бөлшектердің сыну коэффициенті;

n – ортаның сыну коэффициенті;

N – берілген көлемдегі бөлшектердің саны;

V – жарықты шашырататын, шартәрізді бөлшектің көлемі;

r – бақылаушыға дейінгі қашықтық.

Жарықты шашырататын бөлшектердің көлемі үлкен маңызға ие. Сондықтан зерттелетін және стандартты жүзгіндерді дайындаудың жағдайлары бірдей болу керек.

Шашылған жарықтың қарқындылығын өлшеу үшін арнайы аспаптарды – нефелометрлерді пайдаланады.

Талдаудың нефелометриялық және турбидиметриялық әдістерінің көмегімен аз еритін қоспалар түзетін көптеген иондардың аз мөлшерін анықтауға болады.

Келтірілген формуладан көріп отырғанымыздай, бөлшектердің саны мен олардың көлемі жарықтың шашырауына бірдей әсер етпейді. Бірақ стандартты және зерттелетін ерітінділерде бірдей мөлшерлі бөлшектердің болуына қол жеткізу қиын. Сонымен қатар, бөлшектер бетінің формасы ықпал етеді. Осылайша, жаңғыртылатын нәтижелерді алу қиындайды. Сондықтан қазіргі уақытта нефелометриялық әдіске сирек кезде жүгінеді.

Күкірттің мөлшерін анықтау.

1. Өлшеулерді жүргізуге дайындық.

Ерітінділерді дайындау.

1) Тұндырушы ерітіндіні дайындау.

0,1г аспайтын қателікпен өлшенген 20г $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ сыйымдылығы 1000см^3 термотөзімді шыныдан жасалған стақанға салады, шамамен 800см^3 тазартылған су және концентрациясы 1моль/дм^3 HCl 60см^3 құяды. Стақанды қайнап жатқан суға қояды. Ыстық ерітіндіге 0,1г аспайтын қателікпен өлшенген және тазартылған судың шағын мөлшерінде алдын ала ерітілген, 5г еритін крахмалды қосады. Мөлдір ерітінді пайда болғанға дейін, үздіксіз араластырып, ыстық суда қоспаны қыздырады. Одан соң ерітіндіні салқындатады, сыйымдылығы 1000см^3 өлшеуіш шыны сауытқа көшіреді, тазартылған сумен ерітіндінің көлемін белгіге дейін жеткізеді және мұқият араластырады.

Ерітіндіні тығыны бар сауытта тоңазытқышта бір аптадан асырмай сақтайды. Қолданар алдында ерітіндіні қағаз сүзгіш арқылы сүзеді.

2) Массалық концентрациясы $0,1\text{мг/см}^3$ күкірт ерітіндісін дайындау.

$100-105^\circ\text{C}$ t –да тұрақты массаға дейін кептірілген, күкіртқышқылды натрийдің $0,443\text{г}$ $0,001\text{г}$ аспайтын қателікпен өлшейді, сыйымдылығы 1000см^3 өлшеуіш шыны сауытқа салады, концентрациясы 1моль/дм^3 KCl ерітіндісінде ерітеді, ерітіндінің көлемін белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады.

Ерітіндіні тығыны бар банкада тоңазытқышта 3 айдан асырмай сақтайды.

3) Салыстырма ерітінділерін дайындау.

Сыйымдылығы 250см^3 өлшеуіш шыны сауыттарға 2 тармақ бойынша дайындалған, кестеде көрсетілген ерітінді көлемдерін орналастырады. Концентрациясы 1моль/дм^3 KCl ерітіндісімен белгіге дейін ерітінділердің көлемін жеткізеді және мұқият араластырады.

Ерітінділерді тығындары бар сауыттарда 1 айдан асырмай сақтайды.

Ерітіндінің сипаттамасы	Салыстырма ерітіндісінің нөмірі							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Тармақ бойынша дайындалған ерітіндінің көлемі, 2см^3	0	2	4	8	16	20	22	24
Салыстырма ерітіндісіндегі күкірт концентрациясы, мг/дм^3	0	0,8	1,6	3,2	4,8	6,4	8,0	9,6

Салыстырма ерітінділерді талдауды жүргізетін күні КФК градустеу үшін қолданады.

III. Талдауды жүргізу.

1. Күкіртті анықтау.

15см^3 бойынша түтікшелерге сүзгіш ерітінділерін және салыстырма ерітінділерін іріктейді. Сынамаларға 15см^3 бойынша тұндырушы ерітінді құяды және мұқият араластырады. Тұндырушы ерітіндіні қосқаннан кейін 10 мин ерте емес, $\lambda = 520\text{нм}$ кезінде және $500-540\text{нм}$ аралығында өткізгіштіктің максимумы бар жарықсүзгішті, 5см кюветаларды пайдаланып, жүзгіндерді №1 ерітіндіге қатысты фотометрлейді. КФК кюветасына орналастырмас бұрын, жүзгінді араластыру қажет, жүзгін 7 сағат бойы оптикалық тұрақты.

Талданатын тартпалардың, салыстырма ерітінділерінің және тұндырушы ерітіндінің сынамаларының көлемдері мөлшерлеу кезінде 1% асырмай пропорционалды өзгертілуі мүмкін.

КФК кюветаларын және түтікшелерді жұмыстан кейін жуғыш ерітіндіге 1сағ салады.

IV. Нәтижелерді өңдеу.

Салыстырма ерітінділерін фотометрлеу нәтижелері бойынша градустық графикті құрады. Абсцисса осі бойынша салыстырма ерітінділердегі S концентрацияларын, ордината осі бойынша оларға сәйкес келетін КФК көрсеткіштерін салады.

Талданатын ерітіндідегі күкірттің үлес салмағын тікелей градустық график бойынша анықтайды және одан бос сынақтың нәтижесін шегереді.

Егер талдаудың нәтижесі градустық графиктің шегінен асса, сүзгішті алдын ала 1 моль/дм³ концентрациялы KCl ерітіндісімен сұйылтып, анықтауды қайталайды. График бойынша табылған нәтижені, сүзгіш неше есе сұйылтылса, сонша есе арттырады.

Күкіртті бірлік анықтаудың мәнін талдаудың нәтижесі деп қабылдайды. Талдау нәтижелерін бірінші ондық белгіге дейін жинақтап, миллиондық үлестермен алады.

Тақырып: Потенциометрия әдісімен талдау. Аппаратура құрылысымен танысу. Потенциометриялық әдіспен рН анықтау.

Потенциометриялық талдау.

Потенциометриялық талдау – бұл талданатын ерітіндіге салынған электрод потенциалының өзгеруіне немесе, басқаша айтқанда, гальвани элементінің электрқозғаушы күші (ЭҚК) бойынша ион концентрациясын анықтауға негізделген, талдаудың электрохимиялық әдістерінің бірі.

Гальвани элементі екі электродтан тұрады, ал оның ЭҚК осы электродтар потенциалдарының айырмасын құрайды. Потенциометриялық талдау үшін, индикаторлық электрод пен салыстырма электродтан тұратын, гальвани элементтерін қолданады. Біріншісінің потенциалы ерітіндідегі анықталатын ионның концентрациясына тәуелді, ал екіншісінің потенциалы осы ионның концентрациясына сезімтал емес. Сондықтан гальвани элементінің ЭҚК ерітіндідегі анықталатын (потенциаланытаушы) ионның концентрациясына ғана тәуелді.

Потенциометриялық талдауда тура потенциалометрия әдісі мен потенциалометриялық титрлеу әдісін ажыратады.

Тура потенциалометрия ерітіндідегі потенциаланытаушы ионның концентрациясын (немесе белсенділігін) анықтау мүмкін болатын, электродты потенциалдың (дәлірек айтсақ, гальвани элементінің ЭҚК) өлшеуді көздейді. Концентрациясы белгілі ерітінділерді пайдаланып, алдын ала электродты калибрлейді (баптайды), яғни тәжірибелік жолмен оның потенциалының потенциаланытаушы ионның концентрациясына тәуелділігін анықтайды.

Тура потенциалометрия сутегі иондарының концентрациясын немесе ерітінділердің рН анықтау үшін қолданылады. Бір түрдің иондарын ғана өткізетін, ионсұрыптағыш мембраналардың пайда болуы басқа иондарды потенциалометриялық анықтау әдістерін құруға әкелді. Мысалы, Na⁺, K⁺, NH₄⁺ катиондары, сонымен қатар арнайы ионометрлердің көмегімен хлорид, бромид, нитрат-аниондары.

Ионсұрыптағыш электродтар бірнеше моль-л - 10⁻⁶ моль/л дейінгі аралықта иондардың концентрациясын өлшеуге мүмкіндік береді. Сонымен қатар анықтауға қажетті ерітінді небәрі 0,05-0,1 мл құрайды.

Анықтаған кезде талданатын ерітінді концентрациясының өзгермеуі, сұйылтылған ерітінділердің шағын көлемдерімен жұмыс жасау мүмкіндігі, анықтаулардың жылдам автоматтануы тура потенциалометрияның артықшылығы болып табылады.

Титрлеу кезінде ион концентрациясының өзгеруіне титрленетін ерітіндіге салынған электродтағы потенциалдың өзгеруі ұласатынына потенциометриялық титрлеу негізделеді. Реакцияның барысын сәйкес келетін салыстырма электродымен қатар индикаторлық электродтың көмегімен бақылайды, олардың арасындағы потенциалдардың айырмасын өлшейді. Эквиваленттілік нүктесіне жақын жерде, потенциалометр белгілейтін, потенциалдың өзгеруі байқалады. Берілген жағдайда электродтың өзі индикатор болып табылады және индикаторлық электрод деп аталады.

Талданатын ерітіндісі бар стақанға сутекті ерітіндіні және электролитті көпірдің бір иінін салады, басқа иінін каломельді (немесе хингидронды) электродпен байланыстырады. Потенциалды

анықтап, титрлеуге кіріседі, бюреткадан әркез титранттың белгілі бір көлемін (0,5-20мл) құяды, араластырады және потенциалдар айырмасын есептейді. Алынған нәтижелерді графикалық түрде бейнелейді: абсцисса осінде миллилитрлік титрант көлемін салады, ал ордината осінде рН немесе потенциал мәндерін салады. Қисықтағы иілу нүктесі титрлеу эквиваленттілігінің нүктесіне сәйкес келеді: потенциометриялық титрлеудің қисықтары қышқылды-негіздік титрлеудің қисықтарына сәйкес келеді.

Тура потенциометрия лайлы және боялған ерітінділерді анықтау үшін агрохимиялық және топырақ зертханаларында кең қолданылады.

Қолданылатын аппаратура, электродтар.

Жеке электродтың потенциалын өлшеу мүмкін емес, сондықтан электродты потенциалды есептеу үшін гальвани элементін қолданады, яғни екі электродтан тұратын жүйені пайдаланады. Олардың бірі, салыстырма электрод, оның потенциалы тұрақты, алын ала белгілі және ерітіндінің құрамына тәуелді емес. Қаныққан хлоркүміс электроды басқа салыстырма электродтарынан жиі қолданылады.

Гальвани элементінің екінші электродын индикаторлық электрод деп атайды. Анықталатын ионның концентрациясына тәуелді потенциал салыстырма электродына қатысты өлшенеді. Индикаторлық электродқа арналған материал, ерітіндідегі концентрациясын анықтау көзделетін, иондардың табиғатына тәуелді. Тура потенциометрияда иондардың әр түрі үшін индикаторлық электродты таңдайды.

Индикаторлық электрод ретінде әдетте шыны электродты пайдаланады.

Салыстырманың қаныққан хлоркүміс электроды – бұл күмістің жұқа қабатымен қапталған және калий мен күміс хлоридтерінің қаныққан ерітіндісіне салынған, металл күміс.

Шыны индикаторлық электрод ұшында арнайы шыныдан жасалған жұқа қабырғалы кішкене шар бар түтік болып табылады. Осы кішкене шардың ішінде буферлік ерітінді және оған салынған металл түйісу болады. Шыны индикаторлық электродтың кішкене шарын талданатын ерітіндіге салады.

ЭВ-74 амбебап ионөлшегіш.

ЭВ-74 ионөлшегіште жұмыс жасау операциялардың белгілі бір бірізділігін талап етеді. Датчиктің ұшындағы штекерді аспаптың артқы қабырғасындағы «Изм» ұяшығына қосады, салыстырудың қосымша электродын қаныққан КСІ ерітіндісімен толтырады. Аспапты желіге қосып, 50-60 мин қыздырады және гальванометрдің нөлін түзетеді.

Одан соң ионөлшегішті буферлік ерітінділер бойынша баптайды. Құрғақ стаканға рН 1,68 буферлік ерітіндіні құяды, оған электродтарды салады, температуралық түзеткішті ерітіндінің температурасына сәйкес келетін белгіге қарсы орналастырады. Содан соң потенциометрдің баптау сабын орташа қалыпқа келтіреді, «тербелу шегі» айырып-қосқышты «Еи» потенциометрімен «-1-19рН» қалпына көшіреді және гальванометрдің тілін 1,68рН қалпына өрескел түрде түзетеді; бұл нүктеге «Еи» потенциометрімен тілді бір қалыпты келтіреді.

Электродтарды сумен шайып және сүзгіш қағазбен құрғатып, оларды рН 4,58 буферлік ерітіндіге салады, диапазон кнопкасын 4-9рН қалпына айырып, қосады және рН түзетеді.

Дәл осылай рН 6,88 (4-9рН диапазонында) және рН 9,22 (8-11 рН диапазонында) стандартты буферлік ерітінділердің рН тексереді. Егер барлық диапазондарды тексерген кезде рН айытқуы 0,05 аспаса, баптауды аяқтайды. Содан соң зерттелетін ерітіндінің рН өлшеуге болады.

Шыны электродты құрғаудан қорғайды, өйткені бұл оның сипаттамаларын өзгертуі мүмкін: жұмыс аяқталған соң оны суға салады.

Қосымша электродты қаныққан КСІ ерітіндісімен толтырады және мерзімді түрде ерітіндіні толықтырып отырады.

ЭВ-74 ионөлшегіште ерітіндінің рН анықтау.

Өлшеудің алдында ионөлшегіштің айырып-қосқыштарын «t» және «-1-19» қалпына қойыңыз. Ионөлшегішті желіге қосыңыз және оны 30 мин қыздырыңыз.

Электродтары бар стақанды сәл көтеріңіз, бағананы жылжытыңыз, электродтарды жуғыштан тазартылған сумен жуыңыз. Электродтардағы судың қалдықтарын сүзгіш қағаздың бөлшектерімен алыңыз.

Анықтау барысы

Сыналатын ерітіндіні ионөлшегіштің стақанына (көлемінің жартысына дейін) құйыңыз және оған электродтарды салыңыз.

Одан соң кезекпен аспаптың «Катиондар, аниондар», «рХ», «-1-19» кнопокларын басыңыз.

Көрсететін аспаптың «-1-19» шкаласындағы тілдің жағдайын байқаңыз және сәйкес диапазон кнопкасын басыңыз. Егер «-1-19» шкаласы бойынша көрсеткіш 8-9 цифрларының арасында болса, 4-9 диапазонының кнопкасын басу керек.

«0-5» шкаласы бойынша иономер тілінің көрсеткіштерін жазыңыз және оған таңдалған диапазонның бастапқы цифрын қосыңыз. Сыналатын ерітіндінің рН шамасын анықтау осымен аяқталды.

Келесі анықтауға дейін электродтарды тазартылған суда қалдырыңыз. Ионөлшегішті желіден сөндіріңіз.

Топырақ сіріндісінің рН анықтау.

Топырақтың сулы (немесе тұзды) сіріндісін дайындау.

Агрохимиялық және топырақ зертханаларында топырақтың сулы сіріндісінің рН да, калий хлоридінің 1М ерітіндісіндегі сіріндінің рН да (өзекті және алмасу қышқылдығы) анықтайды. Бірақ топырақтың сулы сіріндісінің рН – вегетациялық кезеңде өзгертін, тұрақсыз шама. Сондықтан көбінесе топырақтың тұзды сіріндісінің (KCl сіріндісінің) рН анықтайды. Оның мәні әдетте сол топырақтың сулы сіріндісінен төмен. Топырақтың тұзды сіріндісінің рН бойынша әктеудің дәрежесі, қышқылдылығы мен қажеттілігі туралы тұжырым жасайды.

рН 3-4 болғанда, топырақ аса қышқыл, 4-5 қышқыл, 5-6 шамалы қышқыл, 7 – бейтарап, 7-8 шамалы сілтілі, 8-9 сілтілі, 9-11 аса сілтілі деп есептейді. Тұзды сіріндісінің рН 4,5 топырақтар әктеуді қажет етеді.

Дымқыл (құрғатылмаған) ауаның орташа сынамасынан 20г ілмесін алыңыз, теххимиялық таразыда фарфор сауытта өлшеңіз. Сыйымдылығы 100-150мл шыны сауытқа көшіріңіз, 50мл тазартылған су (немесе KCl ерітіндісінің 0,1М) қосыңыз, шыны сауыттың құрамын араластырыңыз, тығынмен жабыңыз және 18-24 сағатқа (келесі сабаққа дейін) қалдырыңыз. Бұдан соң тұнбаны шайқамай, абайлап, рН анықтау үшін мөлдір, түссіз сіріндінің 20 мл стақанға тамызғышпен жинаңыз.

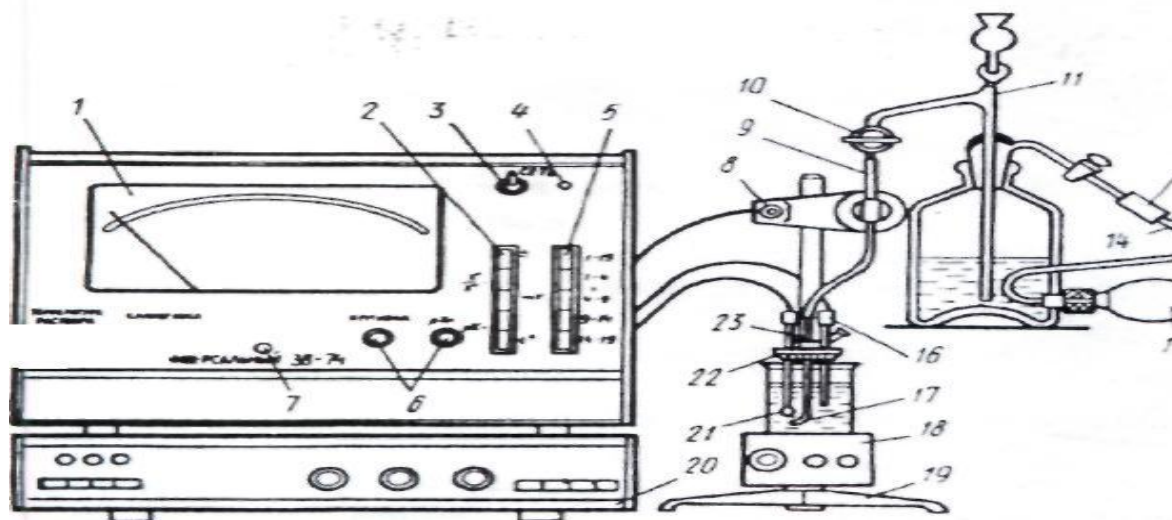
Анықтау барысы: топырақ сіріндісінің рН жоғарыда сипатталғанға ұқсас; индикаторлық шыны электродты және салыстырудың хлоркүміс электродын пайдаланады.

65 сурет. Индикаторлық шыны электродтың құрылысы:

1 – ионсұрыптағыш шыныдан жасалған кішкене шар; 2 – HCl ерітіндісінің 0,1М; 3 – хлорланған күміс сым; 4 – шыны түтік; 5 - өлшегіш электродтың шығыс түйісуі.

66 сурет. Салыстрыманың хлоркүміс электродының құрылысы:

1,2 – асбес жіп; 3 – шыны корпус; 4 – калий хлоридінің қаныққан ерітіндісі; 5 – KCl ерітіндісінің құюға арналған саңылау; 6 – резеңке тығын; 7 – хлорланған күміс сым; 8 – салыстыру электродының шығыс түйісуі.



68 сурет. ЭВ-74 әмбебап ионөлшегіш:

1 – рН-милливольтметр; 2 – жұмыс түрін таңдау кнопкасы; 3 – желіні сөндіргіш; 4 – іске қосу индикациясының кішкене тесігі; 5 - өлшеу диапазонын таңдау кнопкасы; 6 – аспапты оперативті басқару саптары; 7 – нөлдің түзеткіші; 8 – электромагнитті клапан; 9 – диаметрі 2мм резеңке түтік; 10 – біржүрісті кран; 11 – микробюретка; 12 – диаметрі 4,5мм резеңке түтік; 13 – қысқыш; 14 – үш айыр; 15 – груша; 16 – қосымша электрод; 17 – мөлшерлеу түтігі; 18 – араластырғыш; 19 – штатив; 20 – автоматты титрлеу блогы; 21 - өлшеуіш

Тақырып: Талдаудың хроматографиялық әдістері.
Сандық талдаудағы ионалмасушы хроматография.

Талдаудың хроматографиялық әдісі (М.С. Цвет, 1903г.) – қасиеттері бойынша ұқсас заттардан тұратын, күрделі қоспаларды, бастапқы қасиеттерін өзгеріссіз сақтайтын, құрамдас бөліктерге бөлу әдісі.

Хроматографиялық әдіс – дианмикалық жағдайларда сорбциялық үрдістерді пайдалануға негізделген, газдардың, булардың, сұйықтықтардың немесе еріген заттардың күрделі қоспаларының компоненттерін ажыратудың физикалық-химиялық әдісі. Қарапайым күйде бұл жағдайлар еріген заттардан тұратын, ерітіндінің сорбент қабаты бар бағана арқылы өтуі кезінде жүзеге асырылады. Қоспа компоненттерінің түрлі сорбциялылығы салдарынан сорбцияны, десорбцияны және басқа үрдістерді көп рет қайталау есебінен бағананың ұзындығы бойынша бөлінуі жүзеге асады.

Хроматографиялық бөлінудің негізінде берілген сорбентке қатысты қоспа компоненттерінің сорбциялық белсенділігіндегі айырмашылық жатыр.

Сорбция – сұйық немесе қатты сорбенттердің газдарды, буларды немесе еріген заттарды сіңіруі.

Сорбцияның 4 түрін ажыратады:

Абсорбция – қатты немесе сұйық фазаның бүкіл көлемінің газдарды, буларды, еріген заттарды сіңіруі;

Адсорбция – қатты немесе сұйық сорбент бетінің заттарды сіңіруі;

Хемосорбция – химиялық қоспаларды түзіп, сұйық немесе қатты сорбенттердің заттарды сіңіруі;

Қылтүіктік конденсация – заттардың буларын сіңіру кезінде қатты сорбенттің кеуектері мен қылтүіктеріндегі сұйық фазаның түзілуі.

Ионалмасушы хроматографиялық талдаудың теориялық негіздері.

Ионалмасушы хроматография кейбір заттардың құрамындағы иондармен ерітіндідегі иондармен алмасу қабілетіне негізделген. Мұндай заттарды иониттер немесе ионалмасқыштар деп атайды. Мысалы, Al_2O_3 , силикагель, целлюлоза, синтетикалық ВМС – ионалмасушы шайырлар (иониттер).

Ион алмасу қабілеті белсенді топтар бекітілген «тірек» болып табылатын иониттің құрылысымен анықталады. Осылайша, ионитті кері зарядты қозғалмалы ионмен иондық байланысқан, теріс және оң заряды бар поливалентті ион ретінде қарастыруға болады.

Алмасуға қарай K^+ немесе Am^+ иониттер белсенді топтары қышқыл топтар ($-SO_3H$, $-COOH$) болып табылатын *катиониттер*; белсенді топтары негіздік топтар ($-NH_2$, $=NH$) болып табылатын *аниониттер*; қышқылдық және негіздік топтары болуы мүмкін, амфолиттер болып бөлінеді.

Сандық талдаудағы ионалмасушы хроматография.

Ионалмасушы хроматография сандық талдаудың дербес әдісі болып табылмайды. Оны тек қосымша әдіс, яғни заттарды сандық анықтаудың алдындағы, оларды бөлу мен ажырату әдісі ретінде қолданады. Ионалмасушы хроматографияны түрлі мақсаттарда қолданады.

1. Электролит ерітінділердегі тұздардың концентрациясын анықтау.
2. Қоспалардан иондардың бірін (немесе иондар тобын) шығару жолымен иондарды ажырату.
3. Қатты сұйылтылған ерітінділерден заттарды қойырту.
4. Бағанада тотықтыру және тотықсыздандыру үрдістерін жүргізу.
5. Талдауды орындауға кедергі келтіретін иондарды ерітіндіден алу.

Хроматографиядағы анықтау техникасы.

Сандық талдауда ионалмасушы хроматографияда диаметрі 12мм биіктігі 300мм шыны бағаналарды қолданады. Әдетте иондарды ажырату үшін, 0,25-0,20мм дән мөлшеріндегі иониттің 10г алады. Адсорбциялық бағаналар әр түрлі болуы мүмкін:

Сурет. Адсорбциялық бағаналар.

Иониттерді тәжірибеде қолданғанда соңғыларын алдын ала бөгде қоспалардан тазартады және сәйкес иондық формаға көшіреді.

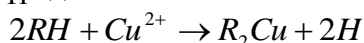
Иониттерден $Fe(III)$ қоспаларын алып тастау үшін, бағанадан ағатын ерітінді иондардан таза болмайынша ($K_4[Fe(CN)_6]$ сынамасы), сорбенттерді HCl ерітінділерімен шаяды. Иониттен органикалық заттарды алып тастау үшін, сорбциялық тепе-теңдікті орнатқанға дейін, бағанаға 10% $NaOH$ құяды. Бұдан соң бағананы тазартылған сумен жуады. Катиониттің регенариясын 1 М HCl ерітіндісімен жүргізеді. Бағанадан шығатын ерітіндідегі қышқылдың концентрациясы бастапқы ерітіндінің концентрациясына тең болғаннан кейін ғана, регенерацияны аяқтайды.

H^- – формадағы аниониттерді алу үшін, бастапқы ерітінді мен ағатын сүзгіштің концентрациясын теңестіргенге дейін, 200-250 мл 2М HCl ерітіндісін бағана арқылы өткізеді. Содан соң аниониттегі қышқылдың артығын тазартылған сумен немесес спиртпен шаяды.

Мыс сульфаты ерітіндісіндені мысты анықтау.

Мыс сульфаты ерітіндісінде мысты анықтау үшін, катиониттің сутегі катионын мыс катионына алмастыру қасиетін пайдаланады.

Мыс сульфаты ерітіндісін H^- -формадағы катионит арқылы өткізеді, онда мына теңдеу бойынша катиониттердің алмасуы жүреді.



H^- -формасында КУ-2 катиониттерімен толтырылған хроматографиялық бағананы тазартылған сумен 2-3 рет шаяды. Мыс сульфатының ерітіндісі бар өлшеуіш шыны сауытты белгіге дейін тазартылған сумен толтырады және мұқият араластырады. Тамызғышпен мыс сульфатының зерттелетін ерітіндісін хроматографиялық бағанаға көшіреді. Бағанадан өткен ерітіндіні конустық шыны сауытқа жинайды. Мыс сульфаты КУ-2 катиониті арқылы өткен кезде Cu^{2+} иондары H^+ иондарына ауысады. Бағананы тазартылған сумен шаяды және метил қызғылт сары индикатормен қышқылдың мөлшерін тексеріп, оны конустық шыны сауытқа жинайды. Су қышқылдан таза болғанда шаюды аяқтайды. Барлық сынамаларды жинайды және 0,01 М $NaOH$ ерітіндісімен титрлейді.

Есептеу.

$$T_{NaOH/Cu} = \frac{C(NaOH)M(1/2Cu)}{1000};$$
$$m_n(Cu) = T(NaOH/Cu)V(NaOH);$$
$$m_{м.к.}(Cu) = m_n(Cu) \frac{V_{м.к.}}{V_n}$$

Үш формуланы біріктіріп, мынаны аламыз:

$$m_{м.к.}(Cu) = \frac{C(NaOH)V(1/2Cu)V(NaOH)V_{м.к.}}{1000 \cdot V_n}$$

мұнда $m_n(Cu)$ – тамызғыш көлеміндегі мыстың массасы;

$m_{м.к.}(Cu)$ - өлшеуші шыны сауыт көлеміндегі мыс массасы;

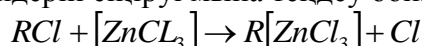
$V(NaOH)$ – конустық шыны сауытта ерітіндіні титрлеуге шығындалған NaOH ерітіндісінің көлемі.

СІ – формадағы анионитте цинк пен никель катиондарын ажырату.

Zn^{2+} және Ni^{2+} катиониттерін ажырату Ni^{2+} катиондарына қарағанда Zn^{2+} катиондарының хлорлы ортада теріс зарядталған хлорлы кешендерді $[ZnCl_3]$ түзу қабілетіне негізделген.

Құрамында Ni^{2+} катиондары және Zn^{2+} хлорлы кешендері бар, ерітіндіні аниониті бар бағана арқылы өткізген кезде соңғылары сіңіріледі, ал Ni^{2+} иондары сүзгіште қалып қояды.

Аниониттің цинктің хлорлы кешендерін сіңіруі мына теңдеу бойынша жүреді



Цинк иондарын тазартылған сумен шайып, аниониттен алып тастайды. Сонда цинктің хлорлы кешені бұзылады және Zn^{2+} катионы сүзгішке өтеді.

Сыйымдылығы 100мл өлшеуіш шыны сауытқа, құрамында Zn^{2+} және Ni^{2+} тұздарының әрбіреуінен 5 ммольден (тұздардың кез келген 0,25М алуға болады) бар, 20мл ерітіндіні құяды, талданатын ерітінді HCl бойынша 2М болатындай, HCl ерітіндісінің 4М қосады және араластырады. Алынған ерітіндінің құрамында Zn^{2+} хлорлы кешенді аниондар мен Ni^{2+} катиондары бар. Тамызғышпен талданатын ерітіндінің 10мл іріктейді және катионит түйірлерінің арасындағы ерітінді бағанда 2 н концентрациялы болу үшін, алдын ала 100 мл 2 н HCl ерітіндісімен шайылған, формадағы АВ-17 жоғары негіздік аниониті 1 г тұратын, бағана арқылы 10мл/мин жылдамдықпен өткізеді. Стақанды 2-3 рет 2 н HCl ерітіндісімен шаяды және алынған ерітіндіні бағанаға құяды.

Аниониттен Ni^{2+} катиондарын алу үшін, 200 мл 2 н HCl ерітіндісінен өткізеді. Бағанадан ағатын сүзгішті және құрамында Ni^{2+} катиондары бар шайғыш суларды сыйымдылығы 250 мл өлшеуіш шыны сауытқа жинайды. Никель катиондарының шайылу толықтығын диметилглиоксимімен реакция бойынша тексереді. Ол үшін бағанадан ағатын сүзгіштің 1 тамшысын алады, 2-3 тамшы аммиак ерітіндісін және 1 тамшы диметилглиоксим ерітіндісін құяды. Ni^{2+} иондары болғанда, никель диметилглиоксиматының ал қызыл тұнбасы түседі. Ni^{2+} иондарының болуын кешендіметриялық әдіспен анықтайды. Ол үшін өлшеуіш шыны сауыттағы ерітіндіні белгіге дейін тазартылған сумен жеткізеді және араластырады. Тамызғышпен 25 мл алынған ерітіндіні конустық шыны сауытқа тасымалдайды, иіс пайда болғанға дейін (HCl бейтараптандыру үшін) аммиактың қойылтылған ерітіндісін қосады, 0,1-0,2г мурексид индикаторын (келіде 0,1г индикаторды 10г NaCl-мен мұқият ұсақтап дайындайды) қосады және ерітіндінің сары түсі қою көк түске өткенге дейін 0,05н ЭДТА ерітіндісімен титрлейді.

Есептеу. Никельдің мөлшерін m_{Ni} (г) мына формула бойынша есептейді

$$m_{Ni} = \frac{C(1/2ЭДТА)V(ЭДТА)M(1/2Ni)V_{м.к.}}{1000V_n}$$

мұнда $C(1/2ЭДТА)$ - ЭДТА молярлық концентрациясы, моль/л;

$V(ЭДТА)$ – титрлеудің түбіне шығындалған ЭДТА ерітіндісінің көлемі;

$1/2$ - эквиваленттік факторы;

M – никельдің молярлы массасы;

$V_{м.к.}$ - өлшеуіш шыны сауыттың сыйымдылығы;

V_n – тамызғыштың сыйымдылығы.

Zn^{2+} иондарын алу үшін анионитті 205мл тазартылған сумен шаяды. Бағанадан ағатын ерітіндіні сыйымдылығы 250 мл өлшеуіш шыны сауытқа жинайды. Аниониттен Zn^{2+} иондарын алудың толықтығын $K_4[Fe(CN)_6]$ реакциясымен тексереді. Алынған ерітіндідегі Zn^{2+} иондарының мөлшерін кешендіметриялық әдіспен анықтайды. Конустық шыны сауытқа 25 мл ерітіндіні іріктейді, 25 мл аммиакты буферлі ерітіндіні, 0,01-0,05 г Т эриохромды қара индикаторын қосады және қызыл шарап тәрізді түстің көк түске өтуіне дейін 0,05н ЭДТА ерітіндісімен титрлейді. Ерітіндідегі цинктің мөлшерін есептейд.

Ерітіндідегі нитраттың мөлшерін анықтау.

Тұздардың концентрациясын ионалмастырып анықтау Н-катионитінің бағанасы арқылы талданатын ерітіндіні өткізуге негізделеді, одан соң сумен шаяды және сілті ерітіндісінің қышқыл сүзгішімен титрлейді.

Басқа әдістермен мөлшерін анықтау қиынға соғатын, аниондарды техникалық өнімдерде анықтау үшін мұны қолданған дұрыс. Мысалы, техникалық селитраларда нитраттарды ионалмастырып анықтау ұсынылады.

Нитрат ерітіндісін Н-катионының бағанасы арқылы өткізген кезде металл иондары сутегі иондарының эквивалентті санына алмасады, мысалы



катиониттеуден кейін сүзгіштегі HNO_3 мөлшері нитрат мөлшеріне эквивалентті. Сондықтан, ерітіндіні сілтімен титрлеп алып, ондағы HNO_3 мөлшерін, ендеше қандай да бір металл нитратының мөлшерін есептеуге болады.

Анықтау барысы. Сыйымдылығы 100мл өлшеуіш шыны сауытқа $NaNO_3$, KNO_3 , NH_4NO_3 , $Ca(NO_3)_2$ ерітіндісінің біразын құйыңыз. Шыны сауыттағы ерітіндінің көлемін белгіге дейін жеткізіңіз және мұқият араластырыңыз.

Тамызғышпен 20 мл ерітіндіні алыңыз және Н-катионының бағанасы арқылы (КУ-2, КУ-1 немесе СБС) өткізіңіз; шайыр қабатының биіктігі 10см, бағананың ішкі диаметрі – 1 см. Шүмектің көмегімен ерітіндіні шамамен 1 мин 2 мл жылдамдықпен сүзуді сақтау. Одан соң негізгі сүзгішке шайғыш суларды қосып, 10 мл бойынша суды мөлшерлеп бағананы 3 рет шайыңыз.

Катионит арқылы өткізгеннен алынған азотқышқылды ерітіндіні метил қызғылт сарыны (немесе метил қызылды) қосып, 0,1 н NaOH ерітіндісімен титрлеңіз.

Бастапқы ерітіндінің 100 мл нитраттың ($NaNO_3$, $Ca(NO_3)_2$, NH_4NO_3) миллиграммының мөлшерін мына формула бойынша есептеңіз

$$Q = NЭV5$$

мұнда N – NaOH қалыптылығы;

Э - $NaNO_3$, KNO_3 , NH_4NO_3 немесе $Ca(NO_3)_2$ миллиграм-эквиваленті;

V – нитраттың бастапқы ерітіндісінің 1/5 бөлігін катиониттеуден кейін сүзгішті титрлеуге шығындалған NaOH көлемі;

5 – бастапқы ерітіндінің бүкіл көлемін қайта есептеу коэффициенті.

Анықтауды 2-3 рет қайталаңыз және 100мл ерітіндідегі нитраттың орташа мөлшерін есептеңіз.

Әрбір тұтынудан кейін бағананы регенерациялау керек, яғни катионитті Н-формаға қайта келтіру керек. Ол үшін одан 40мл 4 н HCl өткізіңіз және бейтарап реакцияға дейін сумен шайыңыз.

Тақырыбы: Тұздарды хроматографиялық жолмен бөлу.

Мақсаты: Хроматографиялық бөлу әдісін үйрену, мыс, темір, кобальт иондарын бөле бөлу.

Құрал-жабдықтар: хроматографиялық бағаналар, фильтр қағаздар, $CuSO_4$, $Fe_2(SO_4)_3$, $CoSO_2$, $NiSO_4$, су, $K_4[Fe(CN)_6]$, диаметилглиоксим.

Бақылау сұрақтары:

1. Хроматографиялық талдау әдісінің негізі неде?
2. Хроматография қайда қолданылады?
3. Хроматографияның мәні неде?

4. Талдауда шыны түтікше (бағана) қалай дайындалады?
5. Тұздардың бөлінуі қалай жүреді?
6. Бағандық хроматография қайда қолданылады?

Теориялық бөлім: Талдаудың хроматографиялық әдісі (М.С. Цвет, 1903 жыл) – қасиеттері бойынша ұқсас заттардан тұратын, күрделі қоспаларды, бастапқы қасиеттерін өзгеріссіз сақтайтын, құрамдас бөліктерге бөлу әдісі.

Хроматографиялық әдіс – динамикалық жағдайларда сорбциялық үрдістерді пайдалануға негізделген, газдардың, булардың, сұйықтардың немесе еріген заттардың күрделі қоспаларының компоненттерін анықтаудың физикалық - химиялық әдісі. Хроматографиялық біркелкі адсорбцияланбайтын бөлінетін заттар қолданады. Ерігіш заттардың қоспасын қағазға тамызып, еріткішпен жуады. Алдымен еріткішпен қағазға аз сорылатын компонентті, одан кейін қоспаның басқа компоненттерін жуады. Ақырында, барлық бөлінетін заттар өздерінің сіңірілу дәрежесіне байланысты. Бір-бірімен бөлек орналасады.

Егер ерігіш заттардың өздеріне тән түсі болмаса, хроматограмма өңделеді (өңделу бөлінетін затпен әрекеттесіп, түсті қосылыс түзетін реактивпен жүргізіледі).

Дөңгелек хроматографияда, зерттелетін ерітінді фильтр қағаздан кесілген дөңгелектің ортасына тамызылады. Ал жууға арналған еріткіш «тілше» арқылы жеткізеді.

Жұмыстың барысы:

Адсорбент ретінде алюминий оксиді қолданылады. Тәжірбиені жүргізу үшін ұзындығы 10 см ішкі диаметрі 5 – 6 мм болатын шыны түтікше алынады. Түтіктің бір ұшы фильтр қағазынан жасалған түтікпен жауып, оны 5 см болатындай етіп алюминий оксидімен толтырыңдар. Пробиркаға 5 – 6 тамшы 0,5 н Cu^{2+} , Co^{2+} , Fe^{2+} тұздардың ерітіндісін құйып, оған сорбент толтырған түтікті батырыңдар. Ерітіндінің капиллярлы көтерілуі бойынша алынған иондар алюминий оксидінің түйірлерімен адсорбцияланып, боялған қабат түрінде адсорбент бойында бөлінеді.

Мыс, кобальт, темір иондарының қабаттары қандай түске боялғанын біле отырып, олардың ерітіндіден қандай кезекпен сірілгенін көрсетіңдер.

I Қағаздың хроматография әдісімен катиондарды бөлу

1. Бір стаканға құрамында Fe^{3+} және Cu^{2+} иондары бар зерттелетін ерітіндіні, келесі стаканға биіктігі бірінші стаканнан 1 см жоғары болатындай дистилденген су, үшінші стаканға анықтағыш – сары-қан тұзын $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
 2. Ені 1 см фильтр қағазының жолағына 2 белгі қоямыз. 1-шісін жолақ шетінен 2 см қашықтықта, 2-шісі 4 см қашықтықта белгілейміз.
 3. Фильтр қағазының жолағын зерттелетін ерітіндісі бар стаканға батырып, вертикаль бағытта ыдыс қабырғасына тигізбей, ерітінді қағаз бойымен 1-ші белгіге жеткенше ұстау керек. Одан кейін жолақты суы бар стаканға батырып, сұйық 2-ші белгіге көтерілгенше ұстайды.
 4. Соңынан қағаз жолағын судан алып, анықтағыш бар стаканға батырыңдар.
 5. Түрлі-түсті зоналардың қағаз бетінде пайда болуын бақылау және Fe^{3+} пен Cu^{2+} иондарының хроматограммада орналасуы бойынша қорытынды жасаңыздар.
- Сары қан тұзы $\text{Cu}(\text{II})$ тұздарымен қызыл бура тұнба береді, ал Fe^{3+} тұздарымен қою көк түсті тұнба түзіледі.

II 1) Бірінші стаканға Co^{2+} және Ni^{2+} бар зерттелетін ерітіндіні, 2-ші стаканға су, 3-шіге – диметилглиоксим құямыз.

2) Дөңгелек фильтр қағазының «тілшесін» сулы дақ пайда болғанша тұз ерітінділеріне батырамыз, соңынан суға, соңына – анықтағышқа батырамыз.

3) Қағаз бетінде түсті зоналардың пайда болуын бақылап, хроматограмма бойынша қорытынды жасаңыздар.

Тақырып: Радиометриялық зерттеулер. Аналитикалық әдістер бойынша жазғы тәжірибенің есебін құру.

Радиометриялық талдау.

Радиометрия әдісінің мәні.

Қауіпсіздік техникасының ерекше ережелерін сақтап, әдетте радиометриялық анықтауларды арнайы жабдықталған зертханаларда орындайды. Табиғатта кең таралған изотоптардың радиоактивтілігін өлшеуге негізделген кейбір анықтаулар ерекше жағдайды құрайды.

Мысалы, калийдің барлық табиғи қоспалары үш изотоптан тұрады, олардың ішінде ^{40}K радиоактивті болып табылады; оның жартылай ыдырау кезеңі $1,2 \cdot 10^9$ жыл, ал β -сәулелену энергиясы шамамен 1,4 МэВ.

Табиғи калийде ^{40}K изотопы элементтің жалпы массасының шамамен 0,012% құрайды. Сондықтан калий тұздары шағын, бірақ өлшенетін радиоактивтілікке ие. Табиғи калий тұздарында және күрделі калийлі тыңайтқыштарда калийді радиометриялық анықтау, сонымен қатар басқа заттардағы калийдің қоспаларын анықтау осыған негізделеді.

Сонымен қатар белсенділік (яғни уақыт бірлігінде талданатын препарат жіберетін импульстердің саны) заттағы калийдің концентрациясына жуық пропорционал.

Газды есептегіштерді пайдаланып, Б-2 типтегі қондырғының көмегімен калийді радиометрлі анықтайды.

Газды есептегіштер конструкциясы бойынша түрліше, бірақ әдетте есептегіш, ішінде цилиндр осімен (анод) тартылған сым мен металл цилиндр (катод) бар, шыны баллон болып табылады. Есептегіштің ішкі қуысы қандай да бір газбен (азот, гелий, аргон, неон немесе олардың қоспасы) толтырылған. Әдетте β және α -сәулеленулерді тіркеу үшін қолданылатын газды есептегіштердің сырт пішіні 1 суретте көрсетілген, ал қорғаушы қорғасын қораптағы есептегіш 2 суретте берілген.

Аналитикалық әдістер бойынша жазғы практикум бойынша есепке қойылатын сұрақтар.

1. Аналитикалық әдістер бойынша тәжірибенің барысында талдау қандай әдістерін меңгердіңіздер.
2. Тәжірибенің барысында талдауды жүргізудің қандай әдістемелерімен таныстыңыз?
3. Тәжірибе барысында қандай аспаптарды, жабдықтарды, ыдысты қолдандыңыз?
4. Талдаудың негізгі операцияларын, қолданылатын аспаптарды, жабдықтарды көрсетіп, әр зертханалық жұмыс бойынша қорытынды жасаңыз

Әдебиеттер:

Негізгі:

- 1 С.А. Шапиро, М.А Шапиро. Аналитикалық химия. М.: «ВШ», 1979.
- 2 Н. Л. Гурвич. Химиялық талдау. М.: «Химия», 1988.
- 3 К.М. Ольшанова, С.К. Пискарева, К.М. Барашков Аналитикалық химия. М.: «ВШ», 1994.
- 4 И.М.Коренман. Сандық химиялық талдаудың әдістері бойынша анықтамалық. М.: «Химия», 1989.
- 5 Н.В.Шестакова. «Химиялық талдау бойынша» оқу тәжірибесін жүргізу бойынша әдістемелік құрал. М., Лаборатория по СПО, 1992.
- 6 В.И.Посыпайко, Н.А.Козырева, Ю.П.Логачева. Талдаудың химиялық әдістері. М.: «ВШ», 1989.
- 7 В.Б.Алесковский, К.Б.Яцимирский. Талдаудың физикалық-химиялық әдістері. Тәжірибелік нұсқаулық. 2-ші басылым. Л.: «Химия», 1971.

Қосымша:

- 1 А.А. Ярославцев. Аналитикалық химия бойынша есептер мен жаттығулардың жинағы. М.: «Химия», 1987.
- 2 К.И. Евстратова, Н.А. Купина. Е.Е. Малахова «Физикалық және коллоидтық химия» М. «Химия» 1983
- 3 А.К.Бабко, А.Т.Пилипенко, И.В.Пятницкий, О.П.Рябушко. Талдаудың физикалық-химиялық әдістері. М.: «ВШ», 1968Г.

