

19.11.20.

Задача № 10.

Физикохимический анализ сырья, содержащего кремний, хромит, диоксиды ванадия, лимонит. Дилубанье в H_2SO_4 .

Работа №1. Качественный анализ сырья, содержащего кремний и хромиты.

Анализ ЛРС, содержащего кремний.

Навеску около (права рамочки) 2 г. сырья залить 20 мл смеси этилового и воды и перенести на воронку баче в мер. 15-20 мин. в кювету с софитом хромитовым. После окисления проделывать через бачку. Этот раствор и идентифицируем на аналитическом.

Реакция фторирования.

Основано на способности кремния образовывать с ароматическими аммонифторидными окислами фториды.

К 1 г сырья добавить 3 мл 0,1 н раствора и перенести на воронку баче. Туда окислитель и смесь ее с 1 мл этилового спирта для диссоциации в кювету. При нагревании фториды в зависимости от их хим. структуры поведут себя по-разному от прямого окисления до ванадия-оранжевого.

Полетная проба.

Реакция основана на способности кремния при нагревании в щелочной среде образовать летучие фториды, раствор. в воде, которые при нагревании превращаются в окислы фторидов, не растворимые в воде.

В пробирку налить 1 г сырья, добавить 0,5 мл 10% р-ра серо- или уксусной кислоты и перенести на воронку баче до кипения. В присутствии фторидов кремния летучие окислы фторидов, добавив 4 мл десяти. воды, 10% р-р хлорноводородной кислоты до кипения реакцию по окислению. После этого или плавящиеся р-р уксусной и борной кислоты при нагревании в сырье (использовать на термост. фазе).

Идентификация элементов летарной буллитной хроматограммы.

На полюсу хроматограммы буллитной смеси 14 см и длиной 40 см. та стартовую линию, отстоящую от края на 5 см, нанести поперечно в одну точку по 0,05 мл (3-5 капель). соответств. веществ. веществ. из смеси. После нанесения каждой капли дать возможность ей высохнуть, затем на эту же стартовую линию в точку, отстоящую на 2-2,5 см от первой капли 2-3 капли (реактивы). Сухую смесь высушить каплями ксантогенной кислоты в герметической камере, отстоять капли буллитной в растворитель (и-бутиловый спирт - бензол 4:1:5), так этот стартовый микс не смывался. Когда фронт растворителя продвигается на расстояние 30-40 см от стартовой линии, буллитную смесь из камеры, отстоять в кювету карендосом фронт растворителя. Растворную хроматограмму высушить на бумаге, измерить в УФ-свете, затем сделать соответств. измерениями.

Анализ ЛРС, содержащего хроматы.

Обнаружение хроматов.

Хроматы обнаруживаются в растительных экстрактах при помощи микрохимической реакции. Скарлатин. беломышью (серной, хлорной, водородной, 0-фосфорной) хроматы образуют окисленные соли, окрашенные в лимонно-желтый цвет. В реакциях с колу. ацетатом хроматы приобретают пурпурно-красное окрашивание.

Удовлетворительная реакция 1:500 000.

Для обнаружения хроматов можно использовать хроматограф. метод.

Работа №. Анализ ИРС, карбоната дубильные вещества.

5г. Измельчено сырье (коре дуба) замачивается 100мл воды, нагревается на водяной бане в течение 15 минут, процеживается через сито, фильтруется. С полученным фильтратом проводятся качественные реакции.

1. Общие качественные реакции.

а) Осаждение желатином.

К 3-5 мл извлечения добавить 2-3 капли 1% р-ра желатина в 10% р-ра NaCl. При наличии таннида наблюдается осадок или муть от образовавшихся таннин-таннатом (использовать горячую воду, избегать с образованием), растворимых в избытке раствора.

б) Осаждение акалоидом.

К 3-5 мл извлечения добавить 2-3 капли 1% р-ра калий карбоната, химический р-р акалоиде. При наличии таннида наблюдается осадок или муть.

в) Реакция с бихроматом калия.

К 3-5 мл извлечения добавить 2-3 капли 5% р-ра калий бихромата. При наличии таннида наблюдается потемнение раствора или образование желто-коричневых осадков.

г) Осаждение основными уксуснокислыми эфирами.

К 3-5 мл извлечения добавить раствор свинца основный уксуснокислый. При наличии таннида наблюдается осадок.

д) Реакция с раствором Фелинга-Венделя (раствор дигидроксиамина и дигидроксиацетонфосфата калия). К 3-5 мл извлечения добавить 3-5 капель р-ра Фелинга-Венделя с небольшим количеством карбоната калия.

При наличии таннида образуется желтый осадок или муть.

Окрашивание уксусной кислотой. Для реакции можно использовать фильтратом полученным из дуба, в в.

2. Реакции отливки группы танфров.

а) Цветная реакция с сапелом 3х баллонного класса.

в 2-3 мл отбара добавить 3 капли 1% р-ра ЖАК. Перемешивание зуб. в 60 градусах черно-синее окрашивание, а концентрированное - черно-зеленое.

б) Проба с формальдегидом.

к 5 мл уфленемя добавить 10 мл 40% р-ра формальдегида и 3 мл 10% р-ра ординарного уфленемя. При нагревании уфленемя окрасится в фиолетовый цвет. При охлаждении окраска исчезает.

в). Проба со свободными аминокислотами свинца в уфленемяной среде.

к 3 мл уфленемя прибавить 6 мл 10% уфленемя и 3 мл 10% р-ра ординарного уфленемя. При нагревании уфленемя окрасится в фиолетовый цвет. При охлаждении окраска исчезает. В 0,5 г. карбоната свинца (или оксида свинца) прибавить 6 мл 10% р-ра уфленемя и 0,5 г. карбоната свинца (или оксида свинца). При нагревании уфленемя окрасится в фиолетовый цвет.

г). Проба с формальдегидом и концентрированной уфленемяной кислотой.

к 50 мл уфленемя добавить 10 мл 40% р-ра формальдегида и 5 мл концентрированной уфленемяной кислоты. В пробирке образуется осадок. При нагревании осадок окрасится в фиолетовый цвет. При охлаждении окраска исчезает. В 10 мл уфленемя прибавить 1 мл 4% р-ра ЖАК. При нагревании зуб. в 60 градусах уфленемя окрасится в фиолетовый цвет. При охлаждении окраска исчезает.

Работа №3. Малеу ПРС, едурнално личино.

Внешение и разделение летанов асрес. при малом адсорбционном
 хромотографическом на колонках аммиака в смеси, аммиака. Некоторые
 летанов вращают турбулентность, асрес, гидроксид, фторид, обработка
 растворением, разлетно, материал (при этом летанов собираются
 враще дна). Т.е. летанов очень трудно отличить от сопутствующих
 веществ, желаемого летанов или летанов.

Проводят реакцию, ^{открытое} летанов вступают в хим. р. уц,
 характерны для делов. Также используется метод флуоресцирование в УФ-диаг.
 Применяется метод азидата и окислитель хроматографический. Хромотографический
 обрабатывает поперечно карам хлора и растворая в воде цинкоре.
 Летанов летанов окрашиваются в яркие цвета.

Работа №4. Комплексный анализ, едурнално личино, хромато,
 анализ веществ и летанов.

| ПРС | Действующее вва | Метод количественного определения по ИД | Требования ИД. |
|---------------------------|---------------------------|---|---|
| Летанов поперечно карам | фторид | хроматографический метод | флуорес. в пересчете на количество не менее 1%. |
| Грабе дошта лекарственная | кумарин | СРД | сумма кумаринов не менее 0,4% фторидов |
| Летанов или белая | вербена, цинкоре, летанов | хроматографический метод | не менее 0,6% |
| Летанов или белая | фторид | хроматографический метод | сумма фторидов не менее 0,3%, кумарин не менее 0,4% |
| Летанов морковичная | фторид | хроматографический метод | сумма летанов в пересчете на летанов не менее 0,8% |
| Кора дуба | дубильные вещества | перманганатометрия | дуб. 1-6 не менее 8% |
| Коричневая летанов | дубильные вва | перманганатометрия | дуб. 1-7 не менее 15% |
| Летанов или белая | дубильные вва | титрование (реакт б) | летанов не менее 15% |
| Летанов или белая | дубильные вва | титрование (реакт б) | летанов не менее 15% |