

# **ХИМИЯ**

## **АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ**

*Методические указания к лабораторным работам  
для студентов бакалавриата направления 20.03.01*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ  
2019**

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

Кафедра общей химии

# ХИМИЯ

## АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

*Методические указания к лабораторным работам  
для студентов бакалавриата направления 20.03.01*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ  
2019

УДК 546 (073)

**ХИМИЯ. Аналитическая химия:** Методические указания к лабораторным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *К.Г. Карпетян, В.А. Черняев*. СПб, 2019. 87 с.

Изложены основные теоретические положения аналитической химии, приведена методика лабораторных работ по дисциплине «Химия». Предложены различные способы обработки результатов экспериментов и оценки ошибок.

Предназначены для студентов бакалавриата направления 20.03.01 «Техносферная безопасность» профиля «Безопасность технологических процессов и производств».

Научный редактор проф. *В.Е. Коган*

Рецензент доц. *С.Д. Дубровенский* (Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет))

## ВВЕДЕНИЕ

В соответствии с задачами установления химического состава различают два вида анализа – качественный и количественный. Задача качественного анализа – обнаружить, какие именно элементы или их соединения входят в состав анализируемого материала. Качественный анализ обычно предшествует количественному; цель последнего – найти количественные соотношения между компонентами пробы.

Присутствие того или иного химического элемента в образце можно обнаружить и не прибегая к химическим реакциям, основываясь непосредственно на изучении физических свойств исследуемого вещества, например окрашивании бесцветного пламени горелки в характерные цвета летучими соединениями некоторых химических элементов.

Методы анализа, при помощи которых можно определить состав исследуемого вещества, не прибегая к использованию химических реакций, называют физическими методами анализа. К физическим методам анализа относятся методы, основанные на изучении оптических, электрических, магнитных, тепловых и других физических свойств анализируемых веществ.

К числу наиболее широко применяемых физических методов анализа относятся следующие.

Спектральный качественный анализ. Спектральный анализ основан на наблюдении эмиссионных спектров (спектров испускания, или излучения) элементов, входящих в состав анализируемого вещества (см. ниже).

Люминесцентный (флуоресцентный) качественный анализ. Люминесцентный анализ основан на наблюдении люминесценции (излучение света) анализируемых веществ, вызываемой действием ультрафиолетовых лучей. Метод применяется для анализа природных органических соединений, минералов, медицинских препаратов, ряда элементов и др.

Для возбуждения свечения исследуемое вещество или его раствор облучают ультрафиолетовыми лучами. При этом атомы ве-

щества, поглотив определенное количество энергии, переходят в возбужденное состояние. Это состояние характеризуется большим запасом энергии, чем нормальное состояние вещества. При переходе вещества от возбужденного к нормальному состоянию возникает люминесценция за счет избыточной энергии.

Люминесценцию, очень быстро затухающую после прекращения облучения, называют флуоресценцией.

Наблюдая характер люминесцентного свечения и измеряя интенсивность, или яркость люминесценции соединения или его растворов, можно судить о составе исследуемого вещества.

В ряде случаев определения ведут на основании изучения флуоресценции, возникающей в результате взаимодействия определяемого вещества с некоторыми реактивами. Известны также люминесцентные индикаторы, применяемые для определения реакции среды по изменению флуоресценции раствора. Люминесцентные индикаторы применяют при исследовании окрашенных сред.

Рентгеноструктурный анализ. С помощью рентгеновских лучей можно установить размеры атомов (или ионов) и их взаимное расположение в молекулах исследуемого образца, т. е. оказывается возможным определить структуру кристаллической решетки, состав вещества и иногда наличие в нем примесей. Метод не требует химической обработки вещества и больших его количеств.

Масс-спектрометрический анализ. Метод основан на определении отдельных ионизированных частиц, отклоняемых электромагнитным полем в большей или меньшей степени в зависимости от отношения их массы к заряду.

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 ве-

щество 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.

Лабораторные работы по физико-химическим методам анализа проводятся с целью закрепления теоретического материала, который излагается на лекциях и самостоятельно прорабатывается студентами по учебникам и учебным пособиям. В ходе лабораторного практикума студенту ставится задача освоить приемы и методы ведения физико-химического эксперимента, приобрести навыки работы с аппаратурой, научиться основным способам обработки экспериментальных данных и оценки погрешностей полученных результатов.

Методические указания в сжатой форме знакомят студентов с основными теоретическими положениями, относящимися к данной лабораторной работе или группе лабораторных работ со схожей тематикой, основным оборудованием и приемами работы на нем, правилами оформления лабораторных протоколов, обработкой результатов эксперимента.

Перед выполнением лабораторной работы студенты должны получить к ней допуск. Для допуска требуется знание теоретических основ выполняемой работы в пределах данных методических указаний, хода ее выполнения, порядка записи и обработки результатов измерений и вычисления погрешностей, наличие протокола ведения эксперимента, содержащего необходимые исходные данные и таб-

лицы для записи экспериментальных данных образец протокола приводится в описании каждой лабораторной работы.

Для выполнения экспериментов после получения допуска студент получает от преподавателя индивидуальное задание.

Полученные результаты эксперимента должны быть сразу занесены в протокол. Он должен быть выполнен по возможности аккуратно, в протокол необходимо занести используемое оборудование, реактивы, все экспериментальные данные, концентрации использованных растворов и др. В конце работы экспериментальные данные предъявляются преподавателю. Протокол является неотъемлемой частью отчета и должен быть подписан преподавателем с указанием даты выполнения работы. Исправления, подтирки, корректор в протоколе не допускаются. Новые измерения должны заноситься ниже прежних и опять подписываться преподавателем. Отчет без подписанного протокола на проверку не принимается, а лабораторная работа выполняется вновь.

Отчет по лабораторной работе вместе с протоколом сдается преподавателю не позднее начала следующей лабораторной работы. Отчет должен быть оформлен в соответствии с индивидуальным заданием согласно методическим указаниям к конкретной работе.

Преподаватель проверяет отчет и может вернуть его для исправления ошибок либо для переделки лабораторной работы. Возврат отчета на исправление допускается не более двух раз и только в течение месяца со дня выполнения работы. По истечении этого срока, если отчет не принят, работа подлежит переделке с новым персональным заданием. Принятый отчет подлежит защите. На защите требуется знание теоретического и практического материала по защищаемой лабораторной работе.

## **ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ**

### **ПОГРЕШНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ**

Точность измерения тем больше, чем меньше **относительная погрешность**  $\varepsilon$ , представляющая собой соотношение абсолютной погрешности  $\Delta x$ ; к самой измеряемой величине:

$$\varepsilon = \frac{\Delta x_i}{x_{\text{ист}}}$$

Абсолютная погрешность результата измерений определяется разностью измеренной и истинной величин:

$$\Delta x_i = x_i - x_{\text{ист}}$$

Точность измерения зависит как от систематических ошибок (правильность), так и от случайных ошибок (воспроизводимость).

Систематические ошибки вызываются факторами, действующими при сколько угодно большом числе измерений, например, неправильная концентрация раствора, сбита нулевая точка стрелочного прибора, недопустимо грубое округление справочных данных. Исключение или сведение к минимуму систематических ошибок является обязанностью любого исследователя.

Случайные ошибки вызываются непредсказуемыми и поэтому не контролируемыми явлениями. Случайные ошибки могут возникать за счет погрешностей при приготовлении растворов, определении концентраций. Величина случайной погрешности (случайной ошибки) серии измерений не может быть меньше точности измерительного прибора. Поэтому представление результатов с точностью лучшей, чем погрешность измерительного прибора, является такой же грубой ошибкой, как и полное игнорирование погрешностей или произвольное «округление» результатов до первой или второй значащих цифр.

Особый тип погрешностей составляют промахи (грубые ошибки), чаще всего возникающие по вине экспериментатора. Это грубые ошибки в получении показаний из-за неверного расчета цены деления, грубые ошибки в расчетах и т.д. Необходимо уметь быстро выделять промахи из серии измерений и исключать их из дальнейшего рассмотрения.



## ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ И РАСЧЕТОВ

Данные экспериментов и полученные их значения различных величин обычно представляют в виде таблиц, графиков или уравнений.

Экспериментальные данные должны быть записаны с максимально возможной точностью. При использовании мерной градуированной посуды (пипеток, бюреток), нецифрового измерительного оборудования (термометров, рН-метров и др.) данные регистрируют, как правило, с точностью до «цена деления пополам».

В таблицах должны быть представлены численные значения с тем числом значащих цифр, которые отвечают погрешности эксперимента. Результаты вычислений следует округлить так, чтобы с одной стороны, не потерять при расчетах точности измерений, а с другой стороны – не приводить лишних цифр расчета, чтобы не создавать ложного представления о высокой точности эксперимента. Поэтому, прежде чем округлять полученные результаты, следует оценить погрешность полученной величины и затем округлить числа так, чтобы последняя цифра (включая ноль) в числе была первой сомнительной цифрой, а предпоследняя отвечала погрешности измерения.

При определении систематической погрешности измерительного оборудования используют его класс, указывающий погрешность в процентах. При отсутствии класса погрешность измерительного оборудования определяют как цену одного деления шкалы. Абсолютную и относительную погрешности обычно округляют до первой или второй значащей цифры. Точность измерения тем больше, чем меньше относительная погрешность, т.е. абсолютная погрешность, отнесенная к самой измеряемой величине.

Результаты вычислений записывают следующим образом:  $x_i \pm \delta x_i$ , где  $x_i$  – измеренная величина;  $\delta x_i$  – абсолютная погрешность.

$$\delta x_i = \frac{\varepsilon}{100} x_{\text{ист.}} = \frac{s_i}{100} \bar{x}.$$

где  $x_{\text{ист.}}$  – истинное значение измеряемой величины;  $\varepsilon$  – относительная погрешность, т.е. абсолютная погрешность, отнесенная к самой измеряемой величине;  $\bar{x}$  – среднеарифметическое значение, которое вычисляется по уравнению:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n},$$

в котором  $n$  – число измерений;  $s_i$  – величина среднеквадратической погрешности, вычисляемой по уравнению:

$$s_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{n-1}}.$$

При ограниченном числе измерений необходимо оценивать вероятность отклонения измеренного и среднего значений от истинного значения, что можно выполнить при помощи понятия среднеквадратического отклонения измеряемой величины  $\sigma$ . Чем меньше среднеквадратическое отклонение, тем измеренное или среднее значение ближе к истинной величине.

Величина среднеквадратического отклонения связана со среднеквадратической погрешностью уравнением:

$$\sigma = t \frac{s_i}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{n(n-1)}},$$

где  $t$  – коэффициент Стьюдента, который берется для заданного значения доверительной вероятности.

В большинстве случаев при выполнении физико-химических измерений величину доверительной вероятности принимают равной 0,95, для которой  $\Delta x_i = 2\sigma$ .

В зависимости от числа измерений коэффициент Стьюдента имеет следующие значения:

|     |      |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |
|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| $n$ | 2    | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   | 8   | 9   | 10  | 11  | 12  | 14  | 15  |
| $t$ | 12,7 | 4,3 | 3,2 | 2,8 | 2,6 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,3 | 2,2 | 2,2 | 2,2 | 2,1 |

Число цифр после запятой и число нулей в больших числах должно быть одинаковым у значения и его абсолютной погрешности. Например, расчет показал, что при доверительной вероятности 0,95 относительная погрешность  $\varepsilon = 1,4512 \% \approx 1,5 \%$ . При такой погрешности значения, полученные расчетным путем, следует округлять и записывать следующим образом:

|                   |                                    |                     |                 |
|-------------------|------------------------------------|---------------------|-----------------|
| Результат         | 12775571 Дж                        | 0,3511253 М         | 3,498325        |
| Запись результата | $(1,278 \pm 0,019) \cdot 10^4$ кДж | $0,351 \pm 0,005$ М | $3,50 \pm 0,05$ |

При составлении таблиц все результаты, которые изменяются незначительно или подлежат усреднению, следует записывать единообразно, т.е. с одинаковым числом значащих цифр и одинаковым порядком.

В названиях всех граф таблицы должны быть указаны величины и их единицы. Одинаковый порядок значений величин данной графы лучше указывать в шапке таблицы (см. пример – таблицу 1).

Таблица 1 - Результаты анализа содержания кальция в пробах воды ( $V_a = 100$  мл)

| № опыта | $V_{\text{ТрБ}}(1)$ , мл | $V_{\text{ТрБ}}(2)$ , мл | $V_{\text{ТрБ}}(\text{ср.})$ , мл | $C_{\text{Ca}} \cdot 10^3$ , М |
|---------|--------------------------|--------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|
| 1       | 3,60                     | 3,60                     | 3,60                              | 1,80                           |
| 2       | 3,30                     | 3,40                     | 3,35                              | 1,68                           |
| 3       | 3,90                     | 3,90                     | 3,90                              | 1,95                           |
| 4       | 3,50                     | 3,50                     | 3,50                              | 1,75                           |
| 5       | 3,90                     | 3,80                     | 3,85                              | 1,93                           |
| 6       | 3,90                     | 4,00                     | 3,95                              | 1,98                           |
| 7       | 4,10                     | 4,00                     | 4,05                              | 2,03                           |
| 8       | 4,80                     | 4,80                     | 4,80                              | 2,40                           |
| 9       | 4,00                     | 4,90                     | 4,95                              | 2,48                           |

Графическое изображение экспериментальных и расчетных данных отличается большей наглядностью, чем табличное. Оно позволяет выявить тенденции изменения функции, заметить экстремальные точки, перегибы, выполнить графическое дифференциро-

вание и интегрирование функций, не интересуясь математическим видом соответствующей зависимости. Недостатком графиков, по сравнению с таблицами, является обычно большая потеря точности при получении с него численных значений аргумента и/или функции.

По оси абсцисс обычно откладывают значения независимой переменной, которая изменяется по воле исследователя: время, температура, давление, другие регулируемые параметры состояния системы. По оси ординат обычно откладывается функция от независимой переменной. Если есть еще и вторая независимая переменная, влияющая на функциональную зависимость, на одном чертеже допустимо построение нескольких кривых. Размер графиков при составлении отчета по лабораторной работе – примерно 10x10 или 15x15 см.

Масштаб следует выбирать так, чтобы координаты любой точки могли быть определены легко и быстро, желательно только путем деления на  $2 \cdot 10^n$ . Масштаб по осям координат следует выбирать таким образом, чтобы графическая зависимость находилась примерно по середине поля построения графика и занимала большую часть графического пространства. Оси следует подписать и указать единицы измерения величин.

После того, как выбран масштаб графика, на него наносят экспериментальные точки. Если для экспериментальных точек определена погрешность, то ее тоже нужно отразить на графике.

В большинстве требуется линеаризовать зависимость, т.е. вместо сложной криволинейной зависимости от аргумента получить прямолинейную зависимость, произведя замену функции и аргумента на некоторые их производные ( $\log x$ ,  $1/x$  и др.). Такие графики удобнее криволинейных тем, что позволяют легко и быстро производить интерполяцию (определение значения функции между ее измеренными значениями), экстраполяцию (определение значения функции за пределами измерений), графическое дифференцирование и интегрирование, находить аппроксимационные уравнения.

Если же линеаризация зависимости невозможна или по какой-либо причине нежелательна, между измеренными точками про-

водят плавную кривую. При построении любых графических зависимостей следует стремиться к тому, чтобы прямая или кривая проходила через большинство точек с учетом погрешности, а выпадающие точки находились равномерно по обе стороны зависимости. Толщина линий должна быть такой, чтобы она не ухудшала точности измерений и расчетов.

Обычно при физико-химических измерениях вид функциональной зависимости известен заранее из теоретических соображений. Соответственно задача исследователя сводится к определению коэффициентов уравнения и определению среднеквадратического отклонения экспериментальных данных от полученных зависимостей.

Проще всего данная задача решается при линейной зависимости между функцией и аргументом. В этом случае необходимо найти коэффициенты  $a$  и  $b$  уравнения  $y = ax + b$ . Простейший способ нахождения этих коэффициентов – графический, т.е. построение соответствующей прямой. Тангенс угла наклона прямолинейной зависимости соответствует  $a$ , а точка пересечения с осью ординат соответствует  $b$ . Однако  $b$  чаще определяют простой подстановкой найденной величины  $a$  в уравнение прямой зависимости. Тангенс угла наклона прямой находят как соотношение длин противолежащего и прилежащего катетов. Длину катета определяют как разность значений в масштабе оси координат. Зависимость можно обработать при помощи Microsoft Excel. Для этого 1) выделить на графике диапазон данных; 2) в меню «диаграмма» выбрать «добавить линию тренда»; 3) выбрать тип линии тренда «линейный»; 4) открыть вкладку «параметры»; 5) отметить позицию «показывать уравнение на диаграмме»; 6) щелкнуть кнопку «ОК». Пример построения и обработки графических зависимостей см. на рис. 1.

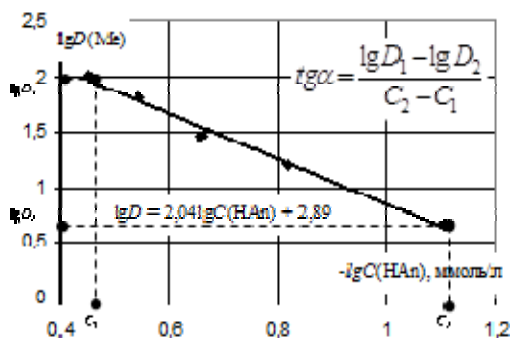


Рис. 1 Пример построения графика и определения величины тангенса угла наклона прямолинейной зависимости

### МЕТОД ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

Метод градуировочного графика является наиболее распространенным и универсальным способом проведения физических и физико-химических определений. Для получения градуировочного графика 1) создают серию контрольных образцов (например, растворов) с известным содержанием определяемого вещества; 2) выполняют измерение физического параметра каждого контрольного образца; 3) получают зависимость (как правило, линейную) между измеряемым физическим параметром и содержанием определяемого вещества. Пример градуировочных зависимостей для различных методов анализа показан на рисунке 2.

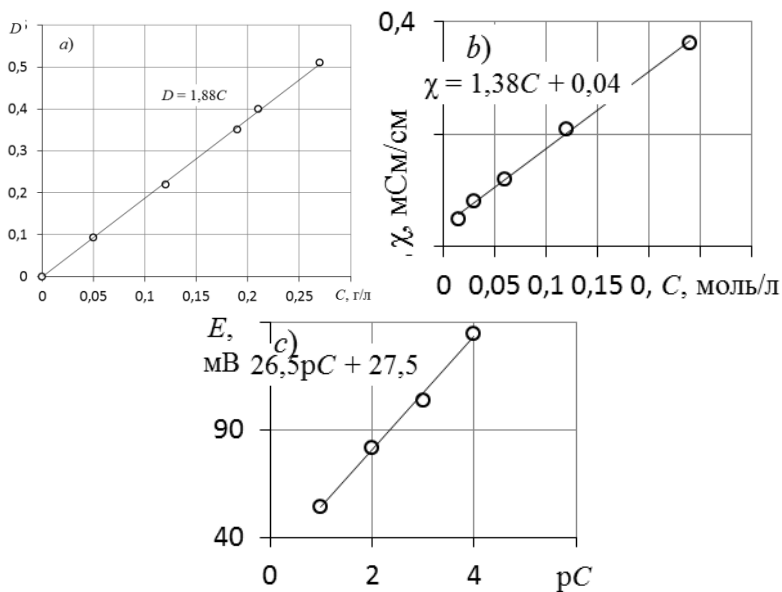


Рис. 2 Примеры градуировочных зависимостей: а) фотометрический анализ; б) кондуктометрический анализ; в) потенциометрический анализ

Для определения содержания вещества в анализируемом образце следует измерить физический параметр и по градуировочной зависимости установить содержание определяемого элемента в образце.

**Пример.** При анализе содержания кадмия в сплаве навеску массой 0,232 г растворили в 20 мл азотной кислоты (раствор № 1,  $V_1 = 20$  мл). После нейтрализации и разбавления раствора № 1 получили 3 л раствора № 2 ( $V_2$ ). Из раствора № 2 в мерную колбу на 50 мл отобрали аликвоту объемом 5,00 мл ( $V_a$ ), ввели необходимые реагенты и довели объем до метки водой (раствор № 3,  $V_3 = 50$  мл). Относительная оптическая плотность раствора № 3, измеренная по отношению к раствору сравнения, оказалась равной 0,42.

Для построения градуировочного графика приготовили четыре контрольных раствора с содержанием кадмия 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 и

1,8 мг/л, относительные оптические плотности которых оказались соответственно равными 0,28; 0,35; 0,40; и 0,47.

Определить массовую долю кадмия в сплаве (%) и его концентрацию (в г/л) в растворе № 1.

**Решение.** 1. Построить градуировочный график в координатах  $D = f(C_{Cd})$ , как показано на рисунке 3:

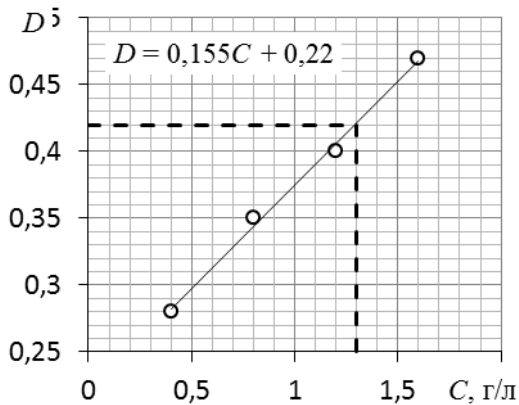


Рис. 3 Градуировочный график фотометрического анализа кадмия

2. По градуировочному графику определить концентрацию кадмия в растворе, соответствующую оптической плотности 0,42 – 1,3 мг/л.

3. Найти массу кадмия в 50 мл раствора:

$$m_{Cd} = C_{Cd}V_3 = 1,3 \cdot 50 \cdot 10^{-3} = 0,065 \text{ мг.}$$

Эта масса кадмия содержалась в 5 мл аликвоты, взятой для проведения анализа.

4. Найти массу кадмия, которая содержалась в 3 л раствора по пропорции:

$$5 \text{ мл} - 0,065 \text{ мг Cd}$$

$$3000 \text{ мл} - x \text{ мг Cd,}$$

$$\text{откуда } x = \frac{3000 \cdot 0,065}{5} = 39 \text{ мг.}$$



Эта масса кадмия содержалась в 20 мл азотнокислого раствора, т.е. в навеске исследуемого материала.

5. Найти концентрацию азотнокислого раствора:

$$C = \frac{m}{V} = \frac{x}{V_1} = \frac{39}{20 \cdot 10^{-3}} = 1,95 \text{ г/л}$$

и массовую долю кадмия в сплаве:

$$\omega_{\text{Cd}} = \frac{m_{\text{Cd}}}{m_{\text{сплава}}} 100\% = \frac{39}{232} 100 = 12,5 \%$$

## **ОБЗОР НЕКОТОРЫХ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА**

### **АНАЛИЗ ПО СПЕКТРАМ ПОГЛОЩЕНИЯ В ВИДИМОЙ ОБЛАСТИ СВЕТА (ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ)**

Любое вещество поглощает и отражает электромагнитное излучение. Вещества, поглощающие излучение с длинами волн 400-760 нм (видимый свет) окрашены. Зависимость светопоглощения от длины волны излучения выражается кривой (спектром) поглощения света данным веществом. Спектр поглощения обычно представляют в виде графика, на котором по оси абсцисс откладывают длину волны, а на оси ординат – оптическую плотность раствора (рис. 4).

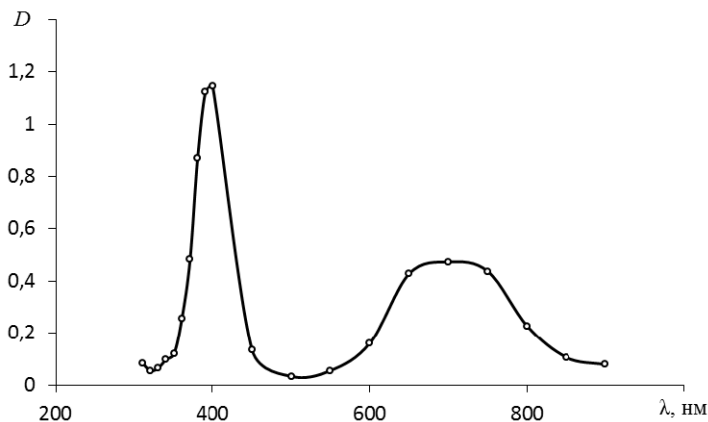


Рис. 4 Спектр поглощения сульфата никеля

Характер и величина поглощения и отражения света зависят от природы вещества и его концентрации в растворе. Это и используют для качественного и количественного анализа.

Для количественного определения вещества фотометрическим методом его переводят в соединение, поглощающее световое излучение. После этого определяют ослабление интенсивности потока излучения при прохождении его через поглощающую среду определенной толщины. Если обозначить за  $I_0$  интенсивность падающего света, а за  $I$  – интенсивность света после прохождения через слой раствора, то отношение

$$A = \frac{I}{I_0}$$

характеризует *пропускание* света слоем раствора. Величина пропускания  $A$  может изменяться от 0 до 1. Если величина  $A$  отнесена к толщине слоя 1 см, то она называется коэффициентом пропускания или экстинкцией  $\epsilon$  раствора.

*Поглощение* излучения характеризуют величиной оптической плотности  $D$ :

$$D = -\lg A = \lg \frac{I_0}{I}$$

Величина оптической плотности может принимать любые значения (от 0 до  $\infty$ ), однако современные приборы позволяют измерять величины оптической плотности, не превышающие 5.

С концентрацией раствора оптическая плотность связана уравнением закона светопоглощения Бугера-Ламберта-Бера, на котором основан количественный анализ:

$$D = \varepsilon l C,$$

где  $C$  – концентрация вещества, моль/л;  $l$  – толщина слоя раствора, поглощающего свет, см;  $\varepsilon$  – коэффициент экстинкции; величина экстинкции зависит от свойств поглощающего свет вещества и для каждого данного вещества остается постоянной (для некоторых соединений  $\varepsilon$  приводятся в справочной литературе).

Если светопоглощение раствора подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера, то оптическая плотность раствора прямо пропорциональна концентрации вещества в растворе. В этом случае график зависимости оптической плотности от концентрации выражается прямой линией, идущей из начала координат. Закон Бугера-Ламберта-Бера справедлив для разбавленных растворов при концентрации веществ менее 0,01 моль/л. При больших концентрациях частицы, поглощающие свет, настолько близко расположены друг к другу, что каждая частица влияет на распределение заряда соседних частиц, что приводит к изменению способности частиц поглощать свет данной волны и отклонению от закона Бугера-Ламберта-Бера. Значительное отклонение от закона Бугера-Ламберта-Бера связано с монохроматичностью светового потока. Отклонения от закона связаны и с химическими процессами в растворе. Диссоциацией и ассоциацией химических соединений; с гидролизом; с образованием гидроксокомплексов и гидроксидов; с взаимодействием с растворителем; с образованием кислых солей; с изменением состава комплексных соединений в связи со ступенчатым характером их образования и др.; с влиянием других веществ, присутствующих в рас-

творе. Отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера могут быть связаны также с потерями на отражение и рассеяние света молекулами анализируемого вещества и растворителя, т.к. проходя через поглощающий слой (например, раствор) часть светового потока будет селективно поглощаться, часть проходить сквозь раствор, а часть отражаться.

Интенсивность отраженного излучения обычно достаточно мала по сравнению с интенсивностью излучения, прошедшего сквозь раствор и поглощенного им. Потери на рассеяние и взаимодействие с молекулами растворителя и примесями снижают за счет использования растворов сравнения. При проведении анализа сравнивают два потока света, в которых интенсивность отраженного света будет одинакова: один, проходящий через исследуемый раствор, а другой – через раствор сравнения. В качестве раствора сравнения используют раствор, в котором содержатся все компоненты, необходимые при анализе элемента, кроме анализируемого вещества. Оптическая плотность раствора сравнения обычно автоматически «зануляется» прибором. Измеряемая величина оптической плотности, таким образом, зависит только от количества определяемого вещества.

Определение концентрации исследуемого вещества чаще всего проводят по методу градуировочного графика.

### ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

При прохождении пучка света через дисперсные системы наблюдается рассеяние или поглощение света твердыми частицами. Это явление положено в основу нефелометрии и турбидиметрии. Сущность обоих методов анализа состоит в переводе анализируемого вещества в малорастворимое соединение, которое должно находиться в виде взвеси.

Интенсивность светового потока, рассеиваемого небольшими твердыми частицами взвеси, описывается уравнением Рэлея:

$$I = I_0 \left( \frac{n_1^2 - n^2}{n^2} \cdot \frac{NV^2}{\lambda^4 r^2} (1 + \cos^2 \beta) \right),$$

где  $I$  и  $I_0$  – интенсивности рассеянного и падающего света соответственно;  $N$  – общее число частиц во взвеси;  $V$  – объем частицы,  $\text{м}^3$ ;  $r$  – расстояние до наблюдателя,  $\text{м}$ ;  $\lambda$  – длина волны падающего света,  $\text{м}$ ;  $\beta$  – угол между направлением падающего и рассеянного света;  $n_1$  и  $n$  – показатели преломления частицы и среды соответственно,  $\frac{n_1^2 - n^2}{n^2} = F$  – фактор преломления.

В турбидиметрическом анализе измеряют ослабление светового потока. Фотоэлемент при этом расположен по направлению прохождения света. Интенсивность светового потока уменьшается вследствие поглощения и рассеяния светового потока и определяется уравнением:

$$\lg \frac{I_0}{I} = K' \frac{Cld^3}{d^4 + \alpha\lambda^4},$$

где  $d$  – средний диаметр поглощающий свет частиц;  $K'$  и  $\alpha$  – константы, зависящие от метода измерения и природы суспензии;  $\lambda$  – длина волны;  $l$  – толщина поглощающего слоя;  $C$  – концентрация определяемого вещества;  $I_0$  и  $I$  – интенсивность потока света – падающего и прошедшего через исследуемый раствор соответственно.

При аналитических определениях измерения проводятся при постоянных значениях среднего диаметра частиц  $d$ , характера суспензии  $K'$  и  $\alpha$ , длине волны  $\lambda$ .

Обозначив  $K = K' \frac{d^3}{d^4 + \alpha\lambda^4}$ , получим

$$\lg \frac{I_0}{I} = KIC \text{ или } D = KIC,$$

где  $K$  – молярный коэффициент мутности.

## ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

Люминесценцией называют свойство веществ излучать свет под действием различных возбуждающих факторов. Когда говорят о люминесцентном (флуоресцентном) анализе, под этим обычно понимают фотолюминесценцию или флуоресценцию, т. е. излучение света под действием ультрафиолетового излучения.

Очень важной характеристикой люминесценции является ее энергетический выход  $V_{\text{эн}}$  – отношение излучаемой энергии люминесценции  $E_{\text{л}}$  к энергии поглощенного кванта  $E_{\text{в}}$ :

$$V_{\text{эн}} = \frac{E_{\text{л}}}{E_{\text{в}}} .$$

Энергетический выход определяет область длин волн ультрафиолетового света, в которой проводят люминесцентный анализ.

Отношение числа излучаемых квантов  $N_{\text{л}}$  к числу поглощенных квантов  $N_{\text{в}}$  называют квантовым выходом люминесценции:

$$V_{\text{кв}} = \frac{N_{\text{л}}}{N_{\text{в}}} .$$

Квантовый выход характеризует предел обнаружения вещества люминесцентным методом. Чем больше квантовый выход, тем меньшие количества вещества можно определить.

В основе количественных определений люминесцентным методом лежит закон Бугера:

$$I = 2,3 \cdot x \cdot x' \cdot V_{\text{кв}} \cdot \varepsilon \cdot l \cdot C ,$$

где  $x$ ,  $x'$  – коэффициенты пропорциональности,  $I_0$  – интенсивность падающего света,  $\varepsilon$  – молярный коэффициент поглощения,  $l$  – толщина светопропускающего слоя,  $C$  – концентрация определяемого компонента.

При аналитических люминесцентных определениях все измерения проводят при определенных значениях  $x$ ,  $x'$ ,  $I_0$ ,  $\epsilon$ ,  $l$ ,  $V_{\text{кв.}}$ . Объединяя их в одну постоянную величину, получаем:

$$I = K \cdot C.$$

## ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

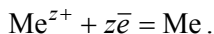
### ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ И ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

#### КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Измеряемой величиной при проведении потенциометрических анализов является разность потенциалов, возникающая между двумя электродами. Один из электродов является *индикаторным*. Потенциал индикаторного электрода зависит от активностей компонентов соответствующих окислительно-восстановительных систем и подчиняется уравнению Нернста. Другой электрод называют электродом сравнения или вспомогательным. Потенциал вспомогательного электрода не должен зависеть от состава раствора.

В аналитической химии чаще всего применяют следующие типы электродов.

*Электрод первого рода* является одним из компонентов системы, определяющей потенциал. Так, например, металлы, будучи погруженными в раствор своей соли, способны обмениваться с раствором ионами и, таким образом, образовывать окислительно-восстановительную систему, определяющую потенциал электрода

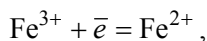


Потенциал индикаторного электрода является линейной функцией логарифма активности (концентрации) катионов металла в растворе:

$$\varphi_{\text{Me}^{z+}/\text{Me}} = \varphi_{\text{Me}^{z+}/\text{Me}}^{\circ} + \frac{RT}{zF} \cdot \ln a_{\text{Me}^{z+}}.$$

*Окислительно-восстановительный электрод* состоит из компонентов, находящихся в растворе. В этом случае индикаторным электродом служит инертный металл (обычно платина или золото), который не принимает участия в реакции, а служит лишь передатчиком электронов между компонентами окислительно-восстановительной системы, поэтому только последние определяют величину потенциала электрода.

Примером может служить платина, погруженная в раствор, содержащий  $\text{Fe}^{2+}$  и  $\text{Fe}^{3+}$ . В этом случае на электроде протекает реакция



для которой уравнение Нернста представлено формулой:

$$\varphi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = \varphi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^0 + \frac{RT}{F} \cdot \ln \frac{a_{\text{Fe}^{3+}}}{a_{\text{Fe}^{2+}}}.$$

В настоящее время все большее применение получают *мембранные электроды*, которые представляют собой тонкую мембрану, способную обмениваться с раствором ионами. Вследствие такого обмена на границе мембрана – раствор устанавливается потенциал, зависящий от концентрации обмениваемых ионов в растворе.

*Электроды второго рода* представляют собой металл, покрытый слоем своей малорастворимой и погруженный в раствор, содержащий одноименные с этой солью анионы. Потенциал таких электродов определяется активностью соответствующих анионов:

$$\varphi = \varphi^0 - \frac{RT}{zF} \cdot \ln a_{\text{An}^{z-}}.$$

Примером электродов второго рода может служить хлорсеребряный электрод:  $\text{Ag}, \text{AgCl} | \text{KCl}$ . При применении насыщенного раствора хлорида калия потенциал хлорсеребряного электрода перестает зависеть от концентрации ионов хлора и определяется только температурой. Благодаря этому хлорсеребряный электрод применяется в качестве *электрода сравнения*.



Электроды сравнения погружают непосредственно в исследуемый раствор или соединяют с ним посредством электролитического мостика – стеклянной U-образной трубки, наполненной электролитом (чаще всего хлоридом или нитратом калия).

Существуют два основных варианта проведения потенциометрического анализа растворов: метод прямой потенциометрии и потенциометрическое титрование.

### **МЕТОД ПРЯМОЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИИ**

Для проведения измерения ячейку, состоящую из индикаторного электрода и вспомогательного электрода, погруженных в исследуемый раствор, включают в схему, измеряющую ЭДС - как правило, к высокоомному потенциометру, который отградуирован в единицах  $\mu\text{В}$  и мВ. Концентрацию определяемых ионов находят по градуировочному графику, построенному в координатах  $E = f(-\lg C)$  (см. рис. 2с).

Этим способом устанавливают также состав и константы устойчивости комплексных соединений, применяемых в аналитической химии. В этих случаях необходимо знать активность (концентрацию) свободных ионов металла, образующихся при диссоциации комплексного соединения. Ее можно найти, измеряя потенциал металлического (или мембранного) электрода в растворе комплексного соединения.

### **ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ**

Потенциометрическое титрование является методом объемного анализа, в котором конец титрования определяют по резкому изменению потенциала индикаторного электрода вблизи точки эквивалентности. Это объясняется тем, что между электродным потенциалом и показателем концентрации (активности) ионов или показателем отношения окислителя к восстановителю существует линейная зависимость. Таким образом, потенциометрическое титрование, как и обычное титрование, основано на резком изменении вблизи точки эквивалентности концентрации анализируемого вещества при прибавлении к раствору небольшого количества титрующего реагента.

Выбор индикаторного электрода при потенциометрическом титровании определяется типом протекающей реакции и природой присутствующих в растворе ионов.

При реакциях окисления – восстановления в качестве индикаторного электрода чаще всего используют электроды из индифферентного металла (платины, золота). При реакциях нейтрализации индикаторными могут служить различные электроды, потенциал которых зависит от pH, (стеклянный, водородный). При реакциях осаждения и комплексообразования обычно используют электроды, потенциал которых является функцией концентрации (активности) ионов, принимающих участие в реакции комплексообразования или осаждения. Например, серебряный электрод может быть использован при определении серебра, а также ряда ионов ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{CN}^-$ ), дающих с ионами серебра малорастворимые соли или прочные комплексы.

При потенциометрическом титровании, как и при любом другом титровании, необходимо определить точки эквивалентности. Для нахождения точки эквивалентности наиболее простым и удобным способом является графическое построение кривой титрования. При этом на оси абсцисс откладывают объем прилитого титрованного раствора ( $V$ ), а на оси ординат – соответствующие значения ЭДС ячейки ( $E$ ). точку эквивалентности находят по перегибу кривой титрования:

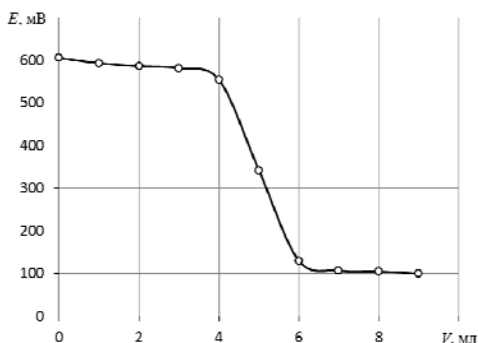


Рис. 5 Кривая потенциометрического титрования

Более точно точка эквивалентности находится по пересечению ветвей дифференциальной кривой титрования (рис. 6), построенной в координатах  $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$ , где  $\Delta E = E_{n+1} - E_n$ , например,  $\Delta E_1 = E_1 - E_0$ ,  $\Delta E_2 = E_2 - E_1$  и т. д.,  $\Delta V$  – шаг титрования.

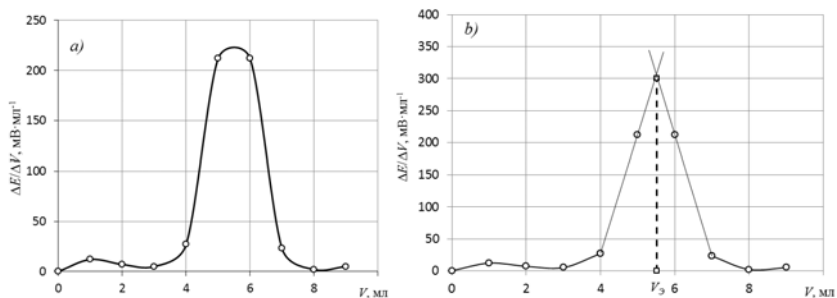


Рис. 6 Дифференциальная кривая потенциметрического титрования (а) и ее обработка (b).

## КОНДУКТОМЕТРИЯ

### КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Анализ растворов, основанный на измерении их электропроводности, называется кондуктометрическим анализом. В этом методе, применяемом для определения концентрации самих разнообразных веществ, используются реакции образования малодиссоциированных (например, вода), малорастворимых или комплексных соединений.

Электропроводность растворов вызывается подвижностью ионов, образующихся при диссоциации электролитов в полярных растворителях. Перенос электричества в растворах электролитов осуществляется ионами. Как и все проводники, растворы электролитов характеризуются определенным сопротивлением. Величина, обратная сопротивлению, называется электропроводностью. В электрохимии различают несколько видов электропроводности.

*Удельная электропроводность* представляет собой величину, обратную удельному сопротивлению:

$$\chi = \frac{1}{\rho}.$$

Величина  $\chi$  ( $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$  или  $\text{См/м}$ ) представляет собой электропроводность единичного объема раствора ( $1 \text{ м}^3$ ), помещенную между параллельными электродами единичной площади ( $1 \text{ м}^2$ ), находящимися на расстоянии, равном единице ( $1 \text{ м}$ ).

*Молярная электропроводность* представляет собой отношение удельной электропроводности к молярной концентрации электролита:

$$\mu = \frac{\chi}{C_M} \cdot 10^{-3}.$$

Молярная электропроводность равна проводимости раствора, содержащего 1 моль электролита, помещенного между параллельными электродами на расстоянии 1 м друг от друга.

*Эквивалентную электропроводность* представляет собой отношение удельной электропроводности к нормальной концентрации электролита:

$$\lambda = \frac{\chi}{C_N} \cdot 10^{-3} = \frac{\mu}{z},$$

где  $z$  - число эквивалентов.

Существуют два основных варианта проведения кондуктометрического анализа растворов: метод прямой кондуктометрии и кондуктометрическое титрование.

### **ПРЯМАЯ КОНДУКТОМЕТРИЯ**

Концентрация электролита может быть определена по электропроводности раствора, так как в определенных пределах существует прямая пропорциональность между этими величинами. Метод широко используют для определения индивидуальных электролитов в растворе, для контроля процесса очистки воды, оценки загрязненности сточных вод, определяют степень чистоты неорганических или органических препаратов.

## КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Кондуктометрическое титрование используется при определении индивидуальных веществ и анализе разнообразных смесей. При выполнении анализа получают экспериментальную зависимость удельной электропроводности раствора от количества добавленного титранта, которую называют кривой кондуктометрического титрования. Кривые кондуктометрического титрования могут иметь вид, показанный на рис. 7.

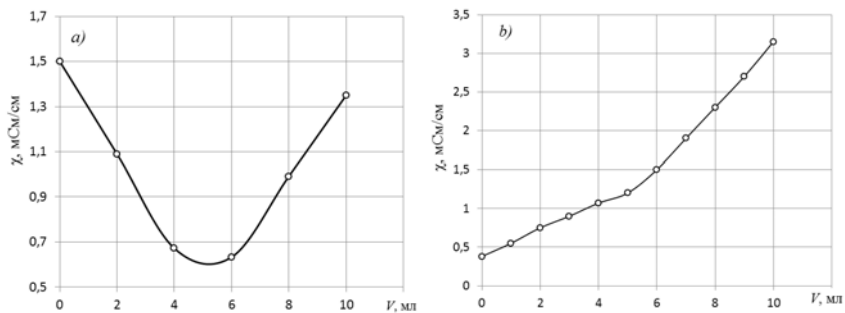


Рис. 7 Кривые кондуктометрического титрования при титровании сильным основанием: (а) – сильной кислоты; (б) – слабой кислоты; (с) – смеси сильной и слабой кислот

Кривые титрования обрабатывают графически, как показано на рис. 8: проводят прямые линии, соответствующие ходу ветвей кривой титрования, от места пересечения прямых опускают перпендикуляр к оси абсцисс и определяют точное значение эквивалентного объема титранта.

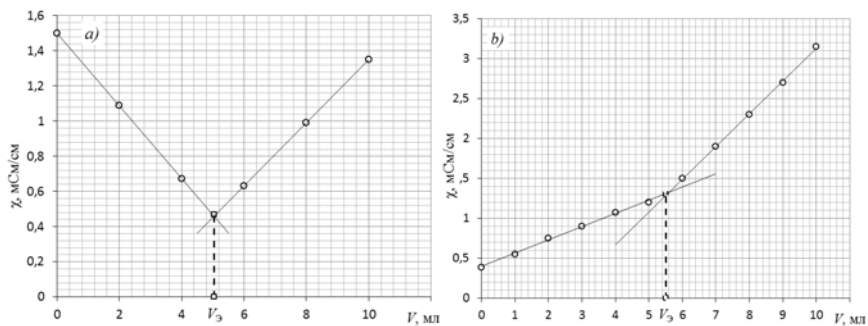


Рис. 8 Графическое определение точки эквивалентности по кривой кондуктометрического титрования сильной (а) и слабой (б) кислоты щелочью

К преимуществам метода кондуктометрического титрования относится возможность дифференцированного определения веществ в многокомпонентных смесях в водных растворах. Другим преимуществом метода является возможность определений в окрашенных и мутных растворах, а также в присутствии окислителей и восстановителей, ограничивающих применение других методов.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1. ДЕЙСТВИЕ ГРУППОВЫХ РЕАГЕНТОВ

**Цель работы:** изучить действие групповых реагентов.

### СУЩНОСТЬ РАБОТЫ

Действие групповых реагентов позволяет разделить катионы металлов, находящихся в растворе, что необходимо для последующего выполнения качественных аналитических реакций. Выделение катионов различных групп основано на химических свойствах веществ, например, на способности давать нерастворимые соли хлоридов или сульфатов и на различии в кислотно-основных свойствах гидроксидов металлов.

### ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

*В штативе:* нитрат свинца (II), хлорид бария, хлорид кальция, сульфат аммония, сульфат цинка, сульфат хрома (III), хлорид железа (III), сульфат марганца (II), сульфат магния, сульфат никеля, сульфат меди (II), сульфат кадмия, гидроксид аммония, гидроксид натрия, гидроксид калия – 5 % растворы. *В лаборатории:* держатель для пробирок, воронка, фильтры. *В вытяжном шкафу:* песчаная баня, колбонагреватель, колба с дистиллированной водой, кислота соляная, кислота серная – 2 н. растворы, гидроксид калия, гидроксид натрия – 6 н. растворы, гидроксид аммония – концентрированный раствор. *Получать в лаборантской:* нитрат серебра, нитрат ртути (I), нитрат ртути (II) – 5 % растворы; пробирки – 5 шт., штатив для пробирок – 1 шт. стеклянная палочка для перемешивания, индикаторная бумага.

### 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  $\text{CaSO}_4$ . 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  $\text{NaOH}$ .

**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 (III). Добавить избыток концентрированного раствора гидро-



ксида 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 рисунке 9. Чтение и понимание такого рода схем является особенно полезным для студентов металлургических, обоганительных и экологических специальностей, технологическую основу которых составляют различные процессы разделения компонентов (минералов, ионов и т.д.).

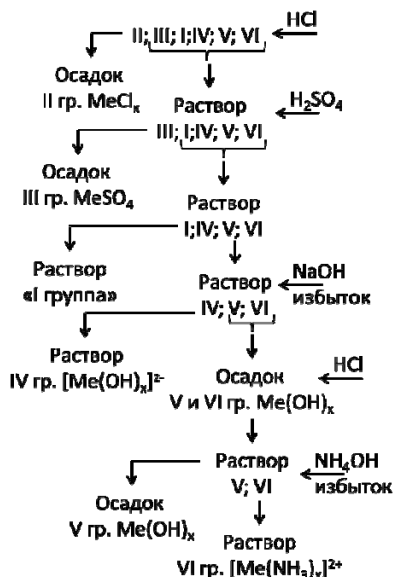


Рис. 9 Схема разделения смеси катионов на аналитические группы

## СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

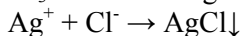
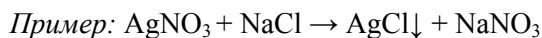
В протокол лабораторной работы заносят название и химические формулы реагентов, задействованных в конкретном опыте, а также наблюдаемый результат эксперимента.

В протокол лабораторной работы вносятся химические формулы использованных реагентов и наблюдения по каждому опыту.

*Пример:*  $\text{AgNO}_3 + \text{NaCl} \rightarrow$  (образование осадка белого цвета).

### **ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА**

При обработке результатов эксперимента таблицу протокол лабораторной работы дополняют формулой основного продукта реакции, записывают уравнения реакций в молекулярной и ионной формах.



(образование осадка белого цвета)

### **СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ**

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2. КАЧЕСТВЕННЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ**

**Цель работы.** Изучить протекание качественных реакций на некоторые катионы в рамках выполнения качественного химического анализа по кислотно-основному методу.

#### **СУЩНОСТЬ РАБОТЫ**

Изучение качественных реакций катионов, особенностей их проведения и результатов необходимо для успешного выполнения последующего лабораторного практикума по качественному химическому анализу.

#### **ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ**

*В штативе:* хлорид натрия, хлорид калия, хлорид аммония, дигидроантимонат натрия, нитрат свинца (II), йодид калия, хромат

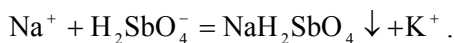
калия, сульфат натрия, сульфат цинка, хлорид бария, хлорид кальция, сульфат хрома (III), сульфат алюминия, сульфат цинка, ацетат натрия, сульфат магния, гидроортофосфат натрия, гидроксид аммония, сульфат марганца (II), хлорид железа (III), роданид (тиоцианат) калия, сульфат меди (II), сульфат кобальта (II), сульфат никеля (II), сульфат кадмия (II), 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, 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.

## ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

### ПЕРВАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

1. Катион  $\text{Na}^+$  – в водных растворах бесцветен.

Определяется по обменной реакции с дигидроантимонатом калия  $\text{KH}_2\text{SbO}_4$ , образующим с водным раствором соли натрия в нейтральной среде (pH~7) белый кристаллический осадок дигидроантимоната натрия:



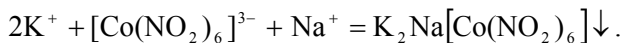
*Примечание:* при pH < 7 выпадает белый аморфный осадок сурьмяной кислоты  $\text{H}_3\text{SbO}_4$ !

**Ход анализа.** В пробирку внести 2-3 капли раствора соли натрия и прибавить равный объем реактива. Для улучшения выпадения

ния осадка можно потерять внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой, охладить реакционную смесь.

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

Определяется по реакции с гексанитрокобальтатом (III) натрия  $Na_3[Co(NO_2)_6]$ , образующим с водным раствором соли калия в слабокислой среде (рН=4-6) желтый осадок двойной комплексной соли – гексанитрокобальтата (III) натрия-калия:

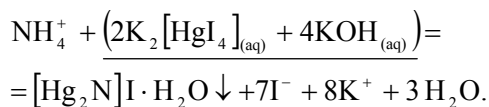


**Ход анализа.** В пробирку внести 2-3 капли соли калия и прибавить значительный избыток раствора реагента, энергично перемешать.

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

Реактив Несслера, который является щелочным раствором – тетраиодомеркурата (II) калия  $K_2[HgI_4]$ , образует с растворами аммонийных солей бурый осадок иодида основания Миллона, имеющего химическую формулу  $[Hg_2N]I \cdot H_2O$ . Это соединение можно рассматривать как продукт замещения иодом гидроксильной группы в гидратированном основании Миллона  $[HgI_4]OH \cdot H_2O$ . Основание Миллона содержит катион  $[Hg_2N]^+$ , который можно рассматривать как ион  $NH_4^+$ , в котором четыре атома водорода замещены двумя атомами ртути.

Аналитическая реакция протекает по следующему уравнению:



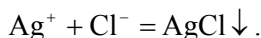
**Ход анализа.** К 2-3 каплям раствора соли аммония добавить 4-6 капель (избыток) реактива Несслера ( $2 K_2[HgI_4]_{(aq)} + 4 KOH$ ).

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

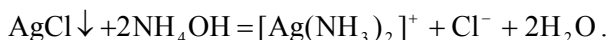
## ВТОРАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

4. Катион  $\text{Ag}^+$  – в водных растворах бесцветен.

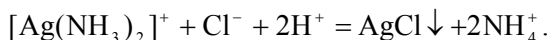
Определяется по обменной реакции с хлоридом натрия (или соляной кислотой) с образованием белого осадка хлорида серебра:



При наличии в растворе остальных катионов этой же аналитической группы ( $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ ) 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:



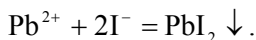
Определение серебра проводят из его аммиачного раствора разложением соответствующего аммиаката азотной кислотой по реакции:



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

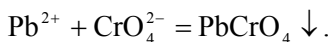
5. Катион  $\text{Pb}^{2+}$  – в водных растворах бесцветен.

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.

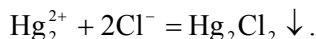
Б. можно обнаружить по реакции с хроматом калия. Образуется желтый осадок:



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

6. Катион  $\text{Hg}_2^{2+}$  (димер **Hg (I)**) – в водных растворах бесцветен.

**А.** Определяется после предварительного осаждения каломели  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ :

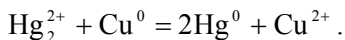


При взаимодействии белого осадка каломели с гидроксидом аммония образуется темный осадок, состоящий из черной металлической ртути и хлорида амидортути (II) белого цвета. Вместе они образуют темный осадок.



**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:

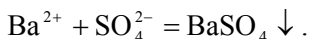


**Ход анализа.** Медную пластину предварительно обработать азотной кислотой для удаления пассивирующей пленки оксида меди, промыть водой и протереть фильтровальной бумагой. На подготовленную медную пластину капнуть раствор нитрата ртути (I) и наблюдать образование светлого металлического пятна.

### ТРЕТЬЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

7. Катион  $\text{Ba}^{2+}$  – 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  $\text{Ca}^{2+}$  – в водных растворах бесцветен.

Определяется по реакции, аналогичной обнаружению бария:

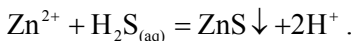


Однако сульфат кальция более растворим, чем сульфат бария. Для понижения растворимости сульфата кальция добавляют этиловый спирт или ацетон (50 % от объема раствора), что способствует выпадению осадка. К понижению растворимости  $\text{CaSO}_4$  приводит также нагревание раствора и добавление избытка серной кислоты.

### ЧЕТВЕРТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

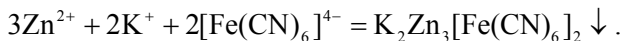
9. Катион  $\text{Zn}^{2+}$  – в водных растворах бесцветен.

**А.** Определяется по реакции с сероводородом или сульфидом натрия при  $\text{pH} \sim 2$  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.

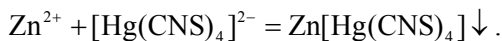
**Б.** В отсутствие железа присутствие ионов цинка определяют по реакции с гексацианоферратом (II) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  («желтой кровяной солью»). При этом образуется белый осадок двойной соли – гексацианоферрата (II) цинка-калия, растворимый в щелочах:



Эта реакция отличает  $\text{Zn}^{2+}$  от  $\text{Al}^{3+}$ , который с  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  осадка не образует.

**Ход анализа.** К нескольким каплям соли цинка добавить гексацианоферрат (II) калия до выпадения белого осадка.

**В.** В отсутствие солей кобальта, никеля и железа, цинк определяют по реакции с тетрароданомеркуриатом аммония  $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ , приводящей к образованию белого осадка тетрароданомеркуриата цинка:



*Примечание.* Данную реакцию ведут в слабокислой среде ( $\text{pH} = 5$ ), т.к. осадок  $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$  в сильных кислотах растворим, а под действием щелочей применяемый реагент  $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$  разлагается с образованием желтого осадка  $\text{HgO}$ .

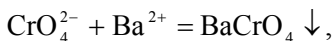
**Ход анализа.** К нескольким каплям соли цинка добавить тетрароданомеркуриат аммония до выпадения белого осадка.

10. Катион  $\text{Cr}^{3+}$ . Растворы солей хрома (III) имеют зеленую окраску. Растворы солей хрома (VI), в щелочных средах представленные хроматами  $\text{CrO}_4^{2-}$ , окрашены в желтый цвет, а в более кислых средах, представленные дихроматами  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , имеют оранжевую окраску. Определение  $\text{Cr}$  (III) основано на предварительном его окислении пероксидом водорода в щелочной среде до хроматов:

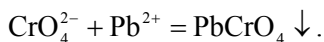


с последующей его идентификацией. При наличии в растворе сульфат-ионов, проверка раствора на наличие в нем ионов хрома выполняется способами **Б** или **В**.

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

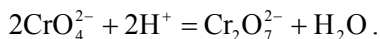






**Ход анализа.** К 2-3 каплям раствора соли хрома (III) добавить щелочь до полного растворения образующегося осадка гидроксида хрома (III), а затем 5-7 капель 30 % раствора пероксида водорода и кипятить до исчезновения мелких пузырьков. Желтый цвет полученного раствора свидетельствует о полном окислении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

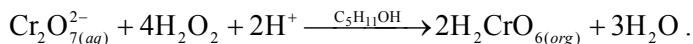
**В.** Перевод хромат-ионов в дихромат-ионы в кислой среде по реакции:



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:  $\text{Cr}_3\text{O}_{10}^{2-}$ ,  $\text{Cr}_3\text{O}_{13}^{2-}$  и т.д.

**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 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:



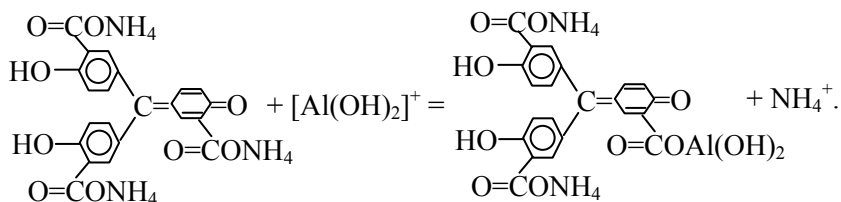
Надхромовая кислота имеет синий цвет. В водных растворах быстро разлагается с образованием зеленого раствора хрома (III), поэтому соответствующую реакцию проводят в присутствии амилового спирта, в котором раствор надхромовой кислоты значительно устойчивее.

**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:



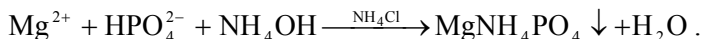
Реакция протекает только при  $\text{pH} = 5$  в среде ацетатного буферного раствора (смесь растворов  $\text{CH}_3\text{COOH}$  и  $\text{CH}_3\text{COONa}$  в соотношении 1:2), т.к. в ходе реакции алюминий замещает однозарядный катион аммония в виде гидроксокомплекса  $[\text{Al}(\text{OH})_2]^+$ , 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  $\text{pH}$ . Точно значение  $\text{pH} = 5$  устанавливают добавлением уксусной кислоты (при  $\text{pH} > 5$ ) или ацетата натрия (при  $\text{pH} < 5$ ). 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  $\text{pH} \approx 9$  в присутствии ионов аммония. Реакция идет с образованием белого кристаллического осадка двойной соли – ортофосфата аммония-магния:

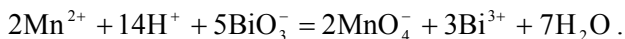


Назначение добавки  $\text{NH}_4\text{Cl}$  заключается в увеличении концентрации ионов аммония в растворе для снижения требуемого расхода гидроксида аммония и предотвращения образования осадка гидроксида магния.

**Ход анализа.** К 2 каплям раствора соли магния добавить раствор хлорида аммония, 2 капли гидроортофосфата натрия и гидроксид аммония (2 н.) до  $\text{pH} = 9$  (по каплям, при перемешивании и измерении  $\text{pH}$  после добавления каждой капли). Если белый кристаллический осадок не образуется, то необходимо добавить  $\text{NH}_4\text{Cl}$  и потереть внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой.

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

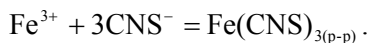
Определяется окислением до  $\text{Mn}$  (VII) висмутатом натрия в азотнокислой среде с образованием розового раствора марганцевой кислоты:



**Ход анализа.** К двум каплям раствора соли марганца (II) прибавить 2 мл 6 н. раствора азотной кислоты и немного кристаллического висмутата натрия (на кончике шпателя). Смесь перемешать. При этом образуется раствор марганцевой кислоты розового цвета.

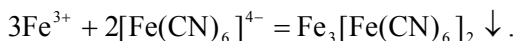
14. Катион  $\text{Fe}^{3+}$  – растворы имеют желтую окраску.

**А.** 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.

**Б.** Другим известным способом определения железа (III) является реакция с гексацианоферратом (II) калия. При этом образуется темно-синий осадок гексацианоферрата (III) железа (II) («берлинская лазурь»):

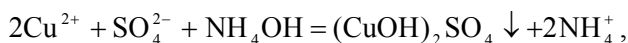


**Ход анализа.** К нескольким каплям раствора соли железа (III) добавить по каплям раствор гексацианоферрата (II) калия до образования темно-синего осадка.

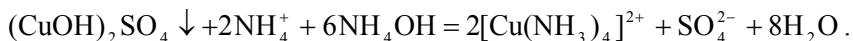
#### ШЕСТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

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

**А.** Определяется по реакции комплексобразования 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):

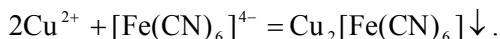


который растворяется в избытке гидроксида аммония<sup>^</sup>

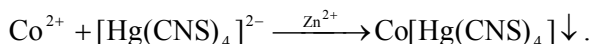


**Ход анализа.** К нескольким каплям раствора соли меди добавить по каплям 2 н. раствор гидроксида аммония, наблюдая сначала образование зеленого осадка, а затем его растворение с образованием ярко-синего раствора.

**Б.** Более чувствительным, чем реакция с аммиаком, является обнаружение  $\text{Cu}^{2+}$  с гексацианоферратом (II) калия. При  $\text{pH} \leq 7$  образуется красно-бурый осадок гексацианоферрата (II) меди:



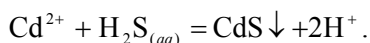




**Ход анализа.** К 2-3 каплям раствора соли кобальта (II) добавить 1-2 капли ацетатного буфера (pH≈5), избыток тетрароданомеркурата аммония, 1-2 капли раствора сульфата цинка и перемешать. Примечание. Выпадение осадка может происходить через некоторое время после смешивания реактивов.

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

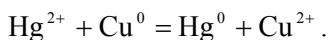
Определяется по реакции с сероводородом при pH = 0,5-0,8 с образованием желтого осадка сульфида кадмия, в разбавленных растворах образуется коллоидный раствор также желтого цвета:



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

19. Катион  $\text{Hg}^{2+}$  – 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.

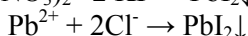
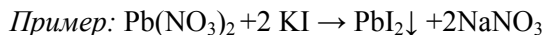
## СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

В протокол лабораторной работы вносятся химические формулы использованных реагентов и наблюдения по каждому опыту.

*Пример:*  $\text{PbNO}_3 + \text{KI} \rightarrow$  (образование осадка желтого цвета)

## ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

При обработке результатов эксперимента таблицу протокол лабораторной работы дополняют формулой основного продукта реакции, записывают уравнения реакций в молекулярной и ионной формах.



(образование осадка желтого цвета)

## СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

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

### СУЩНОСТЬ РАБОТЫ

Изучение качественных реакций катионов, особенностей их проведения и результатов необходимо для успешного выполнения последующего лабораторного практикума по качественному химическому анализу.

### 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, во-

ронка, 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 лабораторной*: 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.

## ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

### 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 I». «Раствор I» будет содержать катионы I аналитической группы. Осадок будет содержать элементы II аналитической группы.



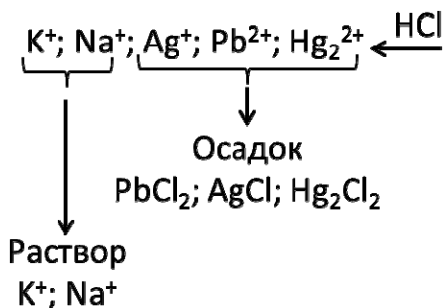


Рис. 10 Схема разделения катионов I и II аналитических групп

**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. Обратит внимание на цвет осадка на фильтре (!!!). В фильтрате провести качественную реакцию на ионы серебра.

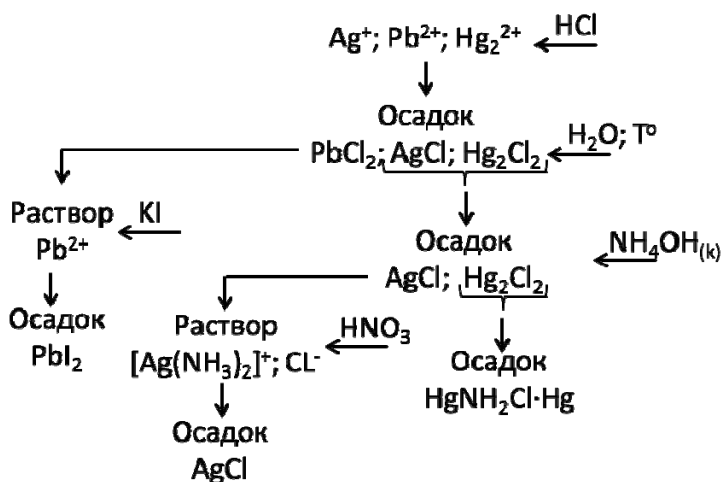


Рис. 11 Схема разделения и анализа смеси катионов серебра, свинца и ртути (I)

**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 pH = 6-7 добавлением гидроксида калия и провести качественную реакцию на ионы натрия.

Анализ раствора 6 на присутствие катионов *калия*. Раствор 6 нейтрализовать до pH = 6 добавлением гидроксида *натрия* и провести качественную реакцию на ионы калия.

Анализ раствора 7 на присутствие катионов аммония. Раствор 7 нейтрализовать до 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 ще-

лочной, то добавляют по каплям 0,2 н. HCl, анализируя pH среды после каждой 1-2 добавленных капель.

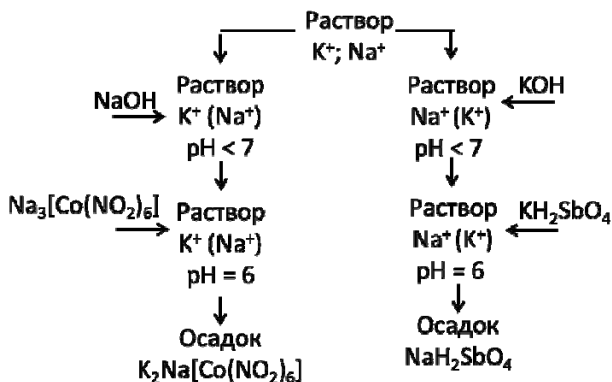


Рис. 12 Схема анализа смеси катионов I аналитической группы

### 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, перемешать и 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.



**3. Разделение и анализ 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.

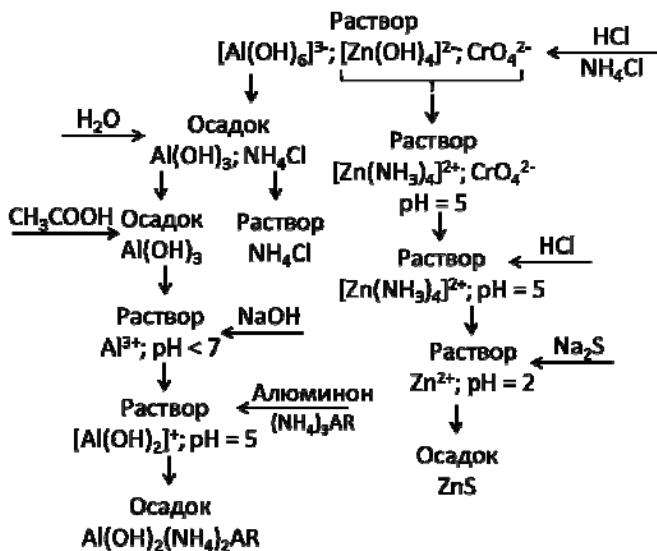


Рис. 15 Схема разделения и анализа алюминия и цинка

## КАТИОНЫ V И VI АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

**1. Разделение катионов V и VI аналитических групп.** В чистую пробирку отобрать по 3-4 капли 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.

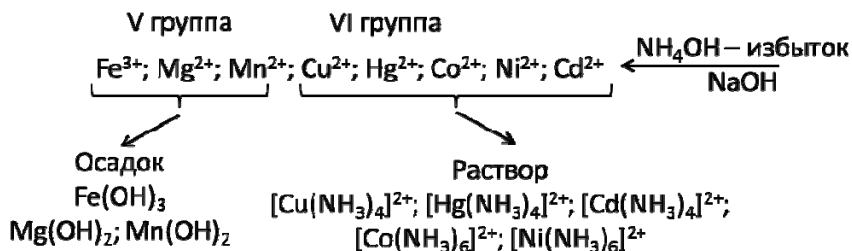


Рис. 16 Схема разделения катионов V и VI аналитических групп

## 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 азот-

ной 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.

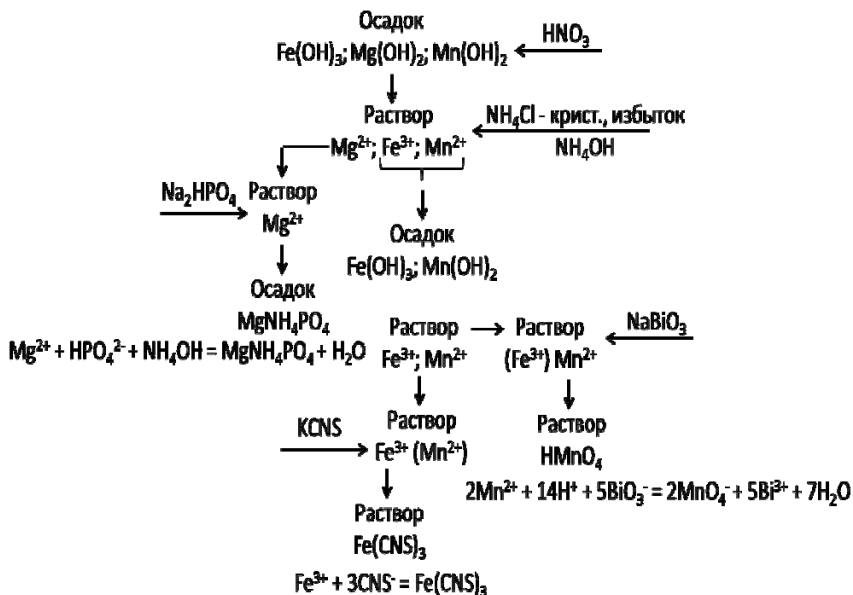


Рис. 17 Схема разделения и анализа катионов V аналитической группы

### 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+.

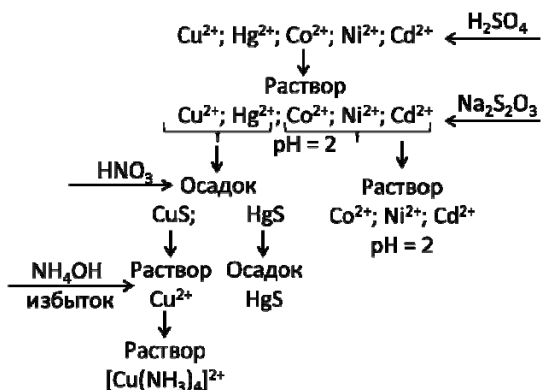


Рис. 18 Схема отделения и анализа меди и ртути (II)

**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.



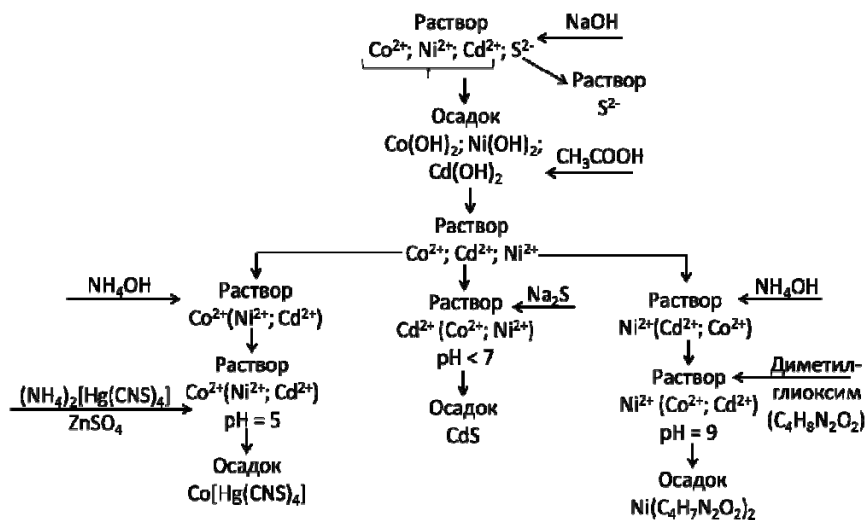


Рисунок 19 - Схема анализа катионов никеля, кадмия и кобальта.

### СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

В протокол лабораторной работы заносят название и химические формулы реагентов, задействованных в конкретном опыте, а также наблюдаемый результат эксперимента.

Протокол лабораторной работы рекомендуется оформлять в виде таблицы

| № опы | название опыта | исходные реагенты реакции | основные продукты реакции | наблюдения |
|-------|----------------|---------------------------|---------------------------|------------|
|-------|----------------|---------------------------|---------------------------|------------|

| та  |  | название           | формула                      | название           | формула                  |              |
|-----|--|--------------------|------------------------------|--------------------|--------------------------|--------------|
| 1   | <b>Разделение катионов первой и второй аналитических групп</b> | нитрат серебра     | $\text{AgNO}_3$              | хлорид серебра     | $\text{AgCl}$            | белый осадок |
|     |  | нитрат свинца (II) | $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   | хлорид свинца (II) | $\text{PbCl}_2$          |              |
|     |  | нитрат ртути (I)   | $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ | хлорид ртути (I)   | $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ |              |
|     |  | соляная кислота    | $\text{HCl}$                 |                    |                          |              |
|     |  | ...                | ...                          | ...                | ...                      |              |
| 2   |  |                    |                              |                    |                          |              |
| ... | ...  | ...                | ....                         | ...                | ...                      | ...          |

### ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

При обработке результатов эксперимента таблицу протокола лабораторной работы дополняют названием и формулой основного продукта реакции, записывают уравнения реакций в молекулярной и ионной формах.

| № опыта | название опыта   | исходные реагенты |                 | основные продукты |               | наблюдения   | Уравнение реакции                         |
|---------|--|-------------------|-----------------|-------------------|---------------|--------------|---|
|         |  | название          | формула         | название          | формула       |              |   |
| 1       | <b>Разделение катионов первой и второй аналитических групп</b> | нитрат серебра    | $\text{AgNO}_3$ | хлорид серебра    | $\text{AgCl}$ | белый осадок | $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl}$ |
|         |  | соляная кислота   | $\text{HCl}$    |                   |               |              |   |
|         |  | ...               | ...             | ...               | ...           |              |   |
| 2       |  |                   |                 |                   |               |              |   |
| ...     | ...  | ...               | ....            | ...               | ...           | ...          | ...                                       |

### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.
2. Цель работы.

3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

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

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

### **СУЩНОСТЬ РАБОТЫ**

Катионы 1 и 2 аналитических групп разделяют действием раствора соляной кислоты. Разделение необходимо в силу того, что соли металлов второй аналитической группы в нейтральной среде, необходимой для анализа щелочных металлов, сильно гидролизуются с образованием осадков основных солей, что мешает проведению анализа.

### **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 РАБОТЫ**

Общая схема анализа смеси катионов I и II аналитических групп показана на рисунке 20.

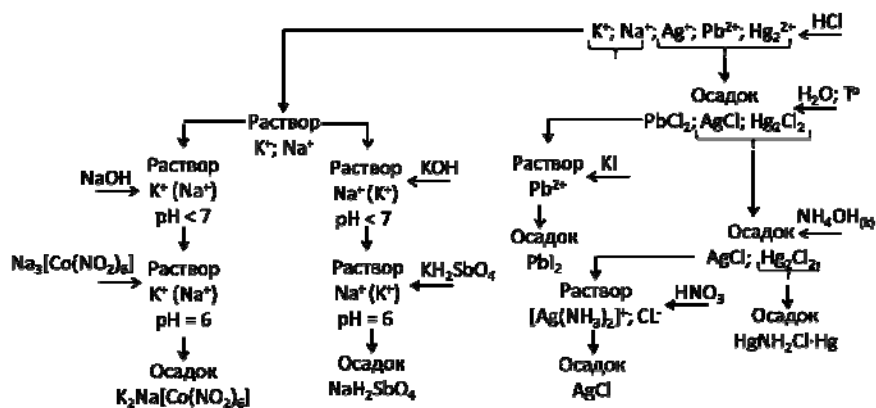


Рис. 20 Схема анализа смеси катионов I и II аналитических групп

1. Провести предварительные испытания на наличие в растворе катиона  $\text{Hg}_2^{2+}$ .

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 дробный анализ раствора на содержание катионов I аналитической группы по схеме рис. 7.

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  $\text{Pb}^{2+}$ ;

= раствором аммиака; в фильтрате после его подкисления азотной кислотой проводят качественную реакцию на катион  $\text{Ag}^+$ ;

Если после всех проведенных операций на фильтре останется темный осадок, то это свидетельствует о наличии в растворе катионов  $\text{Hg}_2^{2+}$ .

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 pH = 6-7. Провести соответствующие качественные реакции.

*Примечание.* Нейтрализацию раствора для анализа  $\text{Na}^+$  следует проводить гидроксидом калия; нейтрализацию раствора для анализа  $\text{K}^+$  следует проводить гидроксидом натрия.

### СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

| № опыта | название опыта                              | исходные реагенты |         | наблюдения     | вывод                                  |
|---------|---|-------------------|---------|----------------|--|
|         |   | реакции           |         |                |  |
|         |   | название          | формула |                |  |
| 1       | <b>проведение предварительных испытаний</b> | медная монета     | Cu      | нет результата | в пробе нет катиона $\text{Hg}_2^{2+}$ |
|         |   |                   |         |                |  |
|         |   |                   |         |                |  |
|         |   |                   |         |                |  |
|         |   |                   |         |                |  |

### ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

В обработку результатов эксперимента входит составление схемы качественного анализа пробы полученного состава, уравнения качественных реакций в сокращённой ионной форме.

### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

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

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

### СУЩНОСТЬ РАБОТЫ

Разделение катионов 3 и 4 аналитических групп ведут по пути осаждения катионов третьей группы в виде сульфатов. При анализе катионов четвертой аналитической группы следует отделить хром путем его окисления до шестивалентного состояния и алюминий в виде осадка гидроксида.

### 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 РАБОТЫ

Анализируемый раствор может содержать только катионы третьей ( $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ) и четвертой ( $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ) групп. Общая схема анализа смеси катионов III и IV аналитических групп показана на рис. 16.

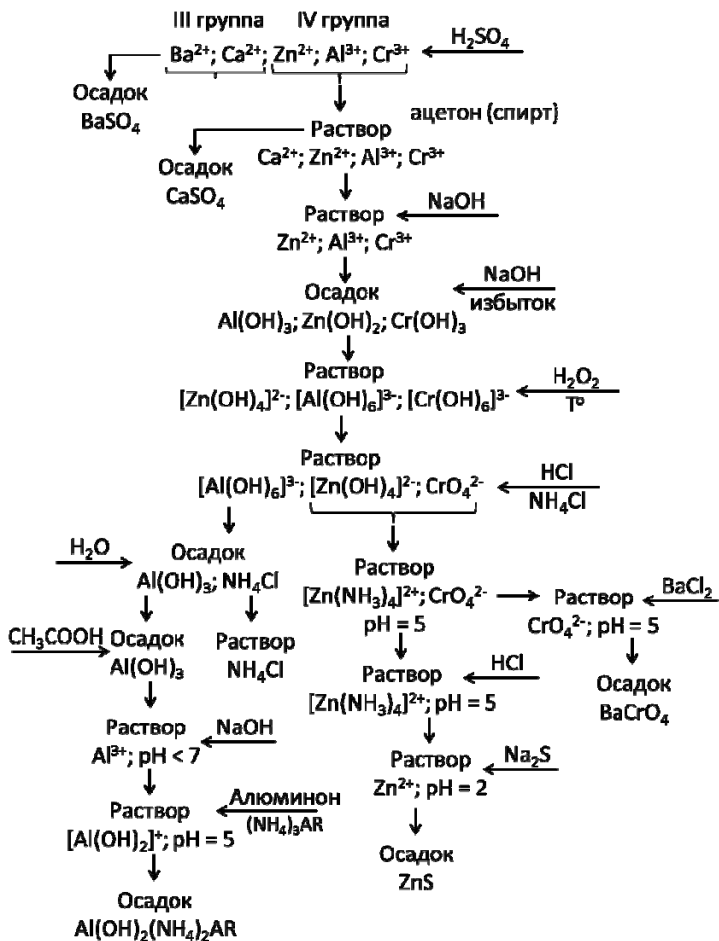


Рис. 21 Общая схема разделения и анализа элементов III и IV аналитических групп

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

2. К раствору после отделения катионов III аналитической группы добавить избыток б. 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 рН 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;

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

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



## СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

| № опыта | название опыта                              | исходные реагенты |         | наблюдения     | вывод                                |
|---------|---|-------------------|---------|----------------|--------------------------------------|
|         |   | реакции           |         |                |                                      |
|         |   | название          | формула |                |                                      |
| 1       | <b>проведение предварительных испытаний</b> | роданид калия     | KCNS    | нет результата | в пробе нет катиона Fe <sup>3+</sup> |
|         |   |                   |         |                |                                      |
|         |   |                   |         |                |                                      |
|         |   |                   |         |                |                                      |
|         |   |                   |         |                |                                      |

### ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

В обработку результатов эксперимента входит составление схемы качественного анализа пробы полученного состава, уравнения качественных реакций в сокращённой ионной форме.

### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

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

**Цель работы.** Установить качественный состав раствора, содержащий катионы V и VI аналитических групп.

### СУЩНОСТЬ РАБОТЫ

Отделение катионов 5 аналитической группы ведут путем их осаждения в виде гидроксидов при действии избыточного количества крепкого раствора гидроксида аммония. Элементы 6 аналитической группы остаются в растворе в виде аммиачных комплексов.

При анализе катионов 5 аналитической группы следует отделить магний от катионов железа и марганца. При анализе смеси катионов 6 аналитической группы выполняют предварительное отделение катионов меди и ртути (II) в виде нерастворимых сульфидов.

### **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 лабораторной:* 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 РАБОТЫ**

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.

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

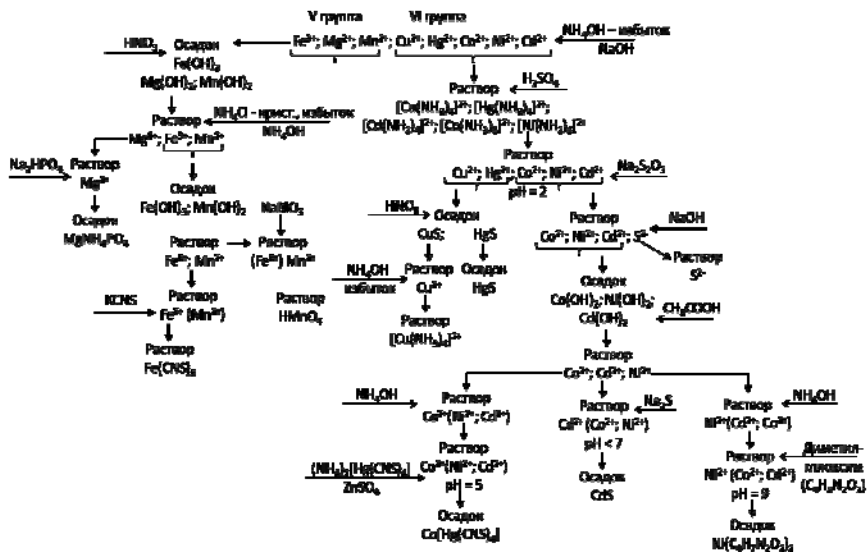


Рис. 22 Схема анализа смеси катионов V и VI аналитических групп

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 дробный 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

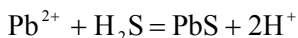
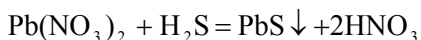
= осадок, содержащий сульфиды меди (I)  $Cu_2S$ , ртути  $HgS$ , а также элементарную серу;

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

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

8. Анализ осадка сульфидов  $\text{Cu(II)}$  и  $\text{Hg(II)}$ / 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  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$  и  $\text{Cd}^{2+}$ . 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.

## СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

| № опы- | название опыта | исходные реакции | реагенты | наблюдения | вывод |
|--------|----------------|------------------|----------|------------|-------|
|--------|----------------|------------------|----------|------------|-------|

| та |   | название      | формула |                |   |
|----|---|---------------|---------|----------------|---|
| 1  | <b>проведение предварительных испытаний</b> | медная монета | Cu      | нет результата | в пробе нет катиона Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> |
|    |   |               |         |                |   |
|    |   |               |         |                |   |
|    |   |               |         |                |   |
|    |   |               |         |                |   |

### **ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА**

В обработку результатов эксперимента входит составление схемы качественного анализа пробы полученного состава.

### **СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ**

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы.

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

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

#### **СУЩНОСТЬ РАБОТЫ**

При анализе смеси катионов всех шести аналитических групп выполняют разделение на аналитические группы действием групповых реагентов. Отдельные катионы определяют при проведении качественных реакций.

#### **ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ**

*В штативе:* дигидроантимонат натрия, йодид калия, хлорид бария, нитрат свинца (II), ацетат натрия, гидроксид аммония, гидро-

ортофосфат 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 – концентрированный 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 РАБОТЫ

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 дробным анализом на обнаружение или отсутствие в растворе ионов  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ , 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 дробным 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.

### СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

| № опыта | название опыта                              | исходные реагенты |         | наблюдения     | вывод                           |
|---------|---|-------------------|---------|----------------|---------------------------------|
|         |   | реакции           |         |                |                                 |
|         |   | название          | формула |                |                                 |
| 1       | <b>проведение предварительных испытаний</b> | медная монета     | Cu      | нет результата | в пробе нет катиона $Hg_2^{2+}$ |
|         |   |                   |         |                |                                 |
|         |   |                   |         |                |                                 |
|         |   |                   |         |                |                                 |

### ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

В обработку результатов эксперимента входит составление схемы качественного анализа пробы полученного состава.

### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.



4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

## **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  $\text{Fe}^{3+} + 2\text{NH}_4\text{OH} = \text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{NH}_4^+$ , которая приводит к образованию осаждаемой формы железа. При прокаливании гидроксид железа полностью переходит в весовую форму:  $2\text{Fe}(\text{OH})_3 = \text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$ . 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

Номер задачи.

Номер тигля.

Масса тигля с осадком.

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;  $M_{\text{Fe}}$  и  $M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  – молярные массы железа и оксида железа (III);  $V_a$  – объём аликвоты, л.

## СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

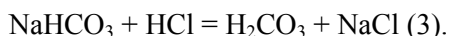
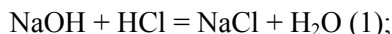
1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

### 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

Номер пробы.

Объём аликвоты  $V_a$ , мл.

Концентрация соляной кислоты  $C_{\text{HCl}}$ , экв/л.

Объём соляной кислоты, расходуемый на титрование с фенолфталеином:

$V^1(\text{HCl})$ , мл;

$V^2(\text{HCl})$ , мл;

$V^{\text{cp}}(\text{HCl})_2$ , мл.

Объём соляной кислоты, расходуемый на титрование с метиловым оранжевым:

$V^1(\text{HCl})$ , мл;  
 $V^2(\text{HCl})$ , мл;  
 $V^{\text{cp}}(\text{HCl})_3$ , 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:

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

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

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

### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

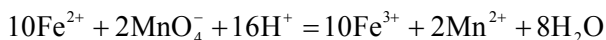
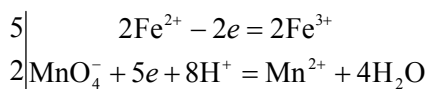
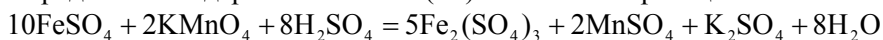
1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

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

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

### 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

Номер пробы.

Объём аликвоты  $V_a$ , мл.

Концентрация перманганата калия  $C(\text{KMnO}_4)$ , экв/л.

Объём тиосульфата натрия, расходуемый на титрование:

$V^1(\text{KMnO}_4)$ , мл;

$V^2(\text{KMnO}_4)$ , мл;

$V^{cp}(\text{KMnO}_4)$ , мл.

### ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

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

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

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

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

### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.

2. Цель работы.

3. Результаты эксперимента.

4. Обработка результатов эксперимента.

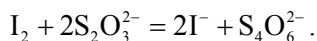
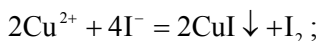
5. Выводы

## 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 объёмом 25 мл; мерная пипетка объёмом 5 мл; коническая колба для титрования объёмом 100-250 мл; химический стакан объёмом 50 мл; йодид калия; шпатель; 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 объёмом 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

Номер пробы.

Объем аликвоты  $V_a$ , мл.

Концентрация тиосульфата натрия  $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ , экв/л.

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;

$V^{cp}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ , мл.

## ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

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

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

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

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

## СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.

2. Цель работы.

3. Результаты эксперимента.

4. Обработка результатов эксперимента.

5. Выводы

## 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  $\text{NH}_4\text{OH}$  и  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 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

- I. 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 «*мурекусид*»

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

Номер пробы.

Объём аликвоты  $V_a$ , мл.

Концентрация трилона Б  $C(\text{ТрБ})$ , моль/л.

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

$V^1(\text{ТрБ})$ , мл;

$V^2(\text{ТрБ})$ , мл;

$V^{\text{ср}}(\text{ТрБ})_1$ , мл.

Объём трилона Б, расходуемый на титрование пробы с мурексидом:

$V^1(\text{ТрБ})$ , мл;

$V^2(\text{ТрБ})$ , мл;

$V^{\text{сп}}(\text{ТрБ})_2$ , мл.

### ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

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

$$C_M(\text{Ca, Mg}) = \frac{C(\text{ТрБ}) \cdot V^{\text{сп}}(\text{ТрБ})_1}{V_a}$$

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

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

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

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

### СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Результаты эксперимента.
4. Обработка результатов эксперимента.
5. Выводы

## 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 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; 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 объемом 5 мл.

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

3. Мерным цилиндром добавить 5 мл хлорида аммония.

4. Добавить сухого индикатора «эриохром черный Т»

5. Титровать раствором трилона Б до перехода окраски индикатора в эквивалентной точке от красной к синей.

#### **СОДЕРЖАНИЕ ПРОТОКОЛА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ**

Номер пробы.

Объем аликвоты  $V_a$ , мл.

Концентрация трилона Б  $C(\text{ТрБ})$ , моль/л.

Объем трилона Б, расходуемый на титрование пробы:

$V^1(\text{ТрБ})$ , мл;  $V^2(\text{ТрБ})$ , мл;  $V^{\text{сп}}(\text{ТрБ})$ , мл.

*Обработка результатов эксперимента*

Вычислить молярную концентрацию металла (II) в растворе:

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

#### **СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ**

1. Название работы.

2. Цель работы.

3. Результаты эксперимента.

4. Обработка результатов эксперимента.

5. Выводы

## РЕКОМЕНДУЕМЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Вершинин В.И.** Аналитическая химия. Учебник / В.И. Вершинин, И.В. Власова, И.А. Никифорова. СПб.: «Лань». 2017. 428 с. <https://e.lanbook.com/book/97670>.

2. **Власова Е.Г.** Аналитическая химия: химические методы анализа. Учебник / Е.Г. Власова, А.Ф. Жуков, И.Ф. Колосова, К.А. Комарова; под ред. Петрухина О.М., Кузнецовой Л.Б. М.: «БИНОМ. Лаборатория знаний». 2017. 467 с. <https://e.lanbook.com/book/97407>

3. **Мовчан Н.И.** Аналитическая химия. Учебник / Мовчан Н.И., Романова Р.Г., Горбунова Т.С. и др. М.: «ИНФРА-М». 2016. 394 с. <http://znanium.com/bookread2.php?book=770791>

4. **Берлинский И.В.** Аналитическая химия: учеб. пособие/И.В.Берлинский, О.Л.Лобачева. - СПб.: Лема, 2016. - 209 с. <https://spbib.ru/catalog/-/books/11157188-analiticheskaya-khimiya>

5. **Васильев В.П.** Аналитическая химия, часть 1: гравиметрический и титриметрический методы анализа. Учебник для химико-технологических специальностей вузов. М.: «Высшая школа». 1989. 320 с. [http://www.studmed.ru/vasilev-vp-analiticheskaya-himiya-chast-1\\_elc11c22c03.html](http://www.studmed.ru/vasilev-vp-analiticheskaya-himiya-chast-1_elc11c22c03.html)

6. **Золотов Ю.А.** Введение в аналитическую химию. Учебное пособие. М.: «БИНОМ. Лаборатория знаний». 2016. 266 с. <https://e.lanbook.com/book/84079>

## СОДЕРЖАНИЕ

|   |    |
|---|----|
| Введение .....  | 3  |
| Лабораторная работа №1. Действие групповых реагентов .....  | 30 |
| Лабораторная работа №2. Качественные аналитические реакции катионов .....                         | 33 |
| Лабораторная работа №3. Разделение ионов по аналитическим группам и внутри группы .....           | 46 |
| Лабораторная работа № 4. Анализ смеси катионов I и II аналитических групп.....                    | 58 |
| Лабораторная работа № 5. Анализ смеси катионов третьей и четвертой аналитических групп.....       | 61 |
| Лабораторная работа №6. Анализ смеси катионов пятой и шестой аналитических групп.....             | 64 |
| Лабораторная работа №7. Анализ смеси катионов всех шести аналитических групп.....                 | 69 |
| Лабораторная работа № 8. Определение содержания железа весовым методом .....                      | 72 |
| Лабораторная работа № 9. Определение содержания соды в присутствии щёлочи.....                    | 74 |
| Лабораторная работа № 10. Перманганатометрическое определение содержания железа (2+) .....        | 77 |
| Лабораторная работа № 11. Йодометрическое определение содержания меди .....                       | 79 |
| Лабораторная работа № 12. Определение содержания кальция и магния в совместном присутствии.....   | 81 |
| Лабораторная работа № 13. Определение содержания цветных металлов трилонометрическим методом..... | 84 |
| Рекомендуемый библиографический список.....   | 86 |
| Содержание.....   | 87 |



# **ХИМИЯ**

## **АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ**

*Методические указания к лабораторным работам  
для студентов бакалавриата направления 20.03.01*

Сост.: *К.Г. Карапетян, В.А. Черняев*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой  
общей химии

Ответственный за выпуск *К.Г. Карапетян*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 14.05.2019. Формат 60×84/16.

Усл. печ. л. 5,1. Усл.кр.-отт. 5,1. Уч.-изд.л. 4,5. Тираж 100 экз. Заказ 432. С 164.

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