

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**МЕТОДЫ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО
ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА**

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2020**

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет

Кафедра физической химии

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**
**МЕТОДЫ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО
ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА**

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2020

УДК 543 (073)

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА. Методы качественного и количественного химического анализа: Методические указания к лабораторным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *И.В. Берлинский, Д.С. Луцкий, М.А. Пономарева, Ю.А. Машукова*. СПб, 2020. 54 с.

Изложены правила работы в лаборатории, указания по технике безопасности, методика проведения опытов и обработки результатов эксперимента.

Предназначены для студентов бакалавриата направления 18.03.01 «Химическая технология».

Научный редактор проф. *О.В. Черемисина*

Рецензент доц. *Н.Г. Суходолов* (Санкт-Петербургский государственный университет)

© Санкт-Петербургский
горный университет, 2020

ВВЕДЕНИЕ

Задачей качественного анализа является определение ионного состава анализируемого вещества без определения количественного содержания соответствующих элементов. Эта задача может быть решена с помощью химических, физико-химических, спектральных и других методов. В настоящем методическом указании использован кислотно-основной метод качественного химического анализа. Качественный химический анализ неорганических веществ обычно проводят из их водных растворов. Если анализируемое вещество представлено твердыми образованиями, то предварительно все его компоненты переводят в водный раствор с использованием специальных приемов разложения.

Для усвоения методики кислотно-основного метода систематического анализа и приобретения необходимой лабораторной практики студентам в индивидуальном порядке предлагается выполнение ряда лабораторных работ. Лабораторный практикум делится на две части. В первой части рекомендуется изучить действия групповых реагентов, выполнить качественные реакции отдельных катионов и проделать разделение элементов на аналитические группы и внутри группы.

Во второй части практикума выполняются аналитические задачи. Каждая аналитическая задача выполняется по приведенной схеме анализа и соответствующему ее описанию.

Количественный анализ – совокупность экспериментальных методов, которые позволяют определять в образце анализируемого материала количественное содержание отдельных составных частей или примесей.

Целью количественного анализа является определение количественных соотношений химических соединений, ионов и элементов, входящих в состав исследуемых веществ.

Методы количественного анализа подразделяют на химические и физические. Химические методы анализа основаны на проведении аналитических реакций, количественно протекающих в растворах, расплавах, твердых телах или газах. Они образуют две группы методов: весовой и объёмный анализ.

Выполнение гравиметрического (весового) анализа заключается в точном измерении массы анализируемого компонента в исследуемом веществе.

При титриметрическом (объемном) анализе количественный состав исследуемой пробы определяют путём точного измерения объёма раствора реагента известной концентрации (титранта), взаимодействующего в эквивалентных количествах с определяемым веществом.

Физические методы связаны с изучением спектров и других физических свойств веществ, зависящих от их состава. В данном пособии будут рассмотрены химические методы анализа.

Химические методы количественного анализа часто называют классическими. Это наиболее разработанные методы анализа. Они точны, просты в выполнении, не требуют специальной аппаратуры. Однако их применение связано с трудностями выделения компонентов из сложных смесей и сравнительно невысоким пределом чувствительности, что особенно важно при ограниченном количестве пробы для анализа.

УКАЗАНИЯ ПО ТЕХНИКЕ ПРОВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ И ПРАВИЛА ПОВЕДЕНИЯ В ЛАБОРАТОРИИ

Для выполнения анализа отбирается часть предложенного раствора (около 1/3 пробирки). Другая часть задачи остается в качестве резервной.

Любая химическая реакция осуществляется в пробирке при перемешивании стеклянной палочкой. В редких случаях реакцию проводят непосредственно в фильтровальной воронке с бумажным фильтром. В последнем случае перемешивание должно быть особо осторожным, предупреждающим повреждение бумажного фильтра. При необходимости нагрева реакционной смеси или ее кипячения эти операции проводят в пробирках на песчаной бане с использованием специальных держателей.

Операции фильтрования проводят на бумажных фильтрах марки «синяя лента». Сбор фильтрата осуществляют в пробирку. В отдельных случаях, главным образом, в операциях разделения аналитических групп, требуется промывка осадка, которую проводят на

фильтре основной операции. Промывные воды собирают в отдельную пробирку и не используют.

В операциях разделения отдельных аналитических групп требуется проверка полноты осаждения. Полнота осаждения контролируется путем добавления небольших количеств используемого группового реагента к полученному фильтрату. Если имеет место повторное выпадение осадка, его отфильтровывают на первичном фильтре, содержащем основной осадок, и повторно проверяют полноту осаждения. Операцию повторяют до полного осаждения.

Любая качественная аналитическая реакция является «капельной», т.е. для ее выполнения достаточный объем пробы составляет несколько капель (обычно 2-5).

Во многих случаях при осуществлении реакций требуется контроль рН, который осуществляют с помощью универсального бумажного индикатора. Техника измерения рН предусматривает нанесение капли анализируемого раствора стеклянной палочкой на бумажу-индикатор. Величину рН определяют по цветовой гамме индикатора.

При выполнении лабораторных работ необходимо строго соблюдать следующие правила:

1. Перед занятиями студенту необходимо заранее ознакомиться с ходом проведения опытов по учебному пособию, отчетливо уяснить цели и задач работы, обдумывая каждое действие. Приступать к выполнению опытов можно только после того, как студент сдаст предварительный отчет (название, краткое описание хода опыта, реакции) и пройдет собеседование.

2. Работающий должен знать основные свойства используемых и получаемых веществ, их действие на организм, правила работы с ними и на основе этого принять все меры для безопасности проведения работ.

3. Запрещено проводить опыты в грязной посуде, а также пользоваться для проведения опытов веществами из склянок без этикеток или с неразборчивой надписью.

4. Нельзя выливать избыток реактива из пробирки обратно в реактивную склянку. Сухие соли набирают чистым шпателем или ложечкой.

5. Не следует путать пробки от разных склянок. Чтобы внутренняя сторона пробки оставалась чистой, пробку кладут на стол внешней поверхностью.

6. Нельзя уносить реактивы общего пользования на свое рабочее место.

7. Запрещено засорять раковины и сливы в шкафах песком, бумагой, битой посудой и другими твердыми отходами, что приводит к выходу канализации из строя. Все твердые отходы следует выбрасывать в урну.

8. При выполнении работ бережно расходуйте реактивы, электричество и воду. Нельзя оставлять без надобности включенные электроприборы. По окончании работ нужно немедленно отключить электроприборы.

9. Выполнение лабораторной работы и каждого отдельного опыта требует строгого соблюдения всех указаний, содержащихся в описании работы. Опыт должен исполняться тщательно, аккуратно и без спешки.

10. Студентам категорически запрещается без разрешения преподавателя проводить какие-либо опыты, не относящиеся к данной работе, или изменять порядок проведения опыта. Следует помнить, что каждый, даже кажущийся внешне простым опыт может оказаться при необдуманном выполнении опасным.

11. Если работа не может быть закончена в течение одного занятия, то необходимо заранее обсудить с преподавателем, на каком этапе работа должна быть прервана и когда можно будет ее закончить.

12. Работать в лаборатории разрешается только в рабочем халате из хлопковой или хлопчатобумажной ткани (но не из синтетики!). Рабочий халат должен быть по длине ниже колен и застегиваться спереди. В кармане халата должно быть маленькое чистое сухое полотенце или платок для быстрого удаления попавших на кожу твердых или жидких реагентов.

14. Перед уходом из лаборатории рекомендуется тщательно мыть руки.

НЕКОТОРЫЕ ПРАВИЛА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТ

Результат измерений и анализа выражают числом. Каждое такое число должно содержать только значащие цифры. Значащими являются все достоверно известные цифры числа плюс первая недостоверно известная цифра.

На аналитических весах масса взвешиваемого предмета измеряется с ошибкой $\pm 0,0001$ г. Следовательно, правильно записанное число должно содержать четыре цифры после запятой. Правильно: 7,3210 г; неправильно: 7,321 г.

Объём титранта, измеренный бюреткой, градуированной на 0,1 мл, должен быть выражен числом, содержащим две цифры после запятой. Правильно: 7,32 мл; неправильно: 7,3 мл.

Погрешность определений титриметрическими методами анализа колеблется в десятых долях процента. Следовательно, результат анализа при расчёте должен содержать четыре значащих цифры.

Содержание отчёта

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Краткое описание метода анализа.
4. Результаты экспериментов.
5. Обработка результатов эксперимента.
6. Выводы.

1. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Состав анализируемых растворов ограничен наиболее часто встречающимися элементами, содержащимися в полиметаллических рудах цветных металлов, продуктах их обогащения, соответствующих полупродуктах, отходах производств, сточных и рудничных водах, характерных для предприятий, работающих по профилю специальностей Санкт-Петербургского государственного горного института. Поэтому в настоящем руководстве рассмотрены растворы, которые содержат только следующие катионы: Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+} .

Таблица 1

Классификация катионов по кислотно-основному методу

Группа	Катионы	Групповой реагент	Растворимость соединений
I	Na^+ , K^+ , NH_4^+	Нет	Хлориды, сульфаты и гидроксиды, растворяются в воде
II	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl	Хлориды не растворяются в воде
III	Ca^{2+} , Ba^{2+}	H_2SO_4 + $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	Сульфаты не растворяются в воде.
IV	Al^{3+} , Sn^{2+} , Sn(IV) , As(III) , As(V) , Cr^{3+} , Zn^{2+}	Избыток $\text{NaOH}_{\text{конц}}$; H_2O_2 , 3 %	Гидроксиды не растворяются в воде, но растворяются в избытке щелочи
V	Mg^{2+} , Sb(III) , Sb(V) , Bi^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+}	Избыток $\text{NH}_4\text{OH}_{\text{конц}}$.	Гидроксиды не растворяются в воде, избытке щелочи и аммиака
VI	Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}	Избыток $\text{NH}_4\text{OH}_{\text{конц}}$.	Гидроксиды не растворяются в воде и избытке раствора едкого натра, но растворяются в избытке аммиака

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1. ДЕЙСТВИЕ ГРУППОВЫХ РЕАГЕНТОВ

Цель работы: изучить действие и аналитические реакции групповых реагентов качественного анализа по кислотно-основному методу.

Выполнение работы:

Опыт 1. Групповые реакции II аналитической группы. В одну пробирку отобрать несколько капель соли серебра, во вторую – свинца (II), в третью – ртути (I). К каждой пробирке прилить 1-2 капли соляной кислоты. Наблюдать образование осадков хлоридов металлов.

Опыт 2. Групповые реакции III аналитической группы. В пробирку отобрать несколько капель соли кальция и прилить 1-2 капли серной кислоты. Без добавления ацетона осадок сульфата кальция не образуется. Добавить ацетон, хорошо перемешать – начнется выпадение осадка CaSO_4 . В другую пробирку отобрать несколько капель соли бария, прилить 1-2 капли серной кислоты. Наблюдать образование кристаллического осадка сульфата бария.

Опыт 3. Групповые реакции IV аналитической группы. В три пробирки отобрать соль алюминия, соль цинка и соль хрома соответственно. В каждую пробирку осторожно прибавлять разбавленную щелочь до образования осадка гидроксида металла. Полученные осадки растворить при добавлении нескольких капель концентрированного раствора щелочи.

Опыт 4. Групповые реакции V аналитической группы. В три пробирки налить по 2-3 капли соли железа (III) марганца (II) и магния соответственно. К каждой пробирке добавить несколько капель гидроксида аммония. Наблюдать образование осадков гидроксидов металлов.

Примечание: гидроксид магния осаждают в сильнощелочной среде при $\text{pH} > 11,5$, что требует добавления раствора NaOH .

Опыт 5. Разделение элементов IV и V аналитических групп. В пробирку налить по 2-3 капли солей железа и хрома. Добавить избыток крепкого раствора щелочи и отфильтровать. Наблюдать разделение железа (III) – в осадке – и хрома (III) – в фильтрате, в окрашенном в зеленый цвет растворе.

Опыт 6. Групповые реакции VI аналитической группы. В несколько пробирок налить по несколько капель солей ртути (II), меди (II), кадмия, кобальта и никеля. К каждой пробирке добавить 1-2 капли гидроксида аммония до образования осадков основных солей. Осадки растворить в избытке концентрированного раствора гидроксида аммония. Обратит внимание на цвет образующихся растворов аммиачных комплексов.

Опыт 7. Разделение элементов V и VI аналитических групп. В пробирку налить по несколько капель соли железа (III) и меди (II). Добавить избыток концентрированного раствора гидроксида аммония. Осадок отфильтровать. Наблюдать разделение железа (III) – в осадке – и меди (II) – в фильтрате, в окрашенном в синий цвет растворе.

Схема разделения анализируемого раствора на выделенные группы катионов в соответствии с их составом и групповыми реакциями приведена на рис. 1. Чтение и понимание такого рода схем является особенно полезным для студентов металлургических, обогачительных и экологических специальностей, технологическую основу которых составляют различные процессы разделения компонентов (минералов, ионов и т.д.).

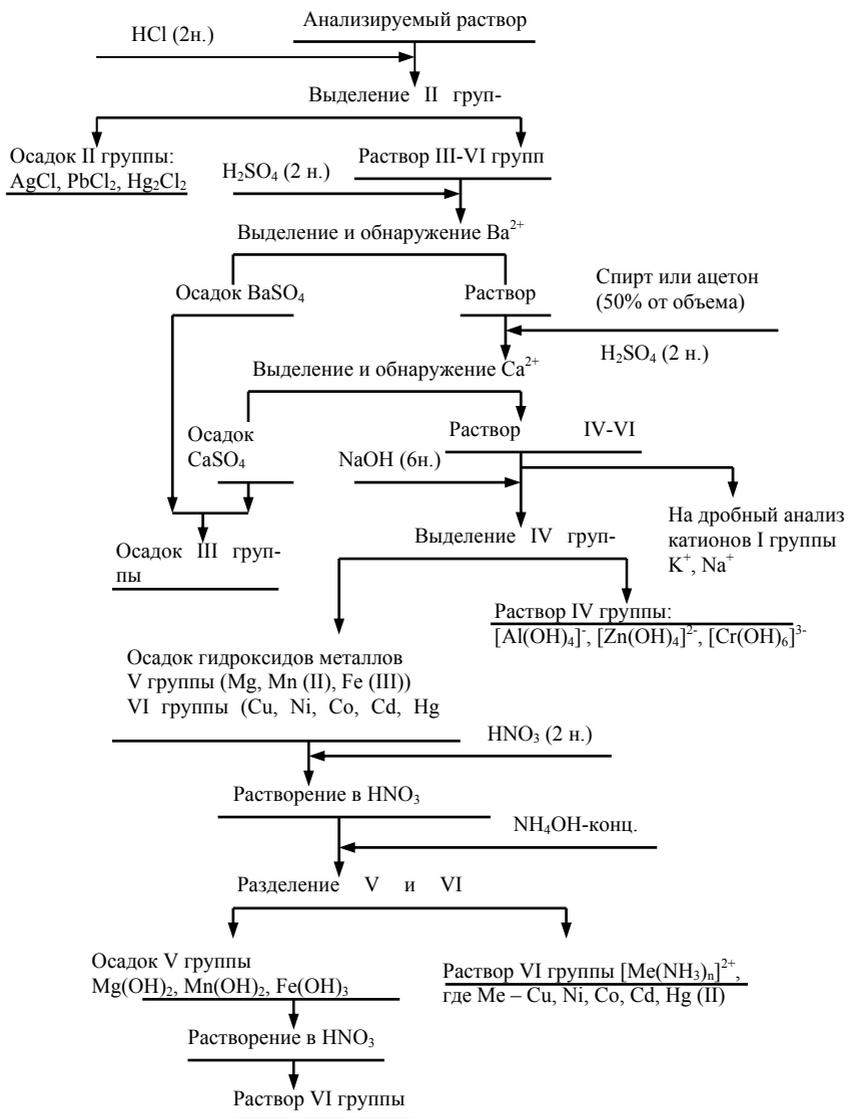


Рис. 1. Схема разделения катионов на аналитические группы

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2. КАЧЕСТВЕННЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ

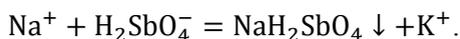
Цель работы: изучить качественные аналитические реакции катионов.

Выполнение работы:

Первая аналитическая группа катионов

1. Катион Na^+ – в водных растворах бесцветен.

Определяется по обменной реакции с дигидроантимонатом калия KH_2SbO_4 , образующим с водным раствором соли натрия в нейтральной среде (рН~7) белый кристаллический осадок дигидроантимоната натрия:



Примечание: при рН < 7 выпадает белый аморфный осадок сурьмяной кислоты H_3SbO_4 !

Ход анализа. В пробирку внести 2-3 капли раствора соли натрия и прибавить равный объем реактива. Для улучшения выпадения осадка можно потереть внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой, охладить реакционную смесь.

2. Катион K^+ – в водных растворах бесцветен.

Определяется по реакции с гексанитрокобальтатом (III) натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, образующим с водным раствором соли калия в слабокислой среде (рН=4-6) желтый осадок двойной комплексной соли – гексанитрокобальтата (III) натрия-калия:



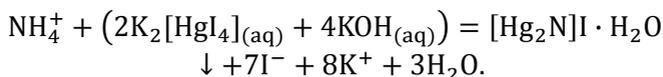
Ход анализа. В пробирку внести 2-3 капли соли калия и прибавить значительный избыток раствора реагента, энергично перемешать.

3. Катион NH_4^+ – в водных растворах бесцветен.

Реактив Несслера, который является щелочным раствором – тетраиодомеркурата (II) калия $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$, образует с растворами аммонийных солей бурый осадок иодида основания Миллона, имеющего химическую формулу $[\text{Hg}_2\text{N}]\text{I} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Это соединение можно рассматривать как продукт замещения иодом гидроксильной группы в

гидратированном основании Милона $[\text{HgI}_4]\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Основание Миллона содержит катион $[\text{Hg}_2\text{N}]^+$, который можно рассматривать как ион NH_4^+ , в котором четыре атома водорода замещены двумя атомами ртути.

Аналитическая реакция протекает по следующему уравнению:



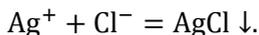
Ход анализа. К 2-3 каплям раствора соли аммония добавить 4-6 капель (избыток) реактива Несслера ($2\text{K}_2[\text{HgI}_4]_{(\text{aq})} + 4\text{KOH}_{(\text{aq})}$).

При малых количествах иона аммония («следы») осадок приобретает желтое окрашивание.

Вторая аналитическая группа катионов

4. Катион Ag^+ – в водных растворах бесцветен.

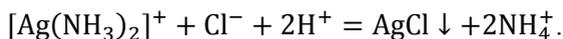
Определяется по обменной реакции с хлоридом натрия (или соляной кислотой) с образованием белого осадка хлорида серебра:



При наличии в растворе остальных катионов этой же аналитической группы (Pb^{2+} , Hg_2^{2+}) последние реагируют аналогичным образом с образованием белых осадков хлоридов свинца и ртути. Поэтому для идентификации серебра, его хлорид растворяют в гидроксиде аммония с образованием хлорида диамминсеребра по реакции:



Определение серебра проводят из его аммиачного раствора разложением соответствующего аммиаката азотной кислотой по реакции:

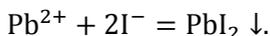


Ход анализа. К 5-6 каплям нитрата серебра прибавить равный объем хлорида калия, тщательно перемешать и отфильтровать через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промыть раствором гид-

роксида аммония (2 н.). К полученному раствору добавить азотную кислоту до образования белого осадка хлорида серебра.

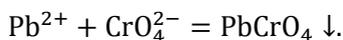
5. Катион Pb^{2+} – в водных растворах бесцветен.

А. Определяется по обменной реакции с иодидом калия с образованием желтого осадка иодида свинца:



Ход анализа. К нескольким каплям раствора нитрата свинца добавить раствор иодида калия до выпадения желтого осадка.

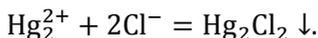
Б. можно обнаружить по реакции с хроматом калия. Образуется желтый осадок:



Ход анализа. К нескольким каплям раствора нитрата свинца добавить раствор хромата калия до выпадения желтого осадка.

6. Катион Hg_2^{2+} (димер $Hg(I)$) – в водных растворах бесцветен.

А. Определяется после предварительного осаждения каломели Hg_2Cl_2 :

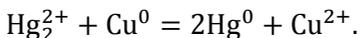


При взаимодействии белого осадка каломели с гидроксидом аммония образуется темный осадок, состоящий из черной металлической ртути и хлорида амидортути (II) белого цвета. Вместе они образуют темный осадок.



Ход анализа. К нескольким каплям раствора нитрата ртути (I) добавить равный объем хлорида калия, перемешать и отфильтровать через бумажный фильтр. К осадку на фильтре прилить гидроксид аммония (2 н.). Образование темного осадка на фильтре после фильтрации свидетельствует о наличии иона в исходном растворе.

Б. Обнаружить ртуть можно также по образованию амальгамы ртути на медной монете:

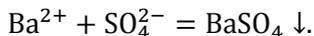


Ход анализа. Медную пластину предварительно обработать азотной кислотой для удаления пассивирующей пленки оксида меди, промыть водой и протереть фильтровальной бумагой. На подготовленную медную пластину капнуть раствор нитрата ртути (I) и наблюдать образование светлого металлического пятна.

Третья аналитическая группа катионов

7. Катион Ba^{2+} – в водных растворах бесцветен.

Определяется по обменной реакции с серной кислотой или водорастворимыми сульфатами с образованием белого осадка сульфата бария:



Ход анализа. К нескольким каплям хлорида бария добавить раствор серной кислоты или сульфата натрия до образования белого осадка.

8. Катион Ca^{2+} – в водных растворах бесцветен.

Определяется по реакции, аналогичной обнаружению бария:

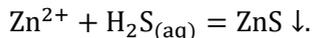


Однако сульфат кальция более растворим, чем сульфат бария. Для понижения растворимости сульфата кальция добавляют этиловый спирт или ацетон (50 % от объема раствора), что способствует выпадению осадка. К понижению растворимости $CaSO_4$ приводит также нагревание раствора и добавление избытка серной кислоты.

Четвертая аналитическая группа катионов

9. Катион Zn^{2+} – в водных растворах бесцветен.

Определяется по реакции с сероводородом или сульфидом натрия при $pH \sim 2$ с образованием белого осадка сульфида цинка:



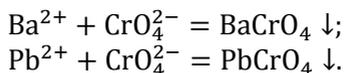
Ход анализа. К нескольким каплям соли цинка добавить сероводородную воду или раствор сульфида натрия до выпадения белого осадка сульфида цинка.

10. Катион Cr³⁺. Растворы солей хрома (III) имеют зеленую окраску. Растворы солей хрома (VI), в щелочных средах представленные хроматами CrO₄²⁻, окрашены в желтый цвет, а в более кислых средах, представленные дихроматами Cr₂O₇²⁻, имеют оранжевую окраску. Определение Cr (III) основано на предварительном его окислении пероксидом водорода в щелочной среде до хроматов:



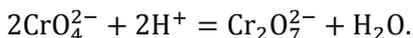
с последующей его идентификацией. При наличии в растворе сульфат-ионов, проверка раствора на наличие в нем ионов хрома выполняется способами Б или В.

А. По реакции с хлоридом бария (или нитратом свинца (II)), приводящей к образованию желтого осадка хромата бария (свинца):



Ход анализа. К 2-3 каплям раствора соли хрома (III) добавить щелочь до полного растворения образующегося осадка гидроксида хрома (III), а затем 5-7 капель 30 % раствора пероксида водорода и кипятить до исчезновения мелких пузырьков. Желтый цвет полученного раствора свидетельствует о полном окислении хрома (III). К полученному желтому раствору добавить раствор соли бария или свинца до выпадения желтого осадка хромата.

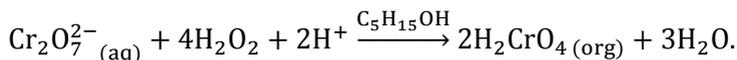
Б. Перевод хромат-ионов в дихромат-ионы в кислой среде по реакции:



Образующийся по реакции дихромат калия имеет оранжевую окраску. В избытке добавляемой кислоты, т.е. в сильноокислых растворах, возможен переход окраски из оранжевой в красную за счет образования полихроматов: Cr₃O₁₀²⁻, Cr₃O₁₃²⁻ и т.д.

Ход анализа. К 2-3 каплям раствора соли хрома (III) добавить избыток б н. раствора щелочи, 5-7 капель 30 % раствора пероксида водорода и прокипятить. К полученному желтому раствору хромата калия добавить по каплям раствор серной кислоты до перехода окраски в оранжевую и красную.

В. Перевод дихромата в надхромовую кислоту перекисью водорода в присутствии амилового спирта:

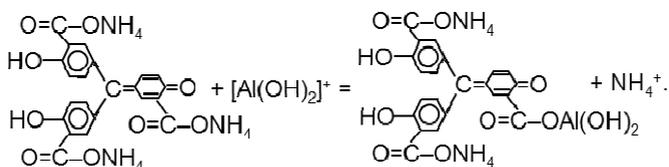


Надхромовая кислота имеет синий цвет. В водных растворах быстро разлагается с образованием зеленого раствора хрома (III), поэтому соответствующую реакцию проводят в присутствии амилового спирта, в котором раствор надхромовой кислоты значительно устойчивее.

Ход анализа. К 2-3 каплям раствора соли хрома (III) добавить избыток 6 н. раствора щелочи, 5-7 капель 30 % раствора пероксида водорода и прокипятить. К полученному желтому раствору хромата добавить по каплям раствор серной кислоты до перехода окраски в оранжевую (образование дихромата). Добавить 5-6 капель 30 % пероксида водорода, 5-6 капель амилового спирта и избыточное количество раствора 20 % серной кислоты. После интенсивного перемешивания верхний слой амилового спирта окрасится в синий цвет.

11. Катион Al^{3+} – в водных растворах бесцветен.

Характерным и очень чувствительным реактивом обнаружения алюминия является алюминон (ауринтрикарбонат аммония) – сложное органическое соединение, образующее с Al^{3+} труднорастворимую соль красного цвета:



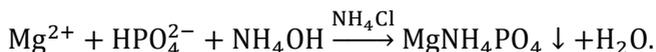
Реакция протекает только при $\text{pH} = 5$ в среде ацетатного буферного раствора (смесь растворов CH_3COOH и CH_3COONa в соотношении 1:2), т.к. в ходе реакции алюминий замещает однозарядный катион аммония в виде гидроксокомплекса $[\text{Al}(\text{OH})_2]^+$, существующем при $\text{pH} = 5$. При проведении реакции следует учитывать, что алюминон сам окрашен в красный цвет и его расход на реакцию должен быть очень небольшим.

Ход анализа. К 2 мл исходного раствора соли алюминия добавить по каплям уксусную кислоту и ацетат натрия в соотношении 1:2. Перемешать и проверить рН. Точно значение рН = 5 устанавливаются добавлением уксусной кислоты (при рН>5) или ацетата натрия (при рН<5). Затем добавить 1–2 капли 0,01 % раствора алюминона – образуется красный осадок. Появляющаяся красно-розовая окраска при нагревании усиливается.

Пятая аналитическая группа катионов

12. Катион Mg^{2+} – в водных растворах бесцветен.

Определяется по реакции с гидроортофосфатом натрия при рН≈9 в присутствии ионов аммония. Реакция идет с образованием белого кристаллического осадка двойной соли – ортофосфата аммония-магния:

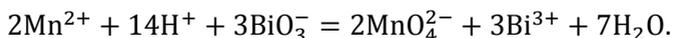


Назначение добавки NH_4Cl заключается в увеличении концентрации ионов аммония в растворе для снижения требуемого расхода гидроксида аммония и предотвращения образования осадка гидроксида магния.

Ход анализа. К 2 каплям раствора соли магния добавить раствор хлорида аммония, 2 капли гидроортофосфата натрия и гидроксид аммония (2 н.) до рН = 9 (по каплям, при перемешивании и измерении рН после добавления каждой капли). Если белый кристаллический осадок не образуется, то необходимо добавить NH_4Cl и потереть внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой.

13. Катион Mn^{2+} – в относительно концентрированных растворах соли имеют бледно-розовый цвет, в разбавленных растворах – бесцветны.

Определяется окислением до $Mn(VII)$ висмутатом натрия в азотнокислой среде с образованием розового раствора марганцевой кислоты:

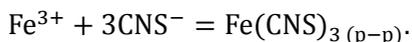


Ход анализа. К двум каплям раствора соли марганца (II) прибавить 2 мл 6 н. раствора азотной кислоты и немного кристалли-

ческого висмутата натрия (на кончике шпателя). Смесь перемешать. При этом образуется раствор марганцевой кислоты розового цвета.

14. Катион Fe^{3+} – растворы имеют желтую окраску.

Определяется реакцией комплексообразования с тиоцианатом (роданидом) с образованием кроваво-красного раствора роданида железа (III):

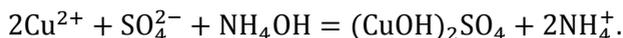


Ход анализа. К нескольким каплям раствора соли железа (III) добавить по каплям раствор тиоцианата аммония или калия до образования кроваво-красного раствора.

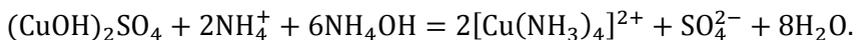
Шестая аналитическая группа катионов

15. Катион Cu^{2+} – растворы солей окрашены в голубой или зеленый цвет.

Определяется по реакции комплексообразования в избытке гидроксида аммония с образованием ярко-синего раствора, содержащего комплексный катион тетраамминмеди (II). Реакция протекает в две стадии. Сначала образуется зеленый осадок основной соли меди (например, гидроксосульфата):



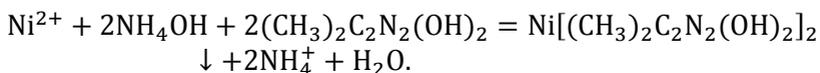
который растворяется в избытке гидроксида аммония:



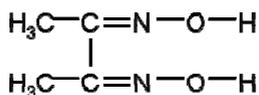
Ход анализа. К нескольким каплям раствора соли меди добавить по каплям 2 н. раствор гидроксида аммония, наблюдая сначала образование зеленого осадка, а затем его растворение с образованием ярко-синего раствора.

16. Катион Ni^{2+} – растворы солей окрашены в зеленый цвет.

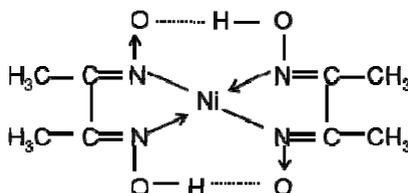
Никель определяется по реакции с диметилглиоксимом в аммиачной среде ($\text{pH} \approx 8-10$), с которым он образует малиновый осадок внутриккомплексной соли – диметилглиоксимата натрия:



Диметилглиоксим (реактив Чугаева) является двухдентатным лигандом со структурной формулой:

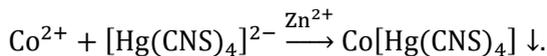


имеющим два донорных атома азота. Реактив очень чувствителен к иону Ni^{2+} , с которым он образует очень прочное внутриклеточное соединение (хелат), содержащее пятичленные циклы во внутренней сфере комплекса:



Ход анализа. К 2-3 каплям раствора соли никеля добавить 1-2 капли раствора диметилглиоксима и несколько капель разбавленного раствора гидроксида аммония до $\text{pH} \approx 8-10$.

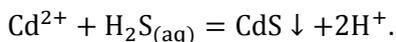
17. Катион Co^{2+} – растворы солей имеют розовый цвет. Определяется по реакции с тетрароданомеркуратом аммония при $\text{pH} = 5$ с образованием синего кристаллического осадка тетрароданомеркурата кобальта (III). Добавление Zn^{2+} ускоряет реакцию:



Ход анализа. К 2-3 каплям раствора соли кобальта (II) добавить 1-2 капли ацетатного буфера ($\text{pH} \approx 5$), избыток тетрароданомеркурата аммония, 1-2 капли раствора сульфата цинка и перемешать. Примечание. Выпадение осадка может происходить через некоторое время после смешивания реактивов.

18. Катион Cd^{2+} – в водных растворах бесцветен.

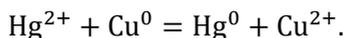
Определяется по реакции с сероводородом при $\text{pH} = 0,5-0,8$ с образованием желтого осадка сульфида кадмия, в разбавленных растворах образуется коллоидный раствор также желтого цвета:



Ход анализа. К нескольким каплям соли кадмия добавить сероводородную воду до образования желтого осадка или коллоидного раствора того же цвета.

19. Катион Hg^{2+} – в водных растворах бесцветен.

Способом обнаружения является восстановление его металлической медью:



с образованием медно-ртутной амальгамы (светлое пятно).

Ход анализа. Медную пластину предварительно обработать азотной кислотой для удаления пассивирующей пленки оксида меди, промыть водой и протереть фильтровальной бумагой. На подготовленную медную пластину капнуть раствор нитрата ртути (II) и наблюдать образование светлого металлического пятна.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3. РАЗДЕЛЕНИЕ ИОНОВ ПО АНАЛИТИЧЕСКИМ ГРУППАМ И ВНУТРИ ГРУППЫ

Оборудование и реактивы. В штативе: хлорид натрия, хлорид калия, хлорид аммония, дигидроантимонат натрия, нитрат свинца (II), йодид калия, хромат калия, хлорид бария, сульфат натрия, хлорид кальция, ацетат натрия, сульфат магния, гидроортофосфат натрия, гидроксид аммония, сульфат марганца (II), хлорид железа (III), роданид (тиоцианат) калия, сульфат меди (II), сульфат кобальта (II), сульфат никеля (II), сульфат кадмия (II), нитрат свинца (II), гидроксид натрия, гидроксид калия – 5% растворы. В лаборатории: держатель для пробирок, воронка, фильтры. В вытяжном шкафу: соляная кислота, азотная кислота, серная кислота, уксусная кислота – 2 н. растворы, гидроксид калия, гидроксид натрия – 6 н. растворы, гидроксид аммония – концентрированный раствор, сульфид натрия – 5 % раствор, бромная вода. Получать в лаборантской: гексанитрокобальтат натрия, реактив Несслера, нитрат серебра, нитрат ртути (I), нитрат ртути (II) – 1 % растворы, нитрат натрия, нитрат калия, хлорид цинка, хлорид алюминия, хлорид хрома (III) – 5 % растворы; ацетон; гексацианоферрат (II) калия, гексацианоферрат (III)

калия, тетрароданомеркурат (II) аммония – 5 % растворы, спирт амиловый (изоамиловый), алюминон – 1% раствор, висмутат натрия, крист., хлорид аммония, крист., диметилглиоксим – 1 % спиртовой раствор, перекись водорода, индикаторная бумага, пробирки, стеклянные палочки.

Катионы I и II аналитических групп.

1. Разделение катионов первой и второй аналитических групп. В пробирку налить по 3-4 капли растворов нитратов свинца, серебра, ртути (I), калия и натрия. К полученной смеси добавить около 3 мл дистиллированной воды, перемешать и добавить 3 мл 2 н. раствора соляной кислоты. Осадок отфильтровать. Воронку с осадком разместить над чистой пробиркой. Полученный фильтрат подписать: «раствор 1». «Раствор 1» будет содержать катионы I аналитической группы. Осадок будет содержать элементы II аналитической группы.

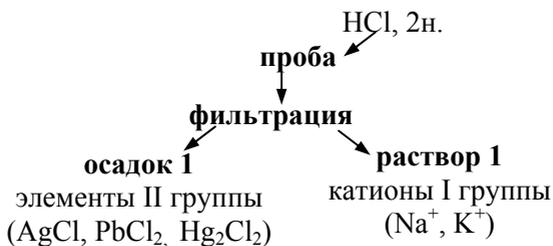


Рис. 2. Схема разделения катионов I и II аналитических групп

2. Разделение и анализ смеси катионов серебра, свинца и ртути (I). К осадку на фильтре прилить немного горячей дистиллированной воды. Осадок частично растворится. В фильтрате провести качественную реакцию на ионы свинца.

Воронку с остатками осадка разместить над чистой пробиркой. К осадку добавить 10-15 капель концентрированного аммиака. Обратить внимание на цвет осадка на фильтре (!!!). В фильтрате провести качественную реакцию на ионы серебра.

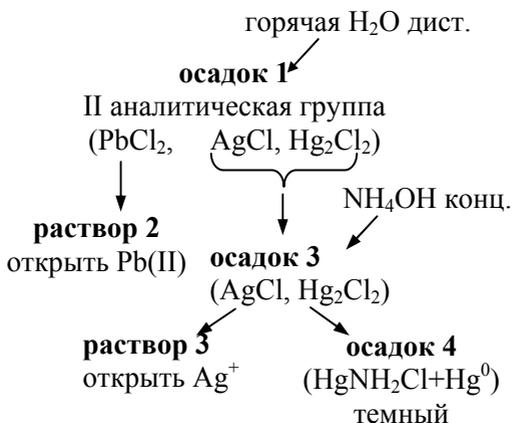


Рис. 3. Схема разделения и анализа смеси катионов серебра, свинца и ртути (I)

3. Анализ катионов I аналитической группы. Раствор 1 разделить на 3 пробирки. Пробирки подписать: «раствор 4», «раствор 5», «раствор 6».

Анализ раствора 5 на присутствие катионов натрия. Раствор нейтрализовать до $\text{pH} = 6-7$ добавлением гидроксида калия и провести качественную реакцию на ионы натрия.

Анализ раствора 6 на присутствие катионов калия. Раствор 6 нейтрализовать до $\text{pH} = 6$ добавлением гидроксида натрия и провести качественную реакцию на ионы калия.

Анализ раствора 7 на присутствие катионов аммония. Раствор 7 нейтрализовать до $\text{pH} = 6$ добавлением гидроксида натрия или калия и провести качественную реакцию на ионы аммония.

Проведение нейтрализации кислого раствора. К раствору добавить несколько капель щелочи, перемешать; стеклянной палочкой взять каплю пробы и поместить её на полоску индикаторной бумаги. Сравнить цвет бумаги с цветовой шкалой. Если среда раствора окажется кислой, то следует добавить еще каплю щелочи, перемешать и повторить анализ. Если среда в пробе раствора окажется щелочной, то добавляют по каплям 0,2 н. HCl , анализируя pH среды после каждой 1-2 добавленных капель.



Рис. 4. Схема анализа смеси катионов I аналитической группы

В сумме описанные выше операции можно объединить в схему:

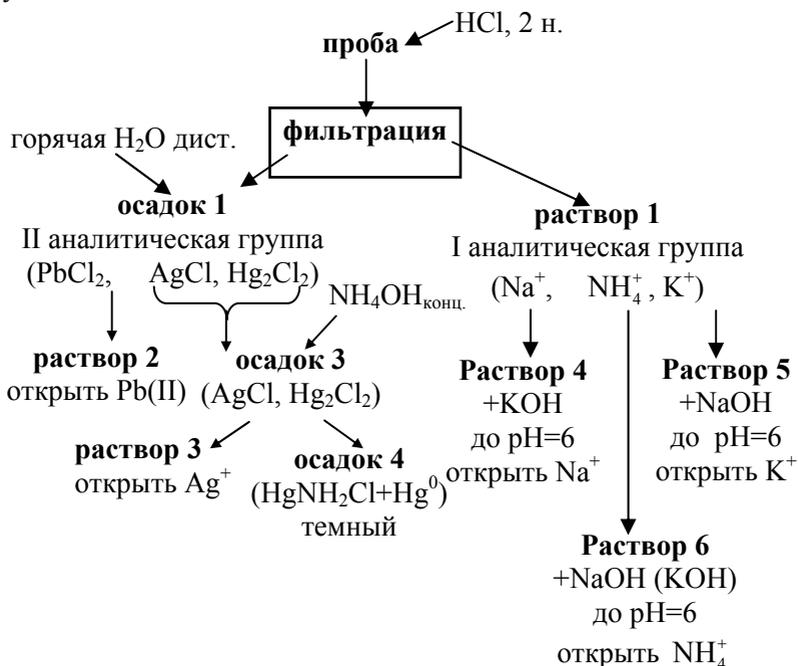


Рис. 5 Схема анализа смеси катионов I и II аналитических групп

Катионы III и IV аналитических групп.

1. Разделение элементов III и IV аналитических групп и анализ бария и кальция. В чистую пробирку отобрать по 3-4 капли

растворов солей бария, кальция, алюминия, и хрома. К полученной смеси добавить около 3 мл дистиллированной воды и перемешать.

К раствору добавить 3 мл 2 н. раствора серной кислоты. Образовавшийся осадок сульфата бария отфильтровать, раствор подписать «раствор 1». К «раствору 1» добавить равное количество ацетона. Содержимое пробирки хорошо перемешать при помощи стеклянной палочки и нагреть. Наблюдать образование осадка сульфата кальция.

Осадок отфильтровать и выбросить. Осадок отфильтровать. Раствор (фильтрат) подписать: «раствор 2». Фильтр с осадком сульфата кальция можно выбросить.

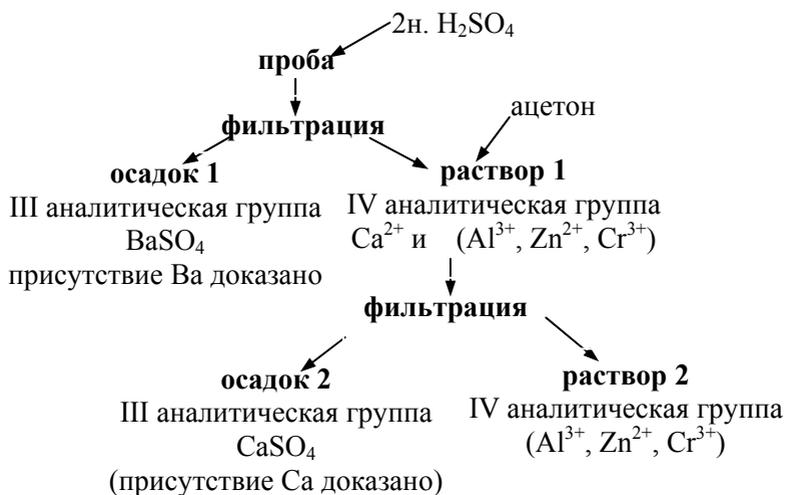


Рис. 6. Схема разделения элементов III и IV аналитических групп

2. Окисление и анализ хрома. К раствору 2 добавлять щелочь до растворения образующихся осадков гидроксидов металлов. К щелочному раствору добавить перекись водорода. Должен образоваться раствор желтого или оранжевого цвета (раствор 3). Пробу этого раствора отлить в чистую пробирку и проделать качественную реакцию на присутствие хрома. После окисления хром (VI) не мешает определению катионов Zn²⁺ и Al³⁺.

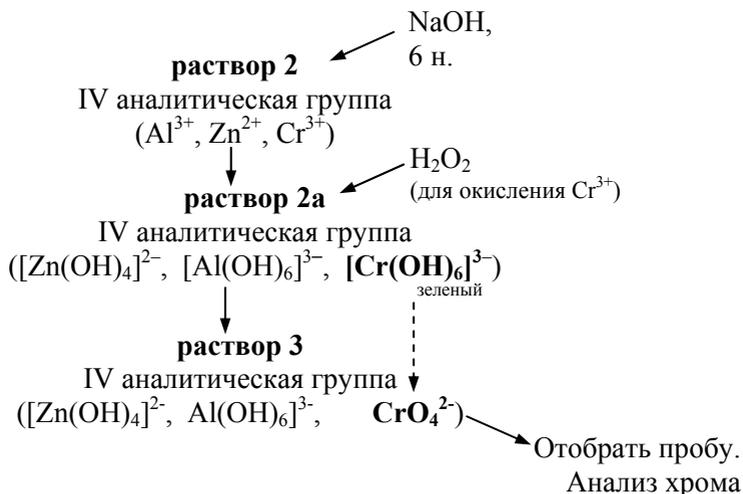


Рис. 7. Схема окисления и анализа хрома

3. Разделение и анализ алюминия и цинка. Разделение алюминия и цинка. Раствор 3 прокипятить для удаления примеси перекиси водорода, охладить и прибавить избыток хлорида аммония до образования насыщенного раствора. При помощи индикаторной бумаги определить pH полученной смеси и провести ее нейтрализацию до pH = 5. Отфильтровать образующийся осадок, представляющий собой смесь хлорида аммония и гидроксида алюминия. Раствор подписать: «Раствор 4».

Анализ алюминия. Воронку с осадком разместить над чистой пробиркой. К осадку на фильтре добавить дистиллированную воду для растворения хлорида аммония. На фильтре останется только гидроксид алюминия. Раствор выбросить. Воронку с фильтром с осадком гидроксида алюминия разместить над чистой пробиркой и к осадку на фильтре добавить 2 н. раствор соляной кислоты. В полученном растворе провести качественную реакцию на присутствие катионов алюминия.

Анализ цинка. В растворе 4, после доведения его до pH=2, провести качественную реакцию на цинк.

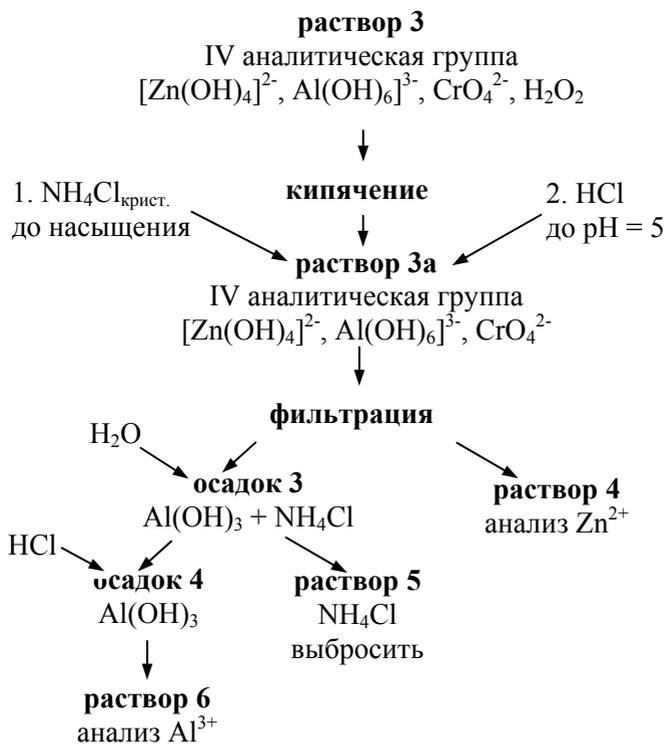


Рис. 8. Схема разделения и анализа алюминия и цинка

На рисунке 9 приведена общая схема разделения и анализа элементов III и IV аналитических групп.

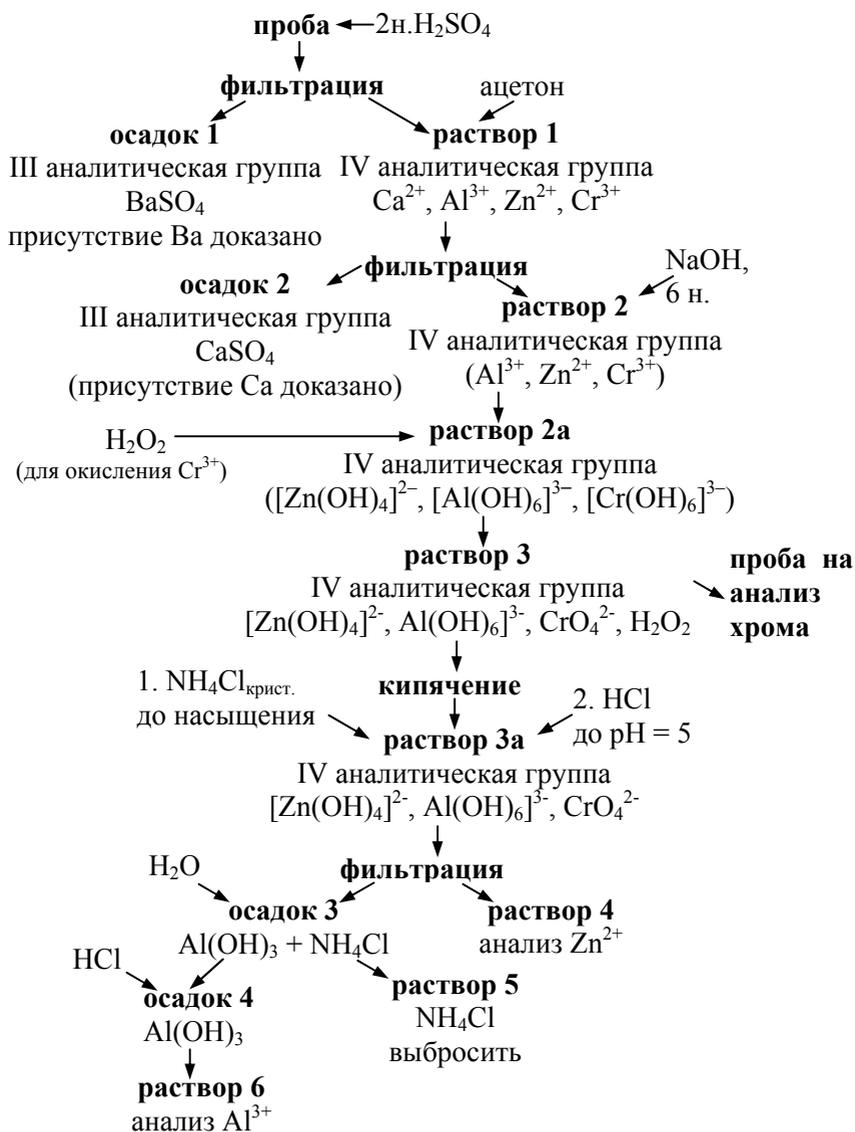


Рис. 9. Общая схема разделения и анализа элементов III и IV аналитических групп

Катионы V и VI аналитических групп

1. Разделение катионов V и VI аналитических групп.

В чистую пробирку отобрать по 3-4капель растворов сульфата магния, сульфата марганца(II), хлорида железа (III), сульфата меди (II), нитрата ртути (II), сульфата никеля, сульфата кобальта, добавить 3 мл дистиллированной воды и перемешать.

К полученному раствору прилить равный объем концентрированного раствора гидроксида аммония и 10 капель гидроксида натрия. Образующийся осадок элементов V аналитической группы отфильтровать. Фильтрат пометить надписью «раствор 1» и оставить для дальнейшего анализа.



Рис. 10. Схема разделения катионов V и VI аналитических групп

2. Разделение и анализ катионов V аналитической группы.

2.1. Отделение и анализ магния. Воронку с осадком 1 поместить над чистой пробиркой. Осадок обработать 2 н. раствором азотной кислоты до растворения. К полученному раствору 2 добавить полшпателя хлорида аммония и нейтрализовать полученную смесь раствором аммиака до pH = 9-10 по индикаторной бумаге. При этом железо и марганец должны выпасть в осадок в виде гидроксидов, а магний остаться в растворе. Осадок гидроксидов железа и марганца отфильтровать (осадок 2). Воронку с фильтром разместить над чистой пробиркой. В фильтрате (раствор 3) провести качественную реакцию на катион магния.

2.2. Анализ железа и марганца. Фильтр с осадком 2 (гидроксиды железа (III) и марганца (II)) обработать 2 н. раствором азотной кислоты до растворения осадка. Раствор поделить на 2 части. В одной части провести качественную реакцию на катион железа (III), в другой – качественную реакцию на катион марганца.

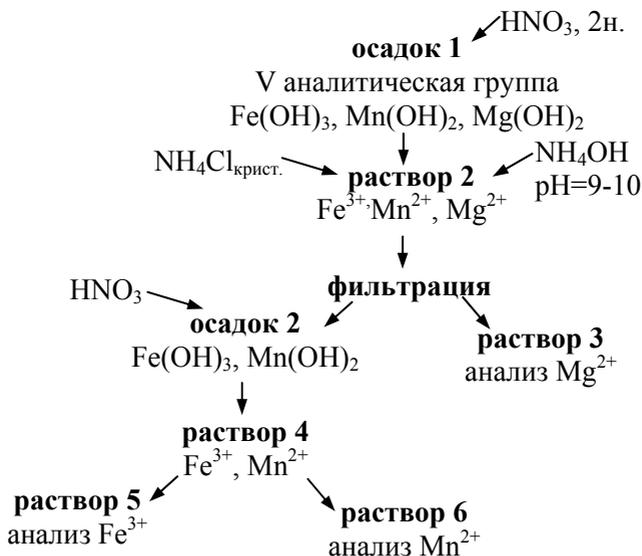


Рис. 11. Схема разделения и анализа катионов V аналитической группы

3. Разделение и анализ смеси катионов VI аналитической группы. Отделение и анализ меди и ртути. Раствор 1 нейтрализовать 2 н. раствором серной кислоты до pH = 1–2 и добавить 5-7 капель 2 н. раствора тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Наблюдать образование темного осадка, содержащего сульфиды меди и ртути (II). Осадок отфильтровать. Фильтр с осадком разместить над чистой пробиркой. Фильтрат подписать: раствор 8.

К осадку сульфидов меди и ртути (II) обработать 2 н. раствором азотной кислоты. При этом сульфид меди растворится, а ртуть останется в виде осадка на фильтре. Осадок можно выбросить. В

фильтрате провести качественную реакцию на присутствие ионов меди 2+.

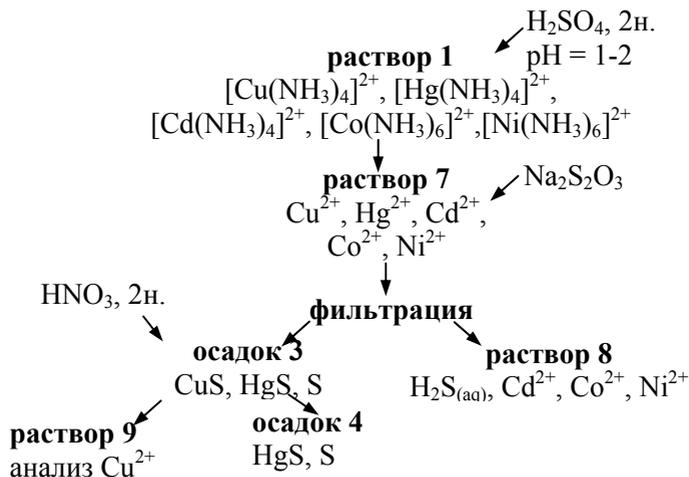


Рис. 12. Схема отделения и анализа меди и ртути (II)

Анализ никеля, кадмия, кобальта. Раствор 8 прокипятить для удаления сероводорода. Проверка полноты удаления осуществляется на фильтровальной бумаге, смоченной раствором нитрата свинца: отсутствие черного (темного) пятна на смоченной $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ фильтровальной бумаге после нанесения на нее капли раствора свидетельствует о полноте удаления сероводорода.

После удаления сероводорода следует выполнить операцию переосаждения гидроксидов никеля, кобальта и кадмия. К раствору прибавить щелочь до выпадения в осадок гидроксидов никеля и кобальта. Осадки отфильтровать. Фильтрат выбросить. Воронку с фильтром с осадками гидроксидов никеля и кобальта разместить над чистой пробиркой. К осадку прибавить 2 н уксусную кислоту до растворения гидроксидов. Полученный раствор разделить на 3 части. В одной провести качественную реакцию на катион никеля, в другой – на катион кобальта, в третьей – на катион кадмия.

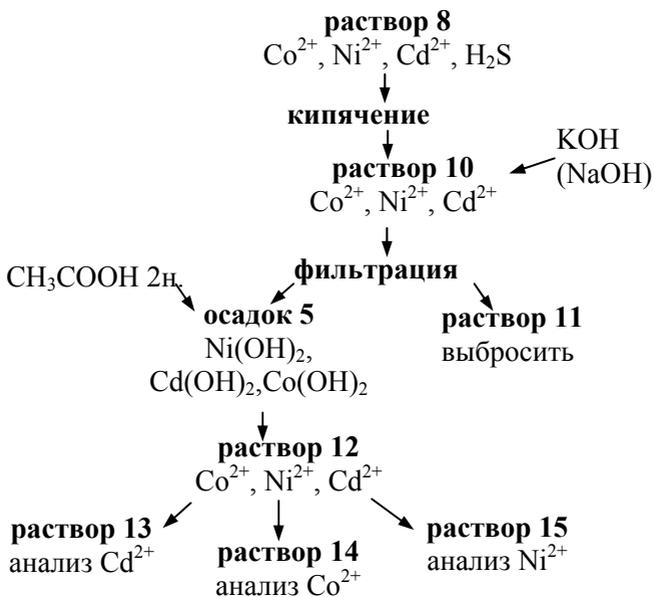


Рис. 13. Схема анализа катионов никеля, кадмия и кобальта

На рисунке 14 показана схема анализа смеси катионов V и VI аналитических групп.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I И II АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цель работы: установить качественный состав раствора, содержащий катионы I и II аналитических групп.

Оборудование и реактивы. В штативе: дигидроантимонат натрия, йодид калия, гидроксид аммония, гидроксид натрия, гидроксид калия – 5% растворы. В лаборатории: держатель для пробирок, воронка, фильтры. В вытяжном шкафу: соляная кислота, азотная кислота – 2 н. растворы; гидроксид калия, гидроксид натрия – 6 н. растворы; гидроксид аммония – концентрированный раствор. Получать в лаборантской: гексанитрокобальтат натрия, реактив Несслера, индикаторная бумага, пробирки, стеклянные палочки.

Выполнение анализа

Общая схема анализа смеси катионов I и II аналитических групп показана на рис. 5.

1. Провести предварительные испытания на наличие в растворе катиона Hg_2^{2+} .

2. Разделить катионы I и II аналитических групп действием соляной кислоты и проверить полноту осаждения катионов II аналитической группы.

Примечание. Если при добавлении соляной кислоты образовался осадок, то выполнить анализ осадка катионов II аналитической группы по п. 3. Если осадка не наблюдается, то можно выполнить подробный анализ раствора на содержание катионов I аналитической группы по схеме рис. 4 (см. п. 4).

3. Выполнение анализа осадка II аналитической группы. Схема анализа осадка показана на рис. 3. Осадок обрабатывают последовательно

= горячей водой; в фильтрате проводят качественную реакцию на катион Pb^{2+} ;

= раствором аммиака; в фильтрате после его подкисления азотной кислотой проводят качественную реакцию на катион Ag^+ ;

Если после всех проведенных операций на фильтре останется темный осадок, то это свидетельствует о наличии в растворе катионов Hg_2^{2+} .

4. Анализ раствора смеси катионов I аналитической группы. В пробирки отобрать порции раствора после отделения катионов II аналитической группы (если катионы II аналитической группы отсутствуют, можно отобрать порции пробы раствор для анализа). Проверить pH растворов и провести, если требуется, нейтрализацию растворов до $\text{pH} = 6-7$. Провести соответствующие качественные реакции.

Примечание. Нейтрализацию раствора для анализа Na^+ следует проводить гидроксидом калия; нейтрализацию раствора для анализа K^+ следует проводить гидроксидом натрия.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ ТРЕТЬЕЙ И ЧЕТВЕРТОЙ АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цель работы: установить качественный состав раствора, содержащий катионы III и IV аналитических групп.

Оборудование и реактивы. В штативе: хлорид бария, нитрат свинца (II), ацетат натрия, гидроксид натрия, гидроксид калия – 5% растворы. В лаборатории: держатель для пробирок, воронка, фильтры. В вытяжном шкафу: соляная кислота, серная кислота, уксусная кислота – 2 н. растворы; гидроксид калия, гидроксид натрия – 6 н. растворы. Получать в лаборантской: спирт амиловый (изоамиловый), ацетон; гексацианоферрат (II) калия – 5 % растворы, алюминон – 1% раствор, хлорид аммония, крист., перекись водорода, индикаторная бумага, пробирки, стеклянные палочки.

Выполнение анализа

Анализируемый раствор может содержать только катионы третьей (Ba^{2+} , Ca^{2+}) и четвертой (Zn^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+}) групп. Общая схема анализа смеси катионов III и IV аналитических групп показана на рис. 9.

1. Отобрать пробу раствора и провести разделение III и IV аналитических групп последовательным добавлением

= 0,2 н. серной кислоты – при наличии катионов бария образуется белый осадок);

= ацетона, который следует добавлять в соотношении 1:2 по отношению к объему анализируемого раствора и тщательно переме-

шивать полученную смесь – при наличии катионов кальция образуется белый кристаллический осадок.

2. К раствору после отделения катионов III аналитической группы добавить избыток 6 н. раствора гидроксида калия или натрия до полного растворения гидроксидов элементов IV аналитической группы. При наличии хрома раствор может приобрести зеленый цвет.

3. Провести окисление катионов хрома (III), добавив к щелочному раствору небольшое количество 30 % перекиси водорода. При наличии хрома раствор приобретет желтую окраску.

4. В чистую пробирку отобрать порцию раствора и проделать качественную реакцию на хром.

5. Провести отделение катионов алюминия. Для этого
= щелочной раствор, полученный в п.п. 2, 3, прокипятить для удаления избытка перекиси водорода;

= добавить избыток кристаллического хлорида аммония до образования насыщенного раствора (осадка хлорида аммония на дне пробирки);

= довести pH раствора до 5 добавлением разбавленной соляной кислоты;

= отфильтровать осадок.

В осадке – гидроксид алюминия и хлорид аммония; в растворе – хром в виде хромат-иона и катионы цинка.

6. Провести анализ алюминия. Для этого осадок, полученный в п. 5

= промыть водой – фильтрат, содержащий хлорид аммония выбросить;

= промыть соляной кислотой – в раствор перейдет алюминий;

= pH раствора довести до 5 и провести качественную реакцию на катион алюминия.

7. В растворе, полученном в п. 5, провести качественную реакцию на катион цинка.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ ПЯТОЙ И ШЕСТОЙ АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цель работы: установить качественный состав раствора, содержащий катионы V и VI аналитических групп.

Оборудование и реактивы. В штативе: гидроортофосфат натрия, сульфат цинка, роданид (тиоцианат) калия, гидроксид аммония, гидроксид натрия, гидроксид калия – 5% растворы. В лаборатории: держатель для пробирок, воронка, фильтры. В вытяжном шкафу: соляная кислота, азотная кислота, серная кислота – 2 н. растворы; гидроксид калия, гидроксид натрия – 6 н. растворы; гидроксид аммония – концентрированный раствор; сульфид натрия – 5 % раствор. Получать в лаборантской: гексацианоферрат (II) калия, гексацианоферрат (III) калия, тетрароданомеркурат (II) аммония – 5 % растворы, висмутат натрия, крист., хлорид аммония, крист., диметилглиоксим – 1 % спиртовой раствор, индикаторная бумага, пробирки, стеклянные палочки.

Выполнение анализа

Анализируемый раствор может содержать катионы пятой (Mg^{2+} , и Fe^{3+}) и шестой (Cu^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cd^{2+}) аналитических групп. Схема анализа приведена на рис. 14.

1. Провести предварительные испытания, целью которых является возможное упрощение схемы анализа; установление, как версии (но не как факта обнаружения), наличия или отсутствия в растворе определенного типа ионов.

При проведении предварительных испытаний выполнить подробный анализ раствора на обнаружение катионов

= Fe^{3+} по реакции с роданидом аммония или калия;

= Cu^{2+} по реакции с гидроксидом аммония;

= Hg^{2+} по реакции медной пластинкой;

= Mn^{2+} по реакции с висмутатом натрия.

По результатам предварительных испытаний устанавливают:

– отсутствие в растворе перечисленных ионов, что позволяет упростить схему анализа за счет исключения операций выделения отсутствующих ионов;

– как версию, наличие в растворе определенных ионов что ориентирует исследователя на их первоочередное обнаружение по схеме анализа.

2. Разделить катионы V и VI групп, последовательно добавив избыток концентрированного раствора гидроксида аммония;

= нескольких капель 6 н. раствора гидроксида калия или натрия для полного выделения катионов магния в виде $Mg(OH)_2$.

После фильтрации получают:

= осадок, содержащий гидроксиды V аналитической группы;

= раствор, содержащий аммиакаты VI (аммиачной) аналитической группы.

3. Растворение осадка катионов V аналитической группы. Осадок на фильтре растворяют 2 н. азотной кислотой. Растворимость гидроксидов группы увеличивается в следующей последовательности: $Fe(OH)_3 - Mn(OH)_2 - Mg(OH)_2$. В азотнокислой среде магний обязательно перейдет в раствор, а часть гидроксидов железа и марганца может остаться на фильтре в виде бурого осадка.

4. Отделение магния. К раствору прибавить полшпателя кристаллического хлорида аммония и нейтрализовать раствор до pH = 10-11. Осадок отфильтровать. В фильтрате – катион магния, в осадке – гидроксиды железа и марганца (если они есть).

5. Анализ присутствия магния. В растворе, полученном в п. 4 провести качественную реакцию на магний.

6. Анализ осадка гидроксидов железа и марганца. Осадок, полученный в п. 4 обработать азотной кислотой. Фильтрат разделить на две части. В одной части провести качественную реакцию на катион железа (III), в другой – на катион марганца (II).

7. Отделение катионов меди и ртути (II). При наличии в исходном растворе Cu^{2+} и Hg^{2+} их отделяют в виде сульфидов и удаляют из раствора. Для этого

= при нагревании и энергичном перемешивании добавить серную кислоту (2 н.) до pH = 2;

= прилить 2 н. раствор тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3$.

Образуется

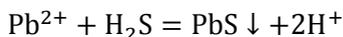
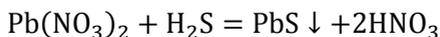
= осадок, содержащий сульфиды меди (I) Cu_2S , ртути HgS , а также элементарную серу;

= раствор, содержащий ионы Ni^{2+} , Co^{2+} и Cd^{2+} .

Примечание. Если ионы Cu^{2+} и Hg^{2+} в анализируемом растворе отсутствуют, то операция их удаления из раствора исключается.

8. Анализ осадка сульфидов Cu(II) и Hg(II). Осадок сульфидов обрабатывают раствором азотной кислоты (3 н.). При этом сульфид меди переходит в раствор, а сульфид ртути остается в виде темного осадка, по наличию которого судят о присутствии в пробе ртути. В растворе провести качественную реакцию на наличие ионов меди.

9. Если проводилась операция осаждения меди и ртути (II), то раствор, полученный в п. 7 следует прокипятить для удаления сероводорода. Проверка полноты удаления осуществляется на фильтровальной бумаге, смоченной раствором нитрата свинца:



Отсутствие черного (темного) пятна на смоченной нитратом свинца фильтровальной бумаге после нанесения на нее капли раствора свидетельствует о полноте удаления сероводорода.

10. Анализ катионов Ni^{2+} , Co^{2+} и Cd^{2+} . Раствор после удаления меди, ртути и сероводорода является кислым ($\text{pH} \approx 2$), поэтому его нейтрализуют щелочью до нейтральной среды ($\text{pH} \approx 7$). При этом возможно частичное образование гидроксидов кобальта, никеля и кадмия. Образующиеся следовые количества гидроксидов растворяют в уксусной кислоте. Полученный таким образом раствор делят на три части и в каждой части открывают: никель, кобальт и кадмий.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ ВСЕХ ШЕСТИ АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цель работы: установить качественный состав раствора, содержащий катионы I – VI аналитических групп.

Оборудование и реактивы. В штативе: дигидроантимонат натрия, йодид калия, хлорид бария, нитрат свинца (II), ацетат натрия, гидроксид аммония, гидроортофосфат натрия, сульфат цинка, роданид (тиоцианат) калия, гидроксид натрия, гидроксид калия – 5% растворы. В лаборатории: держатель для пробирок, воронка, фильтры. В вытяжном шкафу: песчаная баня, колбонагреватель, соляная кислота, азотная кислота, уксусная кислота – 2 н. растворы; гидроксид калия, гидроксид натрия – 6 н. растворы; гидроксид аммония – концентри-

рованный раствор, сульфид натрия – 5 % раствор. Получать в лаборантской: гексанитрокобальтат натрия, реактив Несслера, спирт амиловый (изоамиловый), ацетон; гексацианоферрат (II) калия – 5 % растворы, алюминон – 1% раствор, хлорид аммония, крист., перекись водорода, гексацианоферрат (III) калия, тетрароданомеркурат (II) аммония – 5 % растворы, висмутат натрия, крист., диметилглиоксим – 1 % спиртовой раствор, индикаторная бумага, пробирки, стеклянные палочки.

Выполнение анализа

Анализируемый раствор этой работы может содержать катионы всех шести аналитических групп. Приобретенные студентами навыки в ходе выполнения лабораторных работ № 1-6 позволяют решить поставленную задачу самостоятельно, без детального описания хода анализа, с использованием схемы разделения раствора на аналитические группы (см. рис. 1), схем анализа попарно выделенных групп и качественных аналитических реакций.

Первоначально проводят предварительные испытания пробным анализом на обнаружение или отсутствие в растворе ионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Hg_2^{2+} , что в последующем позволит упростить схему анализа отдельных аналитических групп.

После проведения предварительных испытаний осуществляют разделение анализируемого раствора на отдельные группы (кроме первой, которую анализируют пробным методом путем отбора пробы, см. схему рис. 1). Разделение на группы осуществляют по схеме рис. 1 с использованием операций промывки осадков на фильтре и проверки полноты осаждения каждой группы.

Аналитическая работа № 7 рассчитана на два лабораторных занятия (по 2 академических часа в каждом). В течение первого занятия рекомендуется:

- провести предварительные испытания;
- осуществить разделение исследуемого раствора на группы по схеме рис. 1 с выделением осадков II группы, III группы (с одновременным обнаружением в нем Ba^{2+} и Ca^{2+}) и суммарного осадка V и VI групп;
- провести анализ раствора IV группы в соответствии со схемами рис. 7, 8 и указаниями к лабораторным работам № 3 и 5;

– провести дробный анализ на определение K^+ и Na^+ (см. рис. 4 и указания к лабораторной работе № 4).

В течении второго занятия рекомендуется:

– провести анализ осадка II группы по схеме рис. 3 и 5, и указаниям к лабораторным работам № 3 и № 4;

– провести разделение V и VI групп из суммарного осадка (по схеме рис. 1) с последующим анализом растворов V и VI групп по схемам и указаниям к лабораторным работам № 3 и 6.

2. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА ВЕСОВЫМ МЕТОДОМ

Цель работы: определить содержание железа в пробе раствора весовым методом.

Сущность работы. Весовое определение железа основано на реакции $Fe^{3+} + 2NH_4OH = Fe(OH)_3 + 2NH_4^+$, которая приводит к образованию осаждаемой формы железа. При прокаливании гидроксид железа полностью переходит в весовую форму: $2Fe(OH)_3 = Fe_2O_3 + 3H_2O$. В данном способе определения железа к пробе раствора добавляют азотную кислоту и нагревают на песчаной бане до кипения, при этом происходит окисление железа до трёхвалентного.

Оборудование и реактивы: муфельная печь; аналитические весы; песчаная баня; фарфоровый тигель; химический стакан объёмом 100-150 мл; воронка; мерная пипетка объёмом 5 мл; беззольный фильтр марки «синяя лента»; стеклянная палочка с резиновым наконечником; азотная кислота, 2 н. раствор; гидроксид аммония, концентрированный раствор; проба раствора для анализа.

Выполнение работы

1. Из пробы раствора мерной пипеткой отобрать в химический стакан аликвоту объёмом 5 мл, добавить около 1 мл азотной кислоты и разбавить раствор в стакане дистиллированной водой до 50 мл. Раствор нагревать на песчаной бане почти до кипения.

2. В горячий раствор при помешивании добавить избыток концентрированного раствора аммиака. Раствор с осадком нагревать ещё несколько минут и проверить полноту осаждения.

Проверка полноты осаждения. Дождаться оседания основной массы осадка гидроксида железа (III) на дно стакана. К раствору добавить несколько капель гидроксида аммония. Если в месте падения капли гидроксида аммония будет наблюдаться образование осадка гидроксида железа, то осаждение проведено не полностью. В этом случае к раствору следует добавить ещё осадителя.

3. Осадок количественно, без потерь, перенести на фильтр, стаканчик и палочку вытереть влажными кусочками фильтровальной бумаги, которые также поместить на фильтр. Осадок промыть на фильтре 2-3 раза горячей дистиллированной водой, в которую добавлено несколько капель раствора аммиака. Затем фильтр с осадком перенести в фарфоровый тигель, предварительно прокалённый до постоянного веса.

4. Осадок высушить на песчаной бане и озолить фильтр в муфельной печи при открытой дверце. Прокаливание ведут 40-60 минут при температуре 800-900°C. Тигель с оксидом железа охладить в эксикаторе над осушителем и взвесить на аналитических весах.

Содержание протокола лабораторной работы

1. Номер задачи.
2. Номер тигля.
3. Масса тигля с осадком.
4. Масса пустого тигля.

Обработка результатов эксперимента

Вычислить концентрацию железа (III) в пробе раствора:

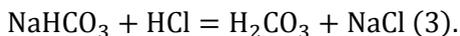
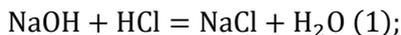
$$C_{\text{Fe}} = 2 \frac{(m_2 - m_1)M_{\text{Fe}}}{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}V_a}, \text{ г/л};$$

где m_1 и m_2 – массы пустого тигля и тигля с осадком, г; M_{Fe} и $M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ – молярные массы железа и оксида железа (III), г/моль; V_a – объём аликвоты, л.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СОДЫ В ПРИСУТСТВИИ ЩЁЛОЧИ

Цель работы: определить содержание соды и щёлочи в пробе раствора при их совместном присутствии методом кислотно-основного титрования.

Сущность работы. Раствор, содержащий гидроксид и карбонат натрия, титруют раствором соляной кислоты. В ходе титрования последовательно протекают следующие реакции:



Каждой реакции соответствует эквивалентная точка. Первую эквивалентную точку с помощью цветных индикаторов определить невозможно, так как скачок рН в ней мал и лежит в сильнощелочной области. Вторую эквивалентную точку, отвечающую полному протеканию реакции (2) и имеющую значение рН = 8,3, можно установить по обесцвечиванию розовой окраски индикатора фенолфталеина. Третьей эквивалентной точке соответствует значение рН = 3,8, которое соответствует переходу окраски метилоранжа от желтой к оранжевой.

Оборудование и реактивы: бюретка объёмом 25 мл; мерная пипетка объёмом 5 мл; коническая колба для титрования объёмом 100-250 мл; химический стакан объёмом 50 мл; соляная кислота, 0,1 н. раствор; фенолфталеин; метилоранж; проба раствора для анализа.

Выполнение работы:

1. Из пробы раствора мерной пипеткой отобрать в коническую колбу для титрования аликвоту объёмом 5 мл.
2. Аликвоту разбавить дистиллированной водой до объёма 20-30 мл.
3. Добавить 2 капли фенолфталеина.
4. Залить в бюретку соляную кислоту, выпустить из носика бюретки воздух и довести уровень раствора до отметки «0».
5. Титровать из бюретки соляной кислотой до полного исчезновения розовой окраски. Окраска не должна восстанавливаться при перемешивании раствора в течение 30 секунд.
6. Записать эквивалентный объём V_2 .
7. Добавить 2-3 капли метилового оранжевого.
8. Не доливая бюретку до нуля, продолжать титрование до перехода жёлтой окраски раствора в оранжевую.

9. Записать эквивалентный объём V_3 .
10. Долить бюретку кислотой до нуля и повторить п.п. 1-9.

Содержание протокола лабораторной работы:

1. Номер пробы.
2. Объем аликвоты V_a , мл.
3. Концентрация соляной кислоты C_{HCl} , экв/л.
4. Объем соляной кислоты, расходуемый на титрование с фенолфталеином:

$$V^1(\text{HCl}), \text{ мл};$$

$$V^2(\text{HCl}), \text{ мл};$$

$$V^{\text{cp}}(\text{HCl})_2, \text{ мл}.$$

5. Объем соляной кислоты, расходуемый на титрование с метиловым оранжевым:

$$V^1(\text{HCl}), \text{ мл};$$

$$V^2(\text{HCl}), \text{ мл};$$

$$V^{\text{cp}}(\text{HCl})_3, \text{ мл}.$$

Обработка результатов эксперимента:

1. Вычислить нормальную концентрацию соды и гидроксида натрия в растворе:

$$C_N(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 2(V^{\text{cp}}(\text{HCl})_3 - V^{\text{cp}}(\text{HCl})_2) \frac{C(\text{HCl})}{V_a}, \text{ экв/л},$$

$$C_N(\text{NaOH}) = (2V^{\text{cp}}(\text{HCl})_2 - V^{\text{cp}}(\text{HCl})_3) \frac{C(\text{HCl})}{V_a}, \text{ экв/л}.$$

2. Выразить содержание соды и щелочи в растворе в г/л:

$$C_{\text{г/л}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{M(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{z} C_N(\text{Na}_2\text{CO}_3), \text{ г/л},$$

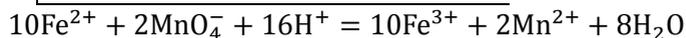
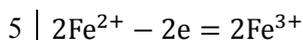
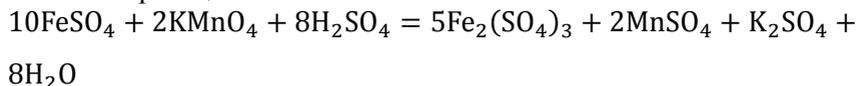
$$C_{\text{г/л}}(\text{NaOH}) = \frac{M(\text{NaOH})}{z} C_N(\text{NaOH}), \text{ г/л}.$$

Для соды значение обменного эквивалента равно 2, для щелочи – 1.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10.
ПЕРМАНГАНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА (2+)

Цель работы: определение содержания железа (2+) в пробе раствора методом перманганометрии.

Сущность работы. Определение содержания железа (2+) основано на реакции:



От первой избыточной капли титранта появляется розовая окраска, по которой отмечают эквивалентную точку.

Оборудование и реактивы: бюретка объёмом 25 мл; мерная пипетка объёмом 5 мл; коническая колба для титрования объёмом 100-250 мл; химический стакан объёмом 50 мл; мерный цилиндр объёмом 10-25 мл; фосфорная кислота, концентрированный раствор; перманганат калия, 0,1 н. раствор; проба раствора для анализа.

Выполнение работы:

1. В конические колбы для титрования мерной пипеткой отобрать аликвоты объёмом 5 мл.

2. К аликвотам мерного цилиндра добавить по 2 мл фосфорной кислоты и разбавить дистиллированной водой до объёма 20-30 мл.

3. Залить в бюретку перманганат калия, выпустить из носика бюретки воздух и довести уровень раствора до отметки «0».

4. Титровать из бюретки раствором перманганата калия до появления розовой окраски избыточного титранта, не исчезающей при перемешивании в течение 1 минуты.

5. Записать эквивалентный объём титранта.

6. Повторить титрование до получения не менее двух сходящихся значений.

Содержание протокола лабораторной работы:

1. Номер пробы.
2. Объем аликвоты V_a , мл.
3. Концентрация перманганата калия $C(\text{KMnO}_4)$, экв/л.
4. Объем тиосульфата натрия, расходуемый на титрование:
 $V^1(\text{KMnO}_4)$, мл;
 $V^2(\text{KMnO}_4)$, мл;
 $V^{\text{ср}}(\text{KMnO}_4)$, мл.

Обработка результатов эксперимента:

1. Вычислить нормальную концентрацию железа (II) в пробе раствора:

$$C_N(\text{Fe}) = \frac{C(\text{KMnO}_4)V^{\text{ср}}(\text{KMnO}_4)}{V_a}, \text{ экв/л.}$$

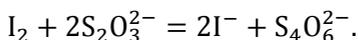
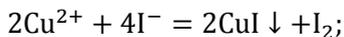
2. Выразить содержание железа (II) в растворе в г/л:

$$C_{\text{г/л}}(\text{Fe}) = \frac{M(\text{Fe})}{z} C_N(\text{Fe}), \text{ г/л.}$$

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 11. ЙОДОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

Цель работы: определить содержание в растворе катионов меди (II) методом йодометрии.

Сущность работы. Определение основано на восстановлении меди (II) до меди (I) йодидом калия и последующем титровании образовавшегося в эквивалентном количестве йода раствором тиосульфата натрия:



Точку эквивалентности определяют по обесцвечиванию крахмала.

Оборудование и реактивы: бюретка объемом 25 мл; мерная пипетка объемом 5 мл; коническая колба для титрования объемом 100-250 мл; химический стакан объемом 50 мл; йодид калия; шпа-

тель; серная кислота, 2 н. раствор; тиосульфат натрия, 0,1 н. раствор; крахмал; проба раствора для анализа.

Выполнение работы:

1. В конические колбы для титрования мерной пипеткой отобрать аликвоты объемом 5 мл.
2. Добавить 10-15 капель серной кислоты.
3. Разбавить дистиллированной водой до 20-30 мл.
4. Шпателем добавить избыток сухого йодида калия.
5. Поместить колбы на 5 минут в темное место для восстановления меди (II) и образования эквивалентного количества йода.
6. Залить в бюретку тиосульфат натрия, выпустить из носика бюретки воздух и довести уровень раствора до отметки «0».
7. К пробе добавить 5-6 капель крахмала, который служит индикатором на йод.
8. Титровать пробу раствором тиосульфата натрия до исчезновения окраски крахмала.
9. Долить бюретку до нуля и повторить титрование со второй аликвотой.
10. Записать эквивалентные объемы.

Содержание протокола лабораторной работы:

1. Номер пробы.
2. Объем аликвоты V_a , мл.
3. Концентрация тиосульфата натрия $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, экв/л.
4. Объем тиосульфата натрия, расходуемый на титрование:
 $V^1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, мл;
 $V^2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, мл;
 $V^{\text{ср}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, мл.

Обработка результатов эксперимента:

1. Вычислить нормальную концентрацию меди (II) в растворе:

$$C_N(\text{Cu}) = \frac{C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)V^{\text{ср}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V_a}, \text{ экв/л.}$$

2. Выразить содержание меди (II) в растворе в г/л:

$$C_{\text{г/л}}(\text{Cu}) = \frac{M(\text{Cu})}{z} C_N(\text{Cu}), \text{ г/л.}$$

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В СОВМЕШНОМ ПРИСУТСТВИИ

Цель работы: определить содержания кальция и магния в совместном присутствии методом комплексонометрического титрования с трилоном Б.

Сущность работы. Задача определения содержания кальция и магния при их совместном присутствии в растворе возникает при определении жёсткости воды. Её решают трилонометрическим методом. В среде аммиачно-хлоридного буфера (смеси растворов NH_4OH и NH_4Cl) с «эриохромом чёрным Т» трилон Б взаимодействует с ионами обоих металлов и полученный эквивалентный объём трилона V_1 отвечает суммарному содержанию кальция и магния. Затем титрование повторяют в сильнощелочной среде, при $\text{pH} = 13-14$ с «мурексидом». При этом эквивалентный объём V_2 отвечает содержанию в пробе только кальция. Содержанию магния соответствует разность полученных эквивалентных объёмов $\Delta V = V_1 - V_2$.

Оборудование и реактивы: бюретка объёмом 25 мл; мерная пипетка объёмом 5 мл; коническая колба для титрования объёмом 100-250 мл; химический стакан объёмом 50 мл; мерный цилиндр объёмом 25-50 мл; трилон Б, 0,05 М раствор; эриохром чёрный Т; мурексид; аммиачно-хлоридный буфер с $\text{pH} = 9$; гидроксид натрия, 1 н. раствор; проба раствора для анализа.

Выполнение работы

1. Определение общего содержания кальция и магния.

1. В конические колбы отбирать пипеткой аликвоты пробы раствора объёмом 5 мл.

2. К аликвотам добавить по 5 мл аммиачно-хлоридного буфера и дистиллированную воду до объёма 20-30 мл.

3. Залить в бюретку трилон Б, выпустить из носика бюретки воздух и довести уровень раствора до отметки «0».

4. Внести в одну из колб немного сухого индикатора «эриохром чёрный Т».

Индикатор следует добавлять до появления достаточно яркого, но не темного цвета раствора. Избыток индикатора, так же как и его недостаточное количество затрудняет установление точки эквивалентности.

5. Титровать из бюретки трилоном Б до перехода красной окраски в синюю.

Титрование следует вести медленно – примерно 1-2 капли в секунду.

6. Долить бюретку до нуля, добавить индикатор ко второй колбе и оттитровать вторую пробу.

7. Записать значения эквивалентных объёмов V_1 .

II. Определение содержания кальция.

1. Мерной пипеткой отбрать в конические колбы аликвоты пробы 5 мл.

2. Прилить дистиллированную воду до объёма 20-30 мл.

3. Добавить к пробам по 5 мл раствора щёлочи.

4. Довести в бюретке уровень трилона Б до отметки «0».

5. Внести в одну из колб немного сухого индикатора «мурексид»

6. Титровать трилоном Б до перехода окраски от розовой к сиреневой.

7. Долить бюретку до нуля, добавить индикатор ко второй колбе и оттитровать вторую пробу.

8. Записать эквивалентный объём трилона Б V_2 .

Содержание протокола лабораторной работы:

1. Номер пробы.

2. Объём аликвоты V_a , мл.

3. Концентрация трилона Б C (ТрБ), моль/л.

4. Объём трилона Б, расходуемый на титрование пробы с эриохромом чёрным Т:

V^1 (ТрБ), мл;

V^2 (ТрБ), мл;

V^{cp} (ТрБ)₁, мл.

5. Объём трилона Б, расходуемый на титрование пробы с мурексидом:

V^1 (ТрБ), мл;

$V^2(\text{ТрБ})$, мл;
 $V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})_2$, мл.

Обработка результатов эксперимента:

1. Вычислить общее содержание кальция и магния в растворе (общую жесткость) и выразить ее в экв/л:

$$C_N(\text{Ca, Mg}) = \frac{C(\text{ТрБ}) * V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})_1}{V_a}, \text{ экв/л,}$$

2. Вычислить молярную концентрацию кальция (II) и выразить ее в г/л.

$$C_M(\text{Ca}) = \frac{C(\text{ТрБ}) * V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})_2}{V_a}, \text{ моль/л.}$$

3. Вычислить молярную концентрацию магния (II) в растворе и выразить ее в г/л.:

$$C_M(\text{Mg}) = \frac{C(\text{ТрБ}) * (V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})_1 - V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})_2)}{V_a}, \text{ моль/л.}$$

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СОДЕРЖАНИЯ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ
ТРИЛОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

Цель работы: ознакомление со способом определения в растворах цветных металлов методом трилонометрического титрования.

Сущность работы. В работе определяют концентрации цветных металлов: меди (2+), никеля и цинка в отдельных пробах титрованием с трилоном Б в присутствии индикаторов в щелочной среде.

Оборудование и реактивы: бюретка объемом 25 мл; мерная пипетка объемом 5 мл; коническая колба для титрования объемом 100-250 мл; химический стакан объемом 50 мл; мерный цилиндр объемом 25-50 мл; трилон Б, 0,05 М раствор; эриохром черный Т; мурексид; хлорид аммония, 1 М раствор; гидроксид аммония, 1 н. раствор; проба раствора для анализа.

Выполнение работы:

Анализ содержания меди

1. Отбрать мерной пипеткой в конические колбы аликвоты объёмом 5 мл.
2. Прилить дистиллированную воду до объёма 20-30 мл.
3. Добавлять по каплям при перемешивании аммиак до получения прозрачного синего раствора.
4. Добавить немного сухого индикатора «мурексид».
5. Титровать раствором трилона Б до перехода окраски индикатора в эквивалентной точке от жёлтой (хаки) к сиренево-фиолетовой.

Анализ содержания кобальта и никеля

1. Отбирать мерной пипеткой в конические колбы аликвоты объёмом 5 мл.
2. Прилить дистиллированную воду до объёма 20-30 мл.
3. Мерным цилиндром добавить 5 мл раствора хлорида аммония.
4. Добавить немного сухого индикатора «мурексид».
5. Титровать раствором трилона Б до перехода окраски индикатора в эквивалентной точке от жёлтой к фиолетовой.

Жёлтую окраску раствора поддерживают аммиаком: если в процессе титрования раствор краснеет, то добавить несколько капель аммиака.

Анализ содержания цинка

1. Отобрать мерной пипеткой в конические колбы аликвоты объёмом 5 мл.
2. Прилить дистиллированную воду до объёма 20-30 мл.
3. Мерным цилиндром добавить 5 мл хлорида аммония.
4. Прибавить немного сухого индикатора «эриохром чёрный Т»
5. Титровать раствором трилона Б до перехода окраски индикатора в эквивалентной точке от красной к синей.

Содержание протокола лабораторной работы:

1. Номер пробы.
2. Объём аликвоты V_a , мл.
3. Концентрация трилона Б C (ТрБ), моль/л.

4. Объем трилона Б, расходуемый на титрование пробы:

$V^1(\text{ТрБ})$, мл;

$V^2(\text{ТрБ})$, мл;

$V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})$, мл.

Обработка результатов эксперимента:

Вычислить молярную концентрацию металла (II) в растворе:

$$C_M(\text{Me}) = \frac{C(\text{ТрБ})V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})}{V_a}, \text{ моль/л.}$$

и перевести её в г/л.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Берлинский И.В. Аналитическая химия: учебное пособие / И.В. Берлинский, О.Л. Лобачева: СПб, Из-во «Лема», 2016. 209 с.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. Часть 1: учеб. для химико-технолог. спец. Вузов / В.П. Васильев: М.: Высш. шк. .1989. 320 с.
3. Васильев В.П. Аналитическая химия. Часть 2. Физико-химические методы анализа: учебник для химико-технологич. специальностей вузов / В.П. Васильев: М. :Высш. шк. , 1989,- 384 с.
4. Васильев В.П. Аналитическая химия. М.: Дрофа, 2004.
5. Васильев В.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум. М.: Дрофа, 2004.
6. Власова И.В. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учебное пособие / И.В. Власова, С.В. Усова: Омск: ОмГУ, 2014. - 111 с.
7. Дибров И.А. Неорганическая химия. Растворы. Сборник задач. Ред. Диб-ров И.А. СПб: Изд-во СПГГИ, 2007.
8. Золотов Ю.А. и др. Основы аналитической химии. В 2 т. Т. 1: учебн. для студ. учреждений высш. проф. образования. 5-е изд., стер. М.: Издательский центр «Академия», 2012. 384 с.
9. Золотов Ю.А. и др. Основы аналитической химии. В 2 т. Т. 2: учебн. для студ. учреждений высш. проф. образования. 5-е изд., стер. М.: Издательский центр «Академия», 2012. 416 с.
10. Петрухин О.М. Аналитическая химия. Химические методы анализа. Ред. Петрухин О.М. М.: Химия, 1993.
11. Петрухин О.М. Практикум по физико-химическим методам анализа. Ред. Петрухин О.М. М.: Химия, 1987. 244 с.
12. Равдель А.А. Краткий справочник физико-химических величин. Издание 9. ред. Равдель А.А., Пономарева А.М. СПб.: Специальная литература, 2003. 240 с.
13. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 1. Общие теоритические основы. Качественный анализ. Учеб. для вузов. 2-е изд., испр. М.: Высш. шк., 2003. 615 с.
14. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. Учеб. для вузов. 2-е изд., испр. М.: Высш. шк., 2003. 559 с.
15. Европейская цифровая библиотека Europeana: <http://www.europeana.eu/portal>
16. Словари и энциклопедии на Академике: <http://dic.academic.ru>
17. Электронная библиотека Российской Государственной Библиотеки (РГБ): <http://www.rsl.ru/>
18. Электронная библиотека IQlib: <http://www.iqlib.ru>

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
УКАЗАНИЯ ПО ТЕХНИКЕ ПРОВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ И ПРАВИЛА ПОВЕДЕНИЯ В ЛАБОРАТОРИИ.....	4
НЕКОТОРЫЕ ПРАВИЛА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТ.....	7
1. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.....	8
Лабораторная работа №1. Действие групповых реагентов .	9
Лабораторная работа №2. Качественные аналитические реакции катионов.....	12
Лабораторная работа №3. Разделение ионов по аналитическим группам и внутри группы.....	21
Лабораторная работа №4. Анализ смеси катионов I и II аналитических групп.....	34
Лабораторная работа № 5. Анализ смеси катионов третьей и четвертой аналитических групп.....	35
Лабораторная работа №6. Анализ смеси катионов пятой и шестой аналитических групп.....	36
Лабораторная работа №7. Анализ смеси катионов всех шести аналитических групп.....	39
2. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.....	41
Лабораторная работа № 8. Определение содержания железа весовым методом.....	41
Лабораторная работа № 9. Определение содержания соды в присутствии щёлочи.....	42
Лабораторная работа № 10. Перманганатометрическое определение содержания железа (2+).....	45
Лабораторная работа № 11. Йодометрическое определение содержания меди.....	46
Лабораторная работа № 12. Определение содержания кальция и магния в совместном присутствии.....	48
Лабораторная работа № 13. Определение содержания цветных металлов трилонометрическим методом.....	50
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	53

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА
МЕТОДЫ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО
ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА**

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01*

Сост.: *И.В. Берлинский, Д.С. Луцкий, М.А. Пономарева, Ю.А. Машукова*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой
физической химии

Ответственный за выпуск *И.В. Берлинский*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 27.05.2020. Формат 60×84/16.
Усл. печ. л. 3,1. Усл.кр.-отт. 3,1. Уч.-изд.л. 2,9. Тираж 75 экз. Заказ 319. С 34.

Санкт-Петербургский горный университет
РИЦ Санкт-Петербургского горного университета
Адрес университета и РИЦ: 199106 Санкт-Петербург, 21-я линия, 2