

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

**Кафедра общей химии**

## **АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ**

*Методические указания к самостоятельным работам  
для студентов специальности 21.05.04*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ**  
**2021**

УДК 541.1.076 (073)

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ:** Методические указания к самостоятельным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *Н.В. Джевага, О.Л. Лобачева*. СПб, 2021. 38 с.

Цель указаний - развитие навыков систематической работы студентов с учебниками, монографиями и другими литературными источниками в процессе обучения. В каждом разделе приведен основной теоретический материал, который необходимо знать для успешного освоения дисциплины.

Предназначены для работы студентов специальности 21.05.04 «Горное дело» специализации «Горнопромышленная экология».

Научный редактор проф. *В.Е. Коган*

Рецензент д-р хим. наук *А.М. Тойкка* (Санкт-Петербургский государственный университет)

© Санкт-Петербургский  
горный университет, 2021

## **АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ**

***Методические указания к самостоятельным работам  
для студентов специальности 21.05.04***

Сост. *Н.В. Джевага, О.Л. Лобачева*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой  
общей химии

Ответственный за выпуск *Н.В. Джевага*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 11.06.2021. Формат 60×84/16.  
Усл. печ. л. 2,2. Усл.кр.-отг. 2,2. Уч.-изд.л. 2,0. Тираж 75 экз. Заказ 594.

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

## **ВВЕДЕНИЕ**

Настоящие методические указания составлены в соответствии с рабочей программой учебной дисциплины «Аналитическая химия» для студентов специальности 21.05.04 «Горнопромышленная экология». В методических указаниях рассматриваются основные разделы дисциплины «Аналитическая химия», по которым приведены примеры решения задач и задания для самостоятельной работы. Обучающиеся приобретут навыки по составлению схем качественного анализа кислотно-основным методом, по решению задач весового (гравиметрического) и объемного (титриметрического) методов анализа. Самостоятельная работа по дисциплине «Аналитическая химия» предусмотрена учебным планом и проводится с целью закрепления теоретического материала, который излагается на лекциях и самостоятельно прорабатывается студентами по учебникам и учебным пособиям.

# 1. СОСТАВЛЕНИЕ СХЕМ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА КИСЛОТНО-ОСНОВНЫМ МЕТОДОМ

## ОСНОВНЫЕ УРАВНЕНИЯ

### ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

Систематический метод качественного анализа основан на том, что сначала с помощью групповых реагентов разделяют смесь ионов на группы и подгруппы, а затем в пределах этих подгрупп обнаруживают каждый ион с использованием качественных реакций.

Кислотно-основной метод основан на различной растворимости солей металлов и их гидроксидов. В качестве групповых реагентов кислотно-основного метода анализа применяют соляную и серную кислоты, щелочи и гидроксид аммония.

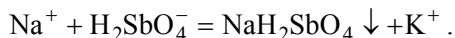
Таблица 1

**Классификация катионов по кислотно-основному методу**

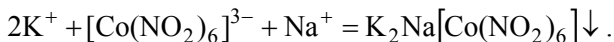
Группа	Катионы	Групповой реагент	Растворимость соединений
I	$K^+, Na^+, NH_4^+$	Нет	Хлориды сульфаты и гидроксиды, растворяются в воде
II	$Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}$	HCl	Хлориды не растворяются в воде
III	$Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}$	$H_2SO_4 + C_2H_5OH$	Сульфаты не растворяются в воде.
IV	$Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}$	Избыток NaOHконц.; $H_2O_2$ , 3 %	Гидроксиды не растворяются в воде, но растворяются в избытке щелочи
V	$Mg^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}$	Избыток $NH_4OH$ конц.	Гидроксиды не растворяются в воде, избытке щелочи и аммиака
VI	$Cu^{2+}, Cd^{2+}, Hg^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}$	Избыток $NH_4OH$ конц.	Гидроксиды не растворяются в воде и избытке раствора едкого натра, но растворяются в избытке аммиака

## КАЧЕСТВЕННЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ РЕАКЦИИ КАТИОНОВ

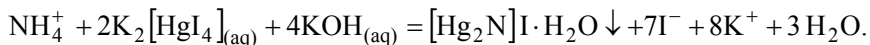
1. Катион  $\text{Na}^+$  определяют по реакции с дигидроантимонатом калия  $\text{KH}_2\text{SbO}_4$ , образующим с водным раствором соли натрия в нейтральной среде (pH~7) белый кристаллический осадок дигидроантимоната натрия:



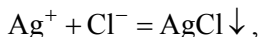
2. Катион  $\text{K}^+$  определяют по реакции с гексанитрокобальтатом (III) натрия  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ , образующим при pH = 4-6 желтый осадок гексанитрокобальтата (III) натрия-калия:



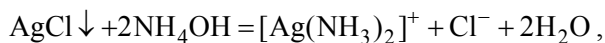
3. Катион  $\text{NH}_4^+$  определяют с реактивом Несслера, который является щелочным раствором тетраиодомеркурата (II) калия  $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$  и образует с растворами аммонийных солей бурый осадок имеющий формулу  $[\text{Hg}_2\text{N}]\text{I} \cdot \text{H}_2\text{O}$  по реакции



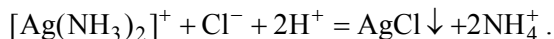
4. Катион  $\text{Ag}^+$  определяют осаждением в виде хлорида



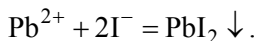
который растворяют в гидроксиде аммония с образованием катиона диамминсеребра:



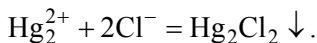
который разлагают соответствующего азотной кислотой:



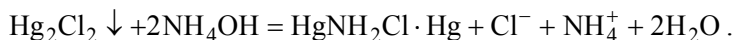
5. Катион  $\text{Pb}^{2+}$  определяют по реакции с иодидом калия с образованием желтого осадка иодида свинца:



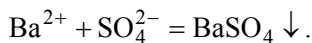
6. Катион  $\text{Hg}_2^{2+}$  (димер **Hg (I)**) определяют после предварительного осаждения  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ :



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.



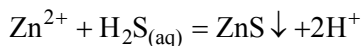
7. Катион **Ba<sup>2+</sup>** определяют по реакции с серной кислотой или водорастворимыми сульфатами с образованием белого осадка сульфата бария:



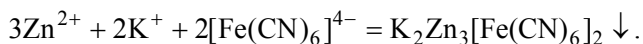
8. Катион **Ca<sup>2+</sup>** определяют по реакции, аналогичной обнаружению бария в присутствии ацетона или спирта:



9. Катион **Zn<sup>2+</sup>** определяют по реакции с сероводородом или сульфидом натрия при pH~2 с образованием белого осадка сульфида цинка:

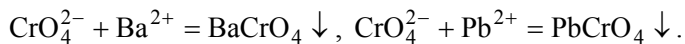


или по реакции с гексацианоферратом (II) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Образуется белый осадок гексацианоферрата (II) цинка-калия:

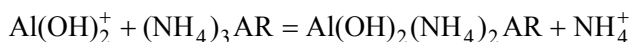


10. Катион **Cr<sup>3+</sup>** определяют после предварительного окисления в щелочной среде до хромата по реакции с хлоридом

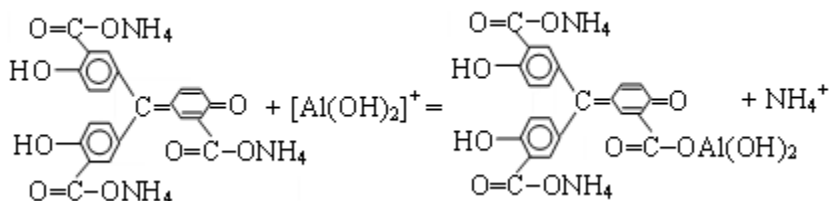
бария (или нитратом свинца (II)), приводящей к образованию желтого осадка хромата бария (свинца):



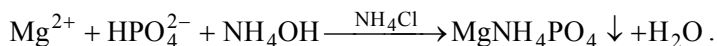
11. Катион  $\text{Al}^{3+}$  определяют при  $\text{pH} = 5$  с алюминоном (ауринтрикарбонатом аммония), образующим с  $\text{Al}^{3+}$  труднорастворимую соль красного цвета:



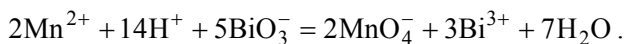
Или



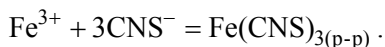
12. Катион  $\text{Mg}^{2+}$  определяют по реакции с гидроортофосфатом натрия при  $\text{pH} \approx 9$  в присутствии хлорида аммония с образованием белого кристаллического осадка ортофосфата аммония-магния:



13. Катион  $\text{Mn}^{2+}$  определяют окислением до  $\text{Mn}(\text{VII})$  висмутатом натрия в азотнокислой среде с образованием розового раствора марганцевой кислоты:



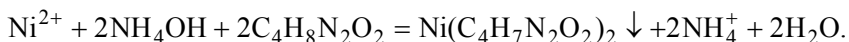
14. Катион  $\text{Fe}^{3+}$  определяют по реакции с роданидом аммония или калия с образованием кроваво-красного раствора роданида железа (III):



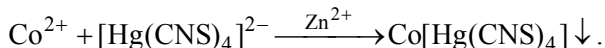
15. Катион  $\text{Cu}^{2+}$  определяют по реакции комплексобразования в избытке гидроксида аммония с образованием ярко-синего раствора, содержащего комплексный катион тетраамминмеди (II)



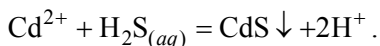
16. Катион  $\text{Ni}^{2+}$  определяют по реакции с диметилглиоксимом в аммиачной среде ( $\text{pH} \approx 8-10$ ), с которым он образует малиновый осадок диметилглиоксимата натрия:



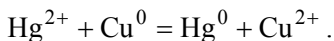
17. Катион  $\text{Co}^{2+}$  определяют по реакции с тетрароданомеркуратом аммония при  $\text{pH} = 5$  в присутствии солей цинка с образованием синего кристаллического осадка тетрароданомеркурата кобальта (III):



18. Катион  $\text{Cd}^{2+}$  определяют по реакции с сероводородом при  $\text{pH} = 0,5-0,8$  с образованием желтого осадка сульфида кадмия:



19. Катион  $\text{Hg}^{2+}$  определяют по реакции восстановления металлической медью с образованием медно-ртутной амальгамы (светлое пятно):



### ОБЩИЙ ХОД СИСТЕМАТИЧЕСКОГО КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

1. Определяют, к каким аналитическим группам относятся элементы пробы.

2. Разделяют элементы на аналитические группы при помощи групповых реагентов.

2.1. Отделяют элементы второй группы при добавлении соляной кислоты.



2.2. Отделяют элементы третьей группы при добавлении серной кислоты.

2.3. Отбирают пробу для анализа элементов первой аналитической группы.

2.4. Отделяют элементы четвертой группы при добавлении избытка крепкой щелочи.

2.5. Полученный осадок гидроксидов пятой и шестой групп растворяют в соляной или азотной кислоте.

2.6. Отделяют элементы пятой аналитической группы при добавлении избытка концентрированного раствора гидроксида аммония.

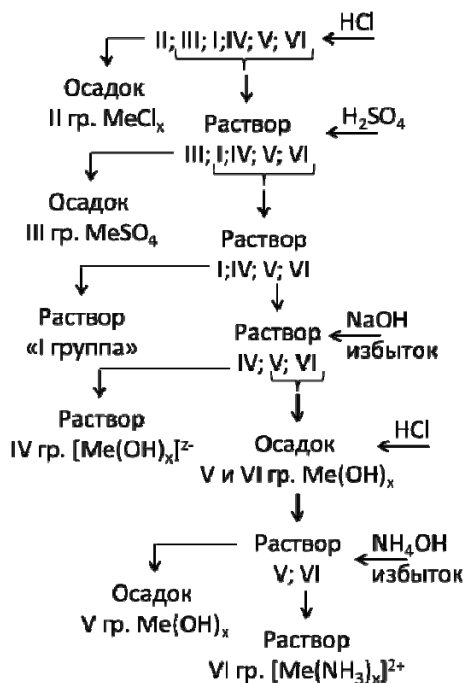


Рис. 1. Схема разделения элементов на аналитические группы при действии групповых реагентов

3. Разделяют, если требуется, и анализируют элементы каждой из аналитических групп.

## ПРИМЕРЫ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ

**Пример 1.** Составить схему анализа раствора, содержащего катионы второй аналитической группы.

**Решение.** 1. Осаждают элементы второй аналитической группы в виде смеси хлоридов. Реагент – соляная кислота.

2. Отделяют и анализируют свинец. Для этого на осадок хлоридов действуют соляной кислотой. Хлорид свинца (II) растворяется. В растворе свинец определяют добавлением иодида калия. Получают осадок иодида свинца желтого цвета.

3. Разделяют и анализируют ртуть (I) и серебро. Для этого на смесь хлоридов ртути (I) действуют концентрированным раствором гидроксида аммония. Хлорид серебра растворяется с образованием аммиачного комплекса серебра. Осадок хлорида ртути (I) при этом темнеет.

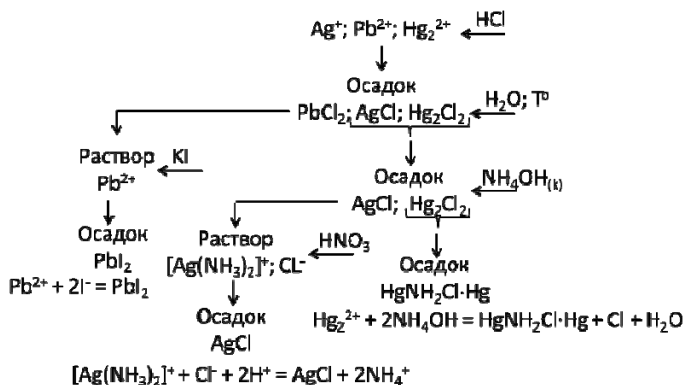


Рис. 2. Разделение и анализ элементов второй аналитической группы

**Пример 2.** Составить схему разделения и анализа смеси катионов третьей и четвертой аналитических групп.

**Решение.** 1. Отделяют и анализируют барий. Для этого к раствору добавляют серную кислоту. Получают осадок сульфата бария белого цвета.

2. Отделяют и анализируют кальций. Для этого к раствору добавляют спирт или ацетон. Получают осадок сульфата кальция белого цвета.

3. Окисляют хром (III) до хрома (VI). Для этого к раствору элементов четвертой группы прибавляют избыток щелочи и переводят хром (III), цинк и алюминий в форму гидросокомплексов. Далее окисляют хром перекисью водорода или водным раствором брома до хромат-иона.

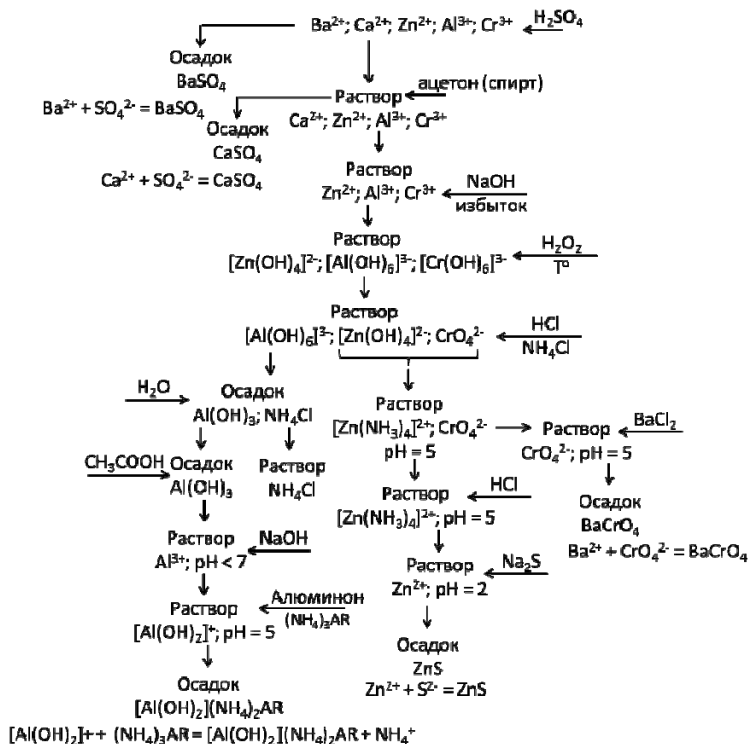


Рис. 3. Разделение и анализ элементов третьей и четвертой аналитических групп

4. Отделяют алюминий. Для этого к щелочному раствору прибавляют хлорид аммония до образования насыщенного раствора и соляную кислоту до pH = 5. Получают осадок, содержащий смесь хлорида аммония и гидроксида алюминия. В растворе остаются хром в виде хромат-иона и цинк в форме аммиачного комплекса.

5. Проводят анализ на алюминий. Для этого осадок хлорида аммония и гидроксида алюминия обрабатывают водой для удаления

хлорида аммония. Гидроксид алюминия растворяют в уксусной кислоте, добавляют гидроксид натрия до pH = 5 и алюминон. Получают осадок ауриINTRИКАРБОНАТА аммония, дигидроксоалюминия красного цвета.

6. Проводят анализ хрома и цинка. Раствор после отделения алюминия делят на две части. К одной части для анализа хрома прибавляют соль бария, например, хлорид бария. Получают осадок хромата бария желтого цвета. К другой части раствора для анализа цинка прибавляют соляную кислоту до pH = 2 и сульфид натрия. Получают осадок сульфида цинка белого цвета.

**Пример 3.** Составить схему анализа катионов пятой аналитической группы.

**Решение.** Анализу магния мешает присутствие катионов железа (III) и марганца (II).

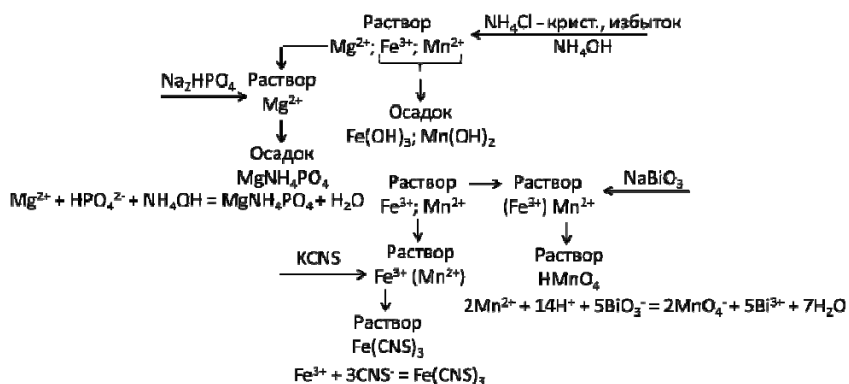


Рис. 4. Разделение и анализ элементов пятой аналитической группы.

1. Отделяют магний. Для этого к раствору добавляют хлорид аммония и гидроксид аммония. В этих условиях железо и марганец образуют осадки гидроксидов, а магний остается в растворе.

2. Анализируют магний. Для этого к раствору прибавляют гидроортофосфат натрия. Получают осадок гидроортофосфата аммония, магния белого цвета.

3. Анализируют железо и марганец. Для этого осадок гидроксидов этих металлов растворяют в азотной кислоте. Полученный раствор делят на две части. К одной части раствора для

анализа железа (III) прибавляют роданид калия. Получают раствор роданида железа красного цвета. К другой части раствора для анализа марганца (II) прибавляют висмутат натрия. Получают раствор марганцевой кислоты красного или розового цвета.

**Пример 4.** Составить схему анализа катионов шестой аналитической группы.

**Решение.**

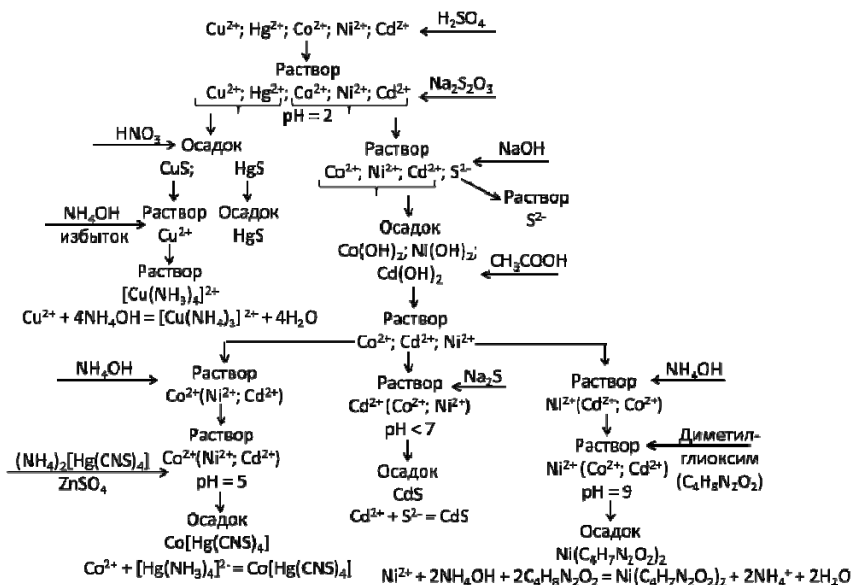


Рис. 5. Разделение и анализ элементов шестой аналитической группы.

**Пример 5.** Составить схему качественного анализа пробы раствора, содержащего катионы свинца (II), бария, цинка, железа (III) и кобальта (II).

**Решение.** 1. Проба раствора содержит катионы второй (свинец), третьей (барий), четвертой (цинк), пятой (железо) и шестой (кобальт) аналитических групп.

2. Отделяют вторую аналитическую группу и доказывают присутствие свинца. Для этого к раствору добавляют соляную кислоту. Образуется осадок хлорида свинца, который растворяют в

горячей воде и к полученному раствору прибавляют иодид калия. В присутствии свинца получают осадок иодида свинца желтого цвета.

3. Отделяют третью аналитическую группу. Для этого добавляют серную кислоту. Получают осадок сульфата бария белого цвета. Данная реакция является аналитической по отношению к катиону бария.

4. Отделяют четвертую аналитическую группу и доказывают наличие цинка. Для этого к раствору добавляют избыток концентрированного гидроксида натрия. В осадке получают смесь гидроксидов элементов пятой и шестой аналитических групп. В раствор переходит цинк в виде гидроксокомплекса (тетрагидроксоцинкат аниона). К щелочному раствору цинка прибавляют соляную кислоту до  $\text{pH} = 2$ . Происходит разрушение гидроксокомплекса. К кислому раствору прибавляют сульфид натрия. В присутствии цинка получают осадок сульфида цинка белого цвета.

5. Разделяют железо (II) и кобальт (II). Для этого осадок смеси гидроксидов пятой и шестой группы растворяют в азотной кислоте и к полученному раствору прибавляют избыток концентрированного гидроксида аммония. Получают осадок гидроксида железа и раствор, содержащий нитрат гексаамминкобальта (II).

6. Анализируют железо. Для этого осадок гидроксида железа (III) растворяют в азотной кислоте и прибавляют роданид калия или аммония. Получают раствор роданида железа (III) красного цвета.

7. Анализируют кобальт. Для этого к аммиачному раствору прибавляют соляную кислоту до  $\text{pH}$  раствора равного 5. При этом происходит разрушение аммиачного комплекса кобальта и достигаются условия правильного протекания качественной реакции. К раствору добавляют сульфат цинка и тетраданомеркурат аммония. Получают осадок тетраданомеркурата кобальта голубого цвета.

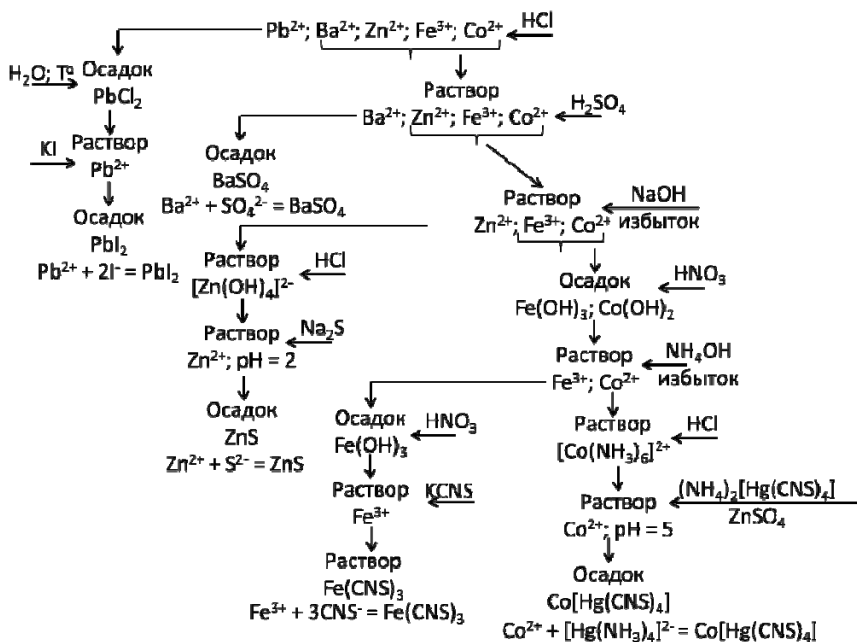


Рис. 6. Решение примера 5.

**Пример 6.** К пробе сточной воды добавили 2 н. раствор соляной кислоты, выпавший белый осадок отфильтровали. Осадок на фильтре обработали горячей водой, он не растворился, но под действием раствора аммиака почернел. Фильтрат нейтрализовали до  $pH \approx 5$  и добавили раствор гексанитрокобальтата (III) натрия. Получили желтый осадок. Какие катионы присутствовали в пробе? Составьте схему анализа.

**Решение.** Образование осадка под действием раствора соляной кислоты указывает на присутствие в пробе катионов второй аналитической группы: ртути, свинца или серебра. Т.к. осадок не растворился под действием горячей дистиллированной воды, то в пробе отсутствуют ионы свинца. Почернение осадка под действием аммиака указывает на присутствие катионов  $Hg_2^{2+}$ . Образование осадка при действии гексанитрокобальтата (III) натрия указывает на присутствие в растворе катионов калия.



Рис. 7. Схема к решению примера 6.

- 1)  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 \downarrow + 2\text{NH}_4\text{OH} = \text{HgNH}_2\text{Cl} \cdot \text{Hg} + \text{Cl}^- + \text{NH}_4^+ + 2\text{H}_2\text{O}$ .
- 2)  $2\text{K}^+ + [\text{Co}(\text{NO}_2)_6]^{3-} + \text{Na}^+ = \text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \downarrow$ .

### ЗАДАЧИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ

**Задачи 1-30. Составить схему систематического качественного анализа пробы:**

Таблица 2

№	Состав	№	Состав
1.	Zn <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>	16.	Ca <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup>
2.	Na <sup>+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Co <sup>2+</sup>	17.	Pb <sup>2+</sup> , Ag <sup>+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup>
3.	Cr <sup>3+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>	18.	Cu <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> , Co <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup>
4.	Pb <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup>	19.	Pb <sup>2+</sup> , Ag <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup>
5.	Pb <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Mn <sup>2+</sup>	20.	Pb <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Co <sup>2+</sup>
6.	Na <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Fe <sup>3+</sup>	21.	K <sup>+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Mn <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup>
7.	Fe <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>	22.	Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>
8.	Pb <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup>	23.	K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Mg <sup>2+</sup>
9.	K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup>	24.	Ag <sup>+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Co <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup>
10.	Ca <sup>2+</sup> , Cr <sup>3+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup>	25.	Pb <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Co <sup>2+</sup>
11.	Ca <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup>	26.	Pb <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>
12.	Al <sup>3+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cd <sup>2+</sup>	27.	Ag <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Co <sup>2+</sup>
13.	Pb <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , Cd <sup>2+</sup>	28.	K <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Mg <sup>2+</sup>
14.	Al <sup>3+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Mn <sup>2+</sup>	29.	K <sup>+</sup> , Ag <sup>+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Co <sup>2+</sup>
15.	Fe <sup>3+</sup> , Mn <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>	30.	K <sup>+</sup> , Ba <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup>



**Задачи 31-60. По приведенному описанию определить качественный состав пробы и составить схему систематического качественного анализа.**

31. К пробе раствора прибавили соляную кислоту. Получили осадок белого цвета, который отфильтровали. На осадок действовали раствором аммиака. Получили темный осадок. Воздействие на аммиачный раствор азотной кислоты ни привело к образованию осадка. К солянокислому раствору прибавили гидроксид натрия. Образовался аморфный осадок белого цвета, нерастворимый в избытке щелочи. Осадок отфильтровали, растворили в соляной кислоте, прибавили гидроксид аммония до  $\text{pH} = 9$  и гидроортофосфат натрия. Образовался кристаллический осадок белого цвета. Щелочной фильтрат нейтрализовали соляной кислотой до  $\text{pH} = (5,5 \pm 0,5)$  и прибавили гексанирокобальтат (III) натрия. Образовался осадок желтого цвета.

32. К пробе раствора прибавили соляную кислоту. Получили осадок белого цвета, который отфильтровали. На осадок действовали раствором аммиака. Получили темный осадок. Воздействие на аммиачный раствор азотной кислоты ни привело к образованию осадка. К солянокислому раствору прибавили сульфат калия. Получили белый кристаллический осадок, который отфильтровали. Каплю фильтрата поместили на медную пластину. Получили светлое металлическое пятно.

33. К пробе раствора прибавили соляную кислоту. Получили белый осадок, который отфильтровали. На осадок действовали горячей водой, что привело к полному растворению осадка. К раствору прибавили иодид калия. Получили желтый осадок. К солянокислому раствору прибавили гидроксид натрия. Образовался белый осадок, который растворился в избытке щелочи. К щелочному раствору прибавили избыток кристаллического хлорида аммония и соляную кислоту до  $\text{pH} = 5$ . Получили белый осадок, который отделили фильтрованием. Осадок промыли водой и растворили в уксусной кислоте. К раствору прибавили гидроксид натрия до  $\text{pH} = 5$  и алюминон. Получили осадок красного цвета. К фильтрату прибавили соляную кислоту до  $\text{pH} = 2$  и сульфид натрия. Получили белый осадок.

34. К пробе раствора прибавили серную кислоту, что не привело к видимым изменениям. Однако, после добавления ацетона получили белый кристаллический осадок, который отделили фильтрованием. К фильтрату добавили раствор гидроксида натрия концентрацией 6 экв./л. Получили белый осадок, часть которого растворилась в избытке щелочи. Осадок отделили фильтрованием, растворили в соляной кислоте и через полученный раствор пропустили сероводород. Получили желтый осадок. К щелочному раствору добавили соляную кислоту до  $\text{pH} = 1$  и сульфид натрия. Получили белый осадок.

35. К пробе раствора прибавили соляную кислоту. Получили кристаллический осадок белого цвета. Осадок отделили фильтрованием. На осадок подействовали горячей водой, что привело к его частичному растворению. Остальную часть хлоридного осадка обработали раствором аммиака. Осадок потемнел. После обработки аммиачного раствора азотной кислотой получили творожистый осадок белого цвета. К раствору, полученному после промывки хлоридного осадка горячей водой, прибавили иодид калия. Получили кристаллический осадок желтого цвета.

36. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили кристаллический осадок белого цвета. Осадок отделили фильтрованием. Осадок полностью растворили в горячей воде. К раствору прибавили иодид калия. Получили кристаллический осадок желтого цвета. К солянокислому раствору добавили раствор серной кислоты концентрацией 2 экв./л. Осадка не получили. После добавления к кислому раствору этилового спирта получили кристаллический осадок белого цвета. Осадок отделили фильтрованием. К фильтрату добавили тиосульфат натрия. Получили осадок черного цвета, нерастворимый в азотной кислоте.

37. Кислотность раствора, взятого на анализ, составила около 5 единиц  $\text{pH}$ . К отдельной пробе раствора, после ее нейтрализации до  $\text{pH} = (6,5 \pm 0,5)$ , прибавили дигидроантимонат калия. Получили осадок белого цвета. К другой части раствора прибавили избыток щелочи. Получили раствор зеленого цвета. К этому раствору добавили концентрированный раствор перекиси водорода.

Получили раствор желтого цвета, который разделили на две части. К одной части прибавили хлорид бария. Получили осадок желтого цвета. К другой части прибавили соляную кислоту до  $\text{pH} = 2$  и сульфид натрия. Получили осадок белого цвета.

38. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. При действии горячей воды осадок полностью растворился. При добавлении к полученному раствору иодида натрия получили осадок желтого цвета. При добавлении к солянокислому раствору серной кислоты и ацетона осадков не получили. При добавлении к кислому раствору гидроксида натрия получили окрашенный осадок, часть которого растворилась при добавлении избытка щелочи с образованием бесцветного раствора. При действии на оставшуюся часть осадка избытка гидроксида аммония получили раствор темно-синего цвета. Щелочной раствор подкислили уксусной кислотой до  $\text{pH} = 5$  и добавили алюминон. Получили красный осадок.

39. Кислотность раствора, взятого на анализ, составила около 5 единиц  $\text{pH}$ . К отдельной пробе раствора прибавили гесанитрокобальтат (III) натрия. Получили осадок желтого цвета. К другой пробе раствора поочередно добавили соляную кислоту, серную кислоту и ацетон. Осадков не получили. К третьей части раствора добавили гидроксид натрия. Получили окрашенный осадок. В избытке щелочи осадок не растворяется. При действии избытка концентрированного раствора гидроксида аммония осадок частично растворили. Получили белый осадок и раствор темно-синего цвета. Белый осадок отделили фильтрованием и растворили в соляной кислоте. К солянокислому раствору добавили кристаллический хлорид аммония, аммиак до  $\text{pH} = 9$  и гидроортофосфат натрия. Получили осадок белого цвета.

40. Кислотность раствора, взятого на анализ, составила около 5 единиц  $\text{pH}$ . К отдельной пробе раствора прибавили щелочной раствор тетраиодомеркарата (II) калия. Получили осадок бурожелтого цвета. К другой пробе раствора поочередно добавили соляную кислоту, серную кислоту и этиловый спирт. Осадков не получили. К третьей части раствора добавили гидроксид натрия. Получили окрашенный осадок. При действии избытка

концентрированного раствора гидроксида аммония осадок не растворяется. В избытке щелочи осадок частично растворили. Получили бурый осадок и раствор зеленого цвета. Бурый осадок отделили фильтрованием и растворили в азотной кислоте. К азотнокислому раствору добавили роданид аммония. Получили раствор темно-красного цвета. К зеленому щелочному раствору прибавили раствор брома в воде и прокипятили. Получили раствор желтого цвета. К полученному раствору прибавили хлорид бария. Получили осадок желтого цвета.

41. К пробе раствора прибавили соляную кислоту. Осадка не получили. К другой пробе раствора прибавили серную кислоту. Осадка не получили. К сернокислому раствору прибавили ацетон. Получили осадок белого цвета. Осадок отделили фильтрованием. К сернокислому раствору прибавили гидроксид натрия. Получили осадок, который частично растворился под действием избытка щелочи с образованием бесцветного раствора. Оставшуюся часть осадка растворили в азотной кислоте. Раствор поделили на две части. К одной части раствора прибавили роданид калия. Видимых изменений не произошло. К другой части азотнокислого раствора прибавили висмутат натрия. Получили раствор розового цвета. Бесцветный щелочной раствор подкислили соляной кислотой до  $\text{pH} = 4$  и прибавили гексацианоферрат (II) калия. Получили белый осадок.

42. Кислотность раствора, взятого на анализ, составила 3 единицы  $\text{pH}$ . К отдельной порции раствора прибавили гидроксид калия до  $\text{pH} = (6,5 \pm 0,5)$  и дигидроантимонат калия. Получили осадок белого цвета. При действии на другую пробу раствора серной кислоты в присутствии этилового спирта получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. К сернокислому раствору прибавили сульфид натрия. Получили осадок белого цвета.

43. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. При действии концентрированного раствора гидроксида аммония осадок полностью растворился. К аммиачному раствору прибавили азотную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета. При добавлении к солянокислому раствору

сульфата натрия получили кристаллический осадок белого цвета. Осадок отделили фильтрованием. К раствору прибавили роданид калия. Получили раствор красного цвета.

44. При действии на пробу раствора соляной кислоты, серной кислоты и добавлении этилового спирта осадков не получили. К другой пробе раствора прибавили гидроксид натрия. Получили окрашенный осадок, не растворимый в избытке реагента. При действии на свежеполученный осадок концентрированного раствора гидроксида аммония получили раствор синего цвета и осадок белого цвета. Нерастворимую в аммиаке часть осадка растворили в соляной кислоте, добавили кристаллический хлорид аммония, раствор гидроксида аммония до  $\text{pH} = 9$  и гидроортофосфат натрия. Получили осадок белого цвета. Аммиачный раствор подкислили серной кислотой до  $\text{pH} = 2$  и добавили тиосульфат натрия. Получили осадок черного цвета. Осадок полностью растворили в азотной кислоте. К раствору прибавили гидроксид аммония. Получили раствор темно-синего цвета. К сернокислому раствору добавили гидроксид аммония до  $\text{pH} = 9$  и диметилглиоксим. Получили осадок малинового цвета.

45. При добавлении к пробе раствора соляной кислоты получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. Осадок полностью растворили в горячей воде. К раствору добавили иодид калия. Получили кристаллический осадок желтого цвета. При добавлении к солянокислому раствору избытка гидроксида аммония в присутствии небольшого количества гидроксида натрия получили окрашенный раствор и осадок белого цвета. Осадок растворили в соляной кислоте, добавили кристаллический хлорид аммония, гидроксид аммония до  $\text{pH} = 9$  и гидроортофосфат натрия. Получили осадок белого цвета. К аммиачному раствору добавили кислоту до  $\text{pH} = 9$  и диметилглиоксим. Получили осадок малинового цвета.

46. При добавлении к пробе раствора серной кислоты получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. К сернокислому раствору добавили избыток гидроксида аммония. Получили осадок и бесцветный раствор. Осадок растворили в азотной кислоте. К раствору добавили висмутат натрия. Получили раствор розового цвета. К аммиачному раствору добавили соляную

кислоту до  $\text{pH} = 1$  и сульфид натрия. Получили осадок желтого цвета.

47. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. При действии концентрированного раствора гидроксида аммония осадок полностью растворился. К аммиачному раствору прибавили азотную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета. К солянокислому раствору добавили избыток гидроксида аммония. Получили осадок и бесцветный раствор. Осадок растворили в азотной кислоте. К раствору добавили висмутат натрия. Получили раствор розового цвета. Аммиачный раствор подкислили азотной кислотой до  $\text{pH} = 2$  и добавили тиосульфат натрия. Получили осадок черного цвета нерастворимый в азотной кислоте.

48. При действии на пробу раствора соляной и серной кислот осадков не получили. При добавлении к другой порции раствора гидроксида натрия получили окрашенный осадок, который не растворяется в избытке щелочи. Осадок растворили в азотной кислоте и к полученному раствору добавили избыток концентрированного раствора гидроксида аммония. Получили окрашенный раствор и осадок бурого цвета. Осадок растворили в азотной кислоте и к раствору добавили роданид калия. Получили раствор красного цвета. Аммиачный раствор разделили на две части. Одну часть подкислили уксусной кислотой до  $\text{pH} = 5$ , добавили сульфат цинка и тетрароданомеркурят (II) аммония. Получили осадок синего цвета. К другой части аммиачного раствора добавили уксусную кислоту до  $\text{pH} = 9$  и диметилглиоксим. Получили осадок малинового цвета.

49. К пробе раствора добавили серную кислоту. Осадка не получили. При добавлении этилового спирта образовался осадок белого цвета. Осадок отделили фильтрованием. К сернокислому раствору добавили избыток гидроксида натрия. Получили аморфный осадок бурого цвета и бесцветный раствор. Осадок растворили в азотной кислоте и добавили роданид калия. Получили раствор красного цвета. К щелочному раствору добавили уксусную кислоту до  $\text{pH} = 5$  и алюминон. Получили осадок красного цвета.

50. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. Осадок полностью растворили в горячей воде. К раствору прибавили иодид калия. Получили кристаллический осадок желтого цвета. К солянокислому раствору добавили избыток гидроксида калия. Получили окрашенный осадок и бесцветный раствор. Осадок отделили фильтрованием. Осадок растворили в уксусной кислоте, добавили гидроксид натрия до  $\text{pH} = 5$ , сульфат цинка и тетраданомеркурат (II) аммония. Получили осадок синего цвета. К щелочному раствору добавили уксусную кислоту до  $\text{pH} = 5$  и алюминон. Получили осадок красного цвета.

51. Кислотность раствора, взятого на анализ, составила 3 единицы  $\text{pH}$ . К отдельной порции раствора прибавили гидроксид калия до  $\text{pH} = (6,5 \pm 0,5)$  и дигидроантимонат калия. Получили осадок белого цвета. К другой пробе раствора прибавили серную кислоту и этиловый спирт. Получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. К раствору добавили гидроксид натрия и уксусную кислоту до  $\text{pH} = 5$ , и алюминон. Получили осадок красного цвета.

52. К пробе раствора прибавили гидроксид натрия. Получили аморфный окрашенный осадок. При действии на осадок избытка раствора гидроксида натрия концентрацией 6 экв./л он частично растворился с образованием бесцветного раствора. Остальную часть осадка растворили в соляной кислоте. Получили окрашенный раствор. К солянокислому раствору прибавили избыток концентрированного раствора гидроксида аммония и немного гидроксида натрия. Получили белый осадок и раствор синего цвета. Осадок растворили в соляной кислоте, прибавили хлорид аммония, гидроксид аммония до  $\text{pH} = 9$  и гидроортофосфат натрия. Получили осадок белого цвета. К щелочному раствору добавили уксусную кислоту до  $\text{pH} = 5$  и алюминон. Получили осадок красного цвета. К синему аммиачному раствору прибавили серную кислоту до  $\text{pH} = 2$  и тиосульфат натрия. Получили темный осадок. Осадок растворили в азотной кислоте. При добавлении к азотнокислому раствору избытка гидроксида аммония получили раствор синего цвета.

53. К пробе раствора прибавили гидроксид натрия. Получили аморфный окрашенный осадок. Под действием избыточного

количества щелочи осадок частично растворился с образованием зеленого раствора. Остальную часть осадка растворили в соляной кислоте. К раствору добавили гидроксид аммония. Получили аморфный осадок бурого цвета и окрашенный раствор. Бурый осадок растворили в азотной кислоте и прибавили роданид калия. Получили раствор красного цвета. К щелочному раствору зеленого цвета прибавили пероксид водорода и прокипятили. Получили раствор желтого цвета. К раствору прибавили крепкую серную кислоту и амиловый спирт. После встряхивания органическая фаза окрасилась в синий цвет. К окрашенному аммиачному раствору прибавили уксусную кислоту до  $\text{pH} = 5$ , сульфат цинка и тетраданомеркурат (II) аммония. Получили осадок синего цвета.

54. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. При действии концентрированного раствора гидроксида аммония осадок полностью растворился. К аммиачному раствору прибавили азотную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета. К солянокислому раствору добавили сульфат натрия. Получили кристаллический осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. К фильтрату добавили сульфид натрия. Получили осадок желтого цвета.

55. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. Осадок полностью растворили в горячей воде. К раствору прибавили иодид калия. Получили кристаллический осадок желтого цвета. К солянокислому раствору добавили избыток гидроксида калия. Получили осадок и раствор зеленого цвета. Осадок растворили в азотной кислоте и добавили висмутат натрия. Получили раствор розового цвета. К щелочному раствору добавили бром и прокипятили. Получили раствор желтого цвета. К раствору добавили нитрат свинца (II). Получили осадок желтого цвета.

56. К пробе раствора прибавили соляную кислоту. Получили осадок белого цвета. Осадок отделили фильтрованием. При действии горячей воды осадок не растворился. При действии аммиака осадок не растворился, но приобрел темный цвет. Солянокислый раствор разделили на две части. К одной части



прибавили гидроксид натрия до  $\text{pH} = 5$  и гексанитрокобальтат (III) натрия. Получили осадок желтого цвета. К другой части солянокислого раствора добавили гидроксид калия до  $\text{pH} = 7$  и дигидроантимонат калия. Получили осадок белого цвета.

57. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. Осадок полностью растворили в горячей воде. К раствору прибавили иодид калия. Получили кристаллический осадок желтого цвета. К солянокислому раствору добавили избыток гидроксида калия. Получили осадок белого цвета и бесцветный раствор. Осадок растворили в соляной кислоте и прибавили раствор сульфида натрия. Получили осадок желтого цвета. К щелочному раствору добавили уксусную кислоту до  $\text{pH} = 5$  и алюминон. Получили осадок красного цвета.

58. К раствору добавили избыточное количество раствора гидроксида натрия. Получили окрашенный осадок, который отделили фильтрованием и бесцветный раствор. Осадок растворили в азотной кислоте и добавили избыток крепкого раствора гидроксида аммония. Получили осадок и раствор светло-синего цвета. Осадок растворили в азотной кислоте и добавили висмутат натрия. Получили раствор розового цвета. К щелочному раствору добавили соляную кислоту до  $\text{pH} = 1$  и сульфид натрия. Получили осадок белого цвета. К аммиачному раствору добавили уксусную кислоту до  $\text{pH} = 9$  и диметилглиоксим. Получили осадок малинового цвета.

59. К пробе раствора добавили соляную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета, который отделили фильтрованием. При действии концентрированного раствора гидроксида аммония осадок полностью растворился. К аммиачному раствору прибавили азотную кислоту. Получили творожистый осадок белого цвета. К солянокислому раствору добавили сульфат натрия. Получили кристаллический осадок белого цвета. Осадок отфильтровали. К фильтрату добавили сульфид натрия. Получили осадок белого цвета.

60. К пробе раствора добавили серную кислоту. Получили кристаллический осадок белого цвета. Осадок отделили

фильтрованием. К фильтрату добавили гидроксид натрия. Получили окрашенный осадок, который полностью растворился при действии избытка щелочи с образованием раствора зеленого цвета. К щелочному раствору прибавили перекись водорода и прокипятили. Получили раствор желтого цвета. Раствор разделили на две части. К одной части раствора прибавили нитрат бария. Получили осадок желтого цвета. К другой части добавили соляную кислоту до pH = 2 и сульфид натрия. Получили осадок белого цвета.

## 2. ВЕСОВОЙ (ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ) АНАЛИЗ

### ОСНОВНЫЕ УРАВНЕНИЯ

Гравиметрический метод количественного анализа (весовой анализ) основан на точном измерении массы анализируемого вещества или компонента смеси, выделенных в химически чистом виде, или в виде химических соединений точно известного состава.

В методе осаждения определяемый компонент количественно осаждают химическими способами в виде малорастворимого химического соединения постоянного состава.

Расчет массы навески ведут по уравнению:

$$m_n = m_{в.ф.} \frac{100F}{\omega}$$

Масса полученной весовой формы  $m_{в.ф.}$  при взвешивании на аналитических весах не должна превышать относительную ошибку метода  $\pm 0,2\%$ . Для кристаллических осадков масса весовой формы не менее 0,5 г, для аморфных осадков – не менее 0,1 г.

Объем раствора осадителя вычисляется по уравнению:

$$V_{oc} = 1,5 \frac{m_n F}{dC} 100,$$

где  $V_{oc}$  – объем осадителя, мл; 1,5 – эмпирический коэффициент избытка осадителя относительно теоретически рассчитанного, например, по уравнению реакции осаждения;  $C$  – концентрация раствора осадителя, %;  $d$  – плотность раствора осадителя, г/см<sup>3</sup>;  $m_n$  – масса навески анализируемого вещества, г.

Расчет результатов весового анализа выполняют при помощи уравнения:

$$\omega = \frac{m_{\text{в.ф.}} \cdot F}{m_{\text{н}}} 100\%$$

$\omega$  – содержание анализируемого вещества, %;  $m_{\text{в.ф.}}$  – масса весовой формы, г;  $m_{\text{н}}$  – масса навески анализируемого вещества, г;  $F$  – гравиметрический (аналитический) фактор:

$$F = \frac{zM_{\text{э-ва}}}{M_{\text{в.ф.}}}$$

где  $M_{\text{в-ва}}$  – молярная масса определяемого элемента;  $z$  – индекс при определяемом элементе в химической формуле весовой формы;  $M_{\text{в.ф.}}$  – молярная масса весовой формы.

### ПРИМЕР РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ

**Пример 1.** При анализе технических алюмокалиевых квасцов  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$  навеску 2,6710 г растворили в 200 мл воды и осадили сульфат бария из 20 мл полученного раствора. Сколько процентов алюминия содержится в препарате, если масса полученного осадка  $\text{BaSO}_4$  0,2680 г?

**Решение.** 1. Найдем число моль серы в 0,2680 г  $\text{BaSO}_4$ , учитывая, что 1 моль  $\text{BaSO}_4$  содержит 1 моль S:

$$n_{\text{S}} = \frac{m_{\text{BaSO}_4}}{M_{\text{BaSO}_4}} = \frac{0,2680}{233} = 1,15 \cdot 10^{-3} \text{ моль.}$$

2. Число молей S в 200 мл раствора  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$  равно

$$\frac{1,15 \cdot 10^{-3} \cdot 200}{20} = 0,0115 \text{ моль.}$$

3. В одном моле  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$  на 1 моль Al приходится 2 моль S, следовательно:

$$n_{\text{Al}} = 0,5n_{\text{S}} = 0,5 \cdot 0,0115 = 0,0058 \text{ моль;}$$

$$m_{\text{Al}} = n_{\text{Al}}M_{\text{Al}} = 0,0058 \cdot 27 = 0,156 \text{ г.}$$

$$4. \omega_{\text{Al}} = \frac{m_{\text{Al}}}{m_{\text{KAl}(\text{SO}_4)_2}} 100\% = \frac{0,156}{2,671} 100 = 5,8 \%$$

### ЗАДАЧИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ

1. Из аликвотной части объемом 50 мл раствора сульфата алюминия осадили сульфат-ион в виде сульфата бария; масса

которого составила 0,2640 г. Вычислить концентрацию сульфата алюминия в г/л и в моль/л.

2. Из навески чугунных стружек массой 2,851 г после соответствующей обработки получено 0,0824 г оксида кремния. Вычислить массовую долю кремния в чугуне.

3. При анализе навески апатита массой 0,1112 г получено 0,9926 г сухого осадка  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ . Вычислить массовую долю  $\text{P}_2\text{O}_5$  в апатите.

4. Из навески известняка массой 0,5210 г, после растворения её, соответствующих осадений и прокаливания, получено 0,2218 г  $\text{CaO}$  и 0,0146 г  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ . Вычислить массовую долю карбонатов кальция и магния в известняке.

5. Из навески 0,8325 г латуни, состоящей из меди, олова и цинка, при анализе было получено 0,6728 г  $\text{CuCNS}$  и 0,0423 г  $\text{SnO}_2$ . Вычислить процентный состав латуни.

6. В навеске 0,1341 г сильвинита определяли содержание калия осаднением его в форме  $\text{KClO}_4$ , масса которого составила 0,2206 г. Вычислить массовую долю хлорида калия в сильвините.

7. При анализе сурьмяного блеска  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  была взята навеска массой 0,1872 г. Вся сера была переведена в сульфат-ион, который осадили в виде  $\text{BaSO}_4$ , масса которого оказалась равной 0,3243 г. Вычислить массовую долю  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  в руде.

8. При анализе навески 0,4620 г пирита получено 1,774 г сульфата бария. При параллельном анализе второй навески 0,4224 г получено 1,6170 г сульфата бария. Каково среднее содержание серы в пирите?

9. Навеску цемента массой 1,8610 г растворили и осадили кальций. Из 250 мл полученного фильтрата отобрали аликвоту объёмом 100 мл и осадили  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$ . После прокаливания получили весовую форму  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ , масса которой была равна 0,2516 г. Вычислить массовую долю оксида магния в цементе.

10. При определении содержания оксида алюминия в железной руде осаднением  $\text{AlPO}_4$  вместе с алюминием осаждаются фосфаты титана  $\text{Ti}_2\text{P}_2\text{O}_9$  и циркония  $\text{ZrP}_2\text{O}_7$ . Вычислить процентное содержание оксида алюминия в руде, если из навески руды массой 0,2430 г получили осадок фосфатов алюминия, титана и циркония

общей массой 0,2512 г, а при дальнейшем анализе руды в ней было найдено 2,40 % титана и 0,050 % циркония.

11. При анализе навески фосфорита массой 0,2140 г получено 0,1536 г  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ . Вычислить массовую долю  $\text{P}_2\text{O}_5$  в фосфорите.

12. Навеску стали массой 1,0860 г растворили и осадили диметилглиоксимат никеля ( $\text{NiC}_8\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4$ ), масса которого составила 0,2136 г. Вычислить массовую долю никеля в стали.

13. Для анализа содержания сульфата алюминия взяли 50 мл раствора и осадили сульфат-ион в виде  $\text{BaSO}_4$ , масса которого равна 0,2640 г. Вычислить концентрацию, выраженную в г/л а) сульфат-иона и б) сульфата алюминия, считая на водную соль  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ .

14. Из 100 мл раствора бромида натрия осадили бром в виде  $\text{AgBr}$ . После высушивания вес осадка был равен 0,2510 г. Вычислить концентрацию  $\text{NaBr}$ , выраженную в г/л.

15. В растворе, приготовленном из железного купороса  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  двухвалентное железо окислили азотной кислотой до трехвалентного и затем осадили в виде гидроксида и прокалили. Вес прокаленного осадка  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  оказался равным 0,2662 г. Написать уравнения реакций и вычислить массу в первоначальном растворе: а)  $\text{Fe}^{2+}$  и б)  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .

16. Вычислить массовую долю  $\text{Na}_2\text{O}$  в силикате, если при анализе навески силиката массой 0,6805 г было получено 0,1455 г цинкуранилацетата натрия ( $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ).

17. Для анализа чугуна на содержание в нем серы взяли навеску в 5,904 г и обработали ее следующим образом: растворили в соляной кислоте, выделившийся из сульфида железа  $\text{H}_2\text{S}$  отогнали и поглотили раствором соли кадмия, затем  $\text{CdS}$  обработали избытком раствора  $\text{CuSO}_4$  и полученный осадок  $\text{CuS}$  прокалили. При этом было получено 0,0732 г прокаленного осадка  $\text{CuO}$ . Вычислить массовую долю серы в чугуне.

18. Из навески цемента 1,5000 г получили прокаленный осадок  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$  массой 0,2105 г. Сколько процентов  $\text{MgO}$  содержится в цементе?

19. Осадок, содержащий  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , обработали смесью плавиковой и серной кислот для удаления  $\text{SiO}_2$ ; при этом осадок потерял в весе 0,2607 г. Написать уравнение реакции и вычислить количество кремния в первоначальном осадке.

20. В навеске 0,1341 г хлорида калия, загрязненного хлоридом натрия, определяли содержание калия осаждением в виде  $\text{KClO}_4$ , масса которого оказалась равной 0,2206 г. Вычислить массовую долю  $\text{KCl}$  в исследуемом образце.

21. Из 100,0 мл раствора, содержащего хлориды калия и натрия, весь хлор осадили в форме хлорида серебра, масса которого после высушивания составила 0,1562 г. Вычислить массовую концентрацию (г/л) и массовую долю хлорид-иона в растворе, если его плотность равна  $1 \text{ г/см}^3$ .

22. Из 50,0 мл раствора, содержащего бромид калия, весь бром осадили в форме бромида серебра, масса которого после высушивания составила 0,2510 г. Вычислить массовую концентрацию (г/л) и массовую долю бромида калия в растворе, если его плотность равна  $1 \text{ г/см}^3$ .

23. Пробу раствора, содержащего сульфат железа (II) объемом 10,0 мл, обработали при нагревании азотной кислотой, после чего осадили железо в виде гидроксида, прокалили и получили массу оксида железа (III) равную 0,3288 г. Вычислить массовую долю и молярную концентрацию сульфата железа в пробе раствора, считая его плотность равной  $1 \text{ г/см}^3$ .

24. В растворе, приготовленном из железного купороса  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , двухвалентное железо окислили до трехвалентного и затем осадили в виде гидроксида и прокалили. Масса прокаленного остатка составила 0,2622 г. Вычислить массу медного купороса в пробе раствора.

25. Для анализа раствора сульфата алюминия взяли 50 мл этого раствора и осадили сульфат-ион в виде сульфата бария, масса которого составила 0,2640 г. Вычислить массовую концентрацию (г/л) сульфат-иона и соли состава  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ .

26. Раствор иодида калия обработали для осаждения иода хлоридом палладия. Осадок  $\text{PdI}_2$  прокалили в токе водорода, и он

восстановился до металлического палладия. Вычислить массу иодида калия в растворе, если масса палладия составила 0,2345 г.

27. Вычислить массовую долю оксида натрия в силикате, если при анализе навески силиката массой 0,6805 г было получено 0,1455 г цинкуранилацетата натрия  $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

28. Вычислить массовую долю фосфора и оксида фосфора в апатите, если при анализе навески апатита массой 0,1112 г было получено 0,9926 г осадка  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ .

29. Вычислить массовую долю меди, цинка и олова в образце латуни, если при анализе навески этого сплава массой 0,8325 г было получено 0,6728 г  $\text{CuSCN}$  и 0,0423 г  $\text{SnO}_2$ .

30. Вычислить массовую долю карбоната кальция и карбоната магния в пробе известняка, если из навески массой 0,5210 г было получено 0,2218 г  $\text{CaO}$  и 0,0146 г  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ .

### **3. ОБЪЕМНЫЙ (ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ) АНАЛИЗ**

#### **КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ**

Объемным анализом называют группу методов, основанных на измерении объема раствора с известной концентрацией, который необходимо добавить к пробе для протекания аналитической реакции в соответствии со стехиометрическим уравнением. Добавляемый реагент называют титрантом, а его раствор с заданной концентрацией – титрованным раствором. Для анализа с помощью мерной пипетки отбирают от растворенной пробы точный объем, называемый аликвотным. Задача состоит в определении эквивалентной точки – состояния системы, в котором полностью, в эквивалентных соотношениях, прореагировали определяемый элемент и титрант. Эту задачу решают путем титрования – добавления по каплям к аликвоте пробы раствора титранта. Первая избыточная капля титранта вызывает изменение окраски индикатора или физико-химических свойств раствора (электропроводности, электродного потенциала и т.п.), по которому определяют эквивалентную точку. Соответствующий ей объем титранта называют эквивалентным.

В точке эквивалентности выполняется соотношение, называемое законом эквивалентности для растворов:

$$\frac{C_N}{V_a} = \frac{C_T}{V_E}$$

где  $C_N$  – нормальная концентрация раствора пробы, экв/л;  $V_a$  – объем пробы, взятый для титрования (аликвота), мл;  $C_T$  – нормальная концентрация раствора титранта, экв/л;  $V_E$  – эквивалентный объем титранта, мл.

Пользуясь законом эквивалентов рассчитывают концентрацию вещества в пробе раствора по данным о концентрации титранта, его эквивалентного объема и объема аликвоты.

При использовании метода комплексонометрии при расчете результатов по формуле используют не нормальные, а молярные концентрации

#### ПРИМЕРЫ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ

**Пример 1.** Навеску 0,5251 г технического гидроксида калия растворили в мерной колбе емкостью 100 мл. На титрование 20 мл раствора с фенолфталеином израсходовали 18,0 мл 0,1000 н. HCl. Вычислить массовую долю KOH в образце

**Решение.** 1. По формуле (2) рассчитаем концентрацию 100 мл раствора гидроксида калия:

$$C_{\text{KOH}} = \frac{C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}}}{V_a} = \frac{0,1 \cdot 18}{20} = 0,09 \text{ экв/л.}$$

2. Для гидроксида калия число обменных эквивалентов равно 1, следовательно  $C_N = C_M = 0,09$  моль/л.

3. Определим количество вещества гидроксида калия в 100 мл раствора:

$$n_{\text{KOH}} = C_{\text{KOH}} V_{\text{KOH}} = 0,09 \cdot 0,1 = 0,009 \text{ моль.}$$

4. Найдем массу гидроксида калия:

$$m_{\text{KOH}} = n_{\text{KOH}} M_{\text{KOH}} = 0,009 \cdot 56 = 0,504 \text{ г.}$$

5. Рассчитаем массовую долю чистого KOH в техническом продукте:

$$\omega_{\text{KOH}} = \frac{m_{\text{KOH}}^{\text{чист}}}{m_{\text{KOH}}^{\text{тех}}} 100\% = \frac{0,504}{0,5251} 100 = 96\% .$$



**Пример 2.** Вычислить молярность раствора серной кислоты, если на титрование 20,00 мл его израсходовано 19,20 мл 0,1 н. гидроксида натрия.

**Решение.** 1. По формуле (2) рассчитаем нормальную концентрацию раствора серной кислоты:

$$C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{C_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}}}{V_a} = \frac{0,1 \cdot 19,2}{20} = 0,096 \text{ экв./л.}$$

2. Для серной кислоты число обменных эквивалентов равно 2, следовательно  $C_M = 0,5 C_N = 0,048$  моль/л.

### ЗАДАЧИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ

1. Какова молярная концентрация серной кислоты, если на титрование 0,4519 г буры  $\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  израсходовали 16,43 мл этого раствора?

2. Из 6,2270 г буры  $\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  приготовили 250 мл раствора. На титрование аликвоты 25 мл этого раствора израсходовали 24,17 мл соляной кислоты. Определить нормальную концентрацию растворов буры и соляной кислоты.

3. Для нейтрализации 20 мл 0,2215 н. раствора соляной кислоты требуется 21,4 мл раствора  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ . На нейтрализацию 25 мл уксусной кислоты требуется 22,55 мл раствора гидроксида бария. Вычислить нормальную концентрацию уксусной кислоты.

4. Рассчитать процентное содержание карбоната натрия в растворе с плотностью 1,05 г/см<sup>3</sup>, если на титрование аликвоты 20 мл по метиловому оранжевому израсходовали 33,45 мл 0,57 н. раствора соляной кислоты.

5. Рассчитать концентрацию серной кислоты в г/л, если на титрование аликвоты 10 мл израсходовали 20,60 мл 1,01 н. раствора едкого натра.

6. Навеску массой 0,5 г смеси карбонатов натрия и калия растворили в мерной колбе на 100 мл. На нейтрализацию аликвоты объёмом 10 мл по метиловому оранжевому израсходовали 3,95 мл 0,2 н. раствора соляной кислоты. Вычислить процентное содержание карбоната натрия в смеси.

7. Навеску массой 4,0 г нитрата аммония растворили в мерной колбе на 500 мл. К аликвоте 25 мл добавили 10 мл раствора

формалина. На титрование азотной кислоты, выделившейся при взаимодействии нитрата аммония с формалином, израсходовали 24,25 мл 0,1 н. раствора едкого натра. Влажность нитрата аммония 2,2 %. Вычислить процентное содержание  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  и азота в нитрате аммония в пересчёте на сухое вещество.

8. На титрование аликвоты ортофосфорной кислоты объёмом 10 мл израсходовали 8,2 мл 0,1 н. раствора щёлочи. Вычислить молярную концентрацию кислоты в пробе, если титрование вели до перехода окраски фенолфталеина из бесцветной в малиновую.

9. На титрование аликвоты серной кислоты объёмом 10 мл израсходовали 13,4 мл 0,1 н. раствора щёлочи. Вычислить молярную концентрацию кислоты.

10. На титрование аликвоты гидроксида бария объёмом 10 мл израсходовали 24,6 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты. Вычислить молярную концентрацию  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ .

11. На титрование аликвоты раствора карбоната натрия объёмом 10 мл израсходовали 14,2 мл 0,1 н. раствора серной кислоты. Вычислить нормальную и молярную концентрации карбоната натрия, если титрование вели до обесцвечивания розовой окраски фенолфталеина.

12. На титрование аликвоты раствора сульфата никеля (II) объёмом 10 мл израсходовали 12,4 мл 0,05 М раствора трилона Б. Вычислить нормальную концентрацию сульфата никеля.

13. Сколько миллилитров раствора трилона Б с концентрацией 0,05 М будет израсходовано на титрование аликвоты объёмом 10 мл раствора с концентрацией по сульфату цинка 0,14 н. и по хлориду меди (II) 0,08 М?

14. Какая масса карбоната натрия (мг) содержится в растворе, если на его нейтрализацию до угольной кислоты расходуется 23,0 мл раствора соляной кислоты концентрацией 0,1020 экв./л?

15. Вычислить массовую долю оксида азота (V) в азотной кислоте, если на титрование пробы  $\text{HNO}_3$  массой 2,0500 г затрачено 22,7 мл раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 экв./л

16. На титрование навески концентрированной соляной кислоты массой 3,2040 г расходуется 33,05 мл раствора гидроксида

натрия концентрацией 1,010 экв./л. Вычислить массовую долю соляной кислоты в растворе. Удовлетворяет ли полученное значение ГОСТ, согласно которому содержание HCl в товарной соляной кислоте должно быть 35-38 %?

17. Для определения свободного P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в суперфосфате его навеску массой 10,00 г взболтали с водой, отфильтровали и довели дистиллированной водой до 500 мл. От полученного раствора была отобрана аликвота 50 мл. На титрование аликвоты с метиловым оранжевым пошло 16,2 мл раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1002 экв./л. Вычислить массовую долю свободного оксида фосфора (V) в суперфосфате.

18. Вычислить массовую долю серной кислоты в растворе, если на титрование аликвоты 10 мл расходуется 20,60 мл раствора гидроксида натрия концентрацией 1,010 экв./л. При расчете плотность раствора кислоты принять равной 1 г/см<sup>3</sup>.

19. Исследуемое вещество может быть либо гидроксид калия либо гидроксид натрия. Для нейтрализации 1,10 г этого вещества потребовалось 31,4 мл раствора соляной кислоты концентрацией 0,860 экв./л. Определить эквивалентную массу щелочи и установить, гидроксид какого металла содержался в пробе. Вычислить массовую долю примесей в реактиве, считая, что они с соляной кислотой не взаимодействуют.

20. На нейтрализацию 0,2000 г одноосновной органической кислоты потребовалось 31,7 мл раствора гидроксида калия концентрацией 0,1000 экв./л. Вычислить эквивалентную массу кислоты и предложить ее формулу.

21. Вычислить нормальную концентрацию раствора кислоты, если на титрование 0,1946 г химически чистого карбоната натрия требуется 20,45 мл этого раствора.

22. Вычислить молярную концентрацию раствора серной кислоты, если для титрования 0,4519 г буры (Na<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>7</sub>·10H<sub>2</sub>O) требуется 16,43 мл этого раствора.

23. Вычислить массовую концентрацию (г/л) соляной кислоты, если на титрование 0,2147 г карбоната натрия расходуется 22,26 мл этого раствора.

24. Какая масса гидроксида натрия содержится в растворе, если на его нейтрализацию расходуется 20,00 мл 0,2210 М раствора серной кислоты?

25. Какая масса соляной кислоты содержится в растворе, если на его нейтрализацию расходуется 22,00 мл 0,1140 М раствора карбоната натрия?

26. Какая масса гидроксида бария содержится в растворе, если на его нейтрализацию расходуется 20,00 мл 0,1245 н. раствора соляной кислоты?

27. Вычислить массовую долю соды в растворе плотностью 1,050 г/см<sup>3</sup>, если на титрование его аликвоты объемом 20 мл расходуется 33,45 мл 0,5700 н. раствора соляной кислоты.

28. Вычислить массовую долю серной кислоты в растворе плотностью 1 г/см<sup>3</sup>, если на титрование аликвоты этого раствора объемом 10 мл идет 20,60 мл 1,010 н. раствора гидроксида натрия.

29. Вычислить массовую долю соляной кислоты в растворе, если для титрования его навески массой 3,2040 г потребовалось 33,05 мл 1,010 н. раствора гидроксида натрия.

30. Исследуемое вещество может быть гидроксидом натрия либо гидроксидом калия. Для нейтрализации навески этого вещества массой 1,100 г потребовалось 32,40 мл 0,860 н. раствора соляной кислоты. Что это за вещество и сколько оно содержит примесей?

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Золотов Ю.А.* и др. Основы аналитической химии в 2-х книгах. Книга 1. Общие вопросы. Методы разделения. 351 с. Книга 2. Методы химического анализа. 494 с. М.: Высшая Школа. 2014 г.
2. *Харитонов Ю.Я.* Аналитическая химия. М.: Высшая школа. 2015.
3. *Васильев В.П.* Аналитическая химия. М.: Дрофа. 2014.
4. *Васильев В.П.* Аналитическая химия. Лабораторный практикум. М.: Дрофа. 2014.
5. *Чиркст Д.Э.* Аналитическая химия. Качественный анализ. Методические указания к лабораторным работам / Д.Э. Чиркст, О.В. Черемисина, И.И. Иванов, А.А. Кужаева, А.А. Чистяков, М.А. Сулимова, Т.Е. Литвинова. - СПб. СПГГИ. 2010 г.
6. *Чиркст Д.Э.* Аналитическая химия. Количественный анализ. Методические указания к лабораторным работам / Д.Э. Чиркст, О.В. Черемисина, И.И. Иванов, А.А. Чистяков, О.Л. Лобачева, Т.Е. Литвинова. - СПб. СПГГИ. 2010.
5. Краткий справочник физико-химических величин. Издание 9. ред. Равдель А.А., Пономарева А.М. 10-е издание. СПб.: Иван Федоров. 2016. 237 с.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение .....	3
1. Составление схем качественного анализа кислотно-основным методом .....	4
Основные уравнения .....	4
Общий ход систематического качественного анализа .....	8
Примеры решения задач .....	10
Задачи для решения .....	16
2. Весовой (гравиметрический) анализ .....	26
Основные уравнения .....	26
Пример решения задач .....	27
Задачи для решения .....	27
3. Объемный (титриметрический) анализ .....	31
Краткие теоретические сведения .....	31
Примеры решения задач .....	32
Задачи для решения .....	33
Библиографический список .....	37