



**Коммерциялық емес  
акционерлік қоғам**

**ҒҰМАРБЕК ДӘУКЕЕВ  
АТЫНДАҒЫ АЛМАТЫ  
ЭНЕРГЕТИКА  
ЖӘНЕ БАЙЛАНЫС  
УНИВЕРСИТЕТІ**

Инженериядағы  
менеджмент және  
кәсіпкерлік кафедрасы

### **ХИМИЯЛЫҚ ТАЛДАУ**

Дайындау бағыты 6В112 – «Өндірісте еңбекті қорғау және гигиена»  
6В11203 – «Өнеркәсіптік қауіпсіздік»,  
дайындау бағыты В094 – «Санитарлы-профилактикалық іс-шаралары»  
6В11202 – «Инженерлік экология және энергетикадағы қауіпсіздік» білім  
беру бағдарламалары бойынша оқитын барлық оқу түрінің бакалавриат  
студенттері үшін зертханалық жұмыстарды орындауға арналған әдістемелік  
нұсқаулар

Алматы 2022

ҚҰРАСТЫРУШЫЛАР: Туманова А.А., Идрисова К.С. Химиялық талдау. Дайындау бағыты 6В112 – «Өндірісте еңбекті қорғау және гигиена» 6В11203

– «Өнеркәсіптік қауіпсіздік», дайындау бағыты В094 – «Санитарлы-профилактикалық іс-шаралары» 6В11202 – «Инженерлік экология және энергетикадағы қауіпсіздік» оқу бағдарламалары бойынша оқитын барлық оқу түрінің бакалавриат студенттері үшін зертханалық жұмыстарды орындауға арналған әдістемелік нұсқаулар. – Алматы: Ғ. Дәукеев атындағы АЭЖБУ, 2022. - 29 б.

Зертханалық жұмыстарды орындауға арналған әдістемелік нұсқау 6В11203 – «Өнеркәсіптік қауіпсіздік», 6В11202 – «Инженерлік экология және энергетикадағы қауіпсіздік» білім беру бағдарламалары бойынша оқитын бакалаврларға арналған және «Химиялық талдау» курсы бойынша білім стандартына сәйкес дайындалған.

Осы әдістемелік нұсқауға негізгі 6 зертханалық жұмыстың сипаттамасы кіреді. Зертханалық жұмыстардың сипаттамасы қысқаша теориялық кіріспеден басталып, оларды өзіндік тексеруге арналған бақылау сұрақтары аяқтайды.

Без. – 5, кесте – 9, әдеб. көрсеткіші – 5 атау.

Пікір беруші

Аршидинов М.М.

«Ғұмарбек Дәукеев атындағы Алматы энергетика және байланыс университетінің» КЕАҚ 2022 жылғы жоспары бойынша басылады.

© «Ғұмарбек . Дәукеев атындағы Алматы энергетика және байланыс университеті» КЕАҚ, 2022 ж.

## Кіріспе

Химиялық талдау бойынша зертханалық практикумның мақсаты жалпы және бейорганикалық химиядан студенттердің алған білімін толықтыру және бекіту, сандық және сапалы химиялық талдау бойынша жұмыстың практикалық дағдысын алу, химиялық талдаудың нақты есептерін шешу кезінде аналитикалық химияның негізгі теориялық ережелерін қолдану.

Осы әдістемелік нұсқау сапалы талдау жұмыстарын қамтып қана қоймай, аналитикалық химияның сандық талдау жұмыстарын да қамтиды.

Студенттер аналитикалық химияның зертханасында жұмысты бастамас бұрын, міндетті түрде «Техника қауіпсіздігінің ережелерімен» танысуы керек және «Техника қауіпсіздігінің журналына» қол қойып, міндеттемені бұлжытпай орындауды өз жауапкершілігіне алуы қажет.

Барлық зертханалық тәжірибелер жартылай микроәдістермен орындалады, яғни бақылағыштық пен ұқыптылық сияқты реактивтердің тамшы мөлшерімен пайдалы сапасын жетілдіруге мүмкіндік береді.

Әр жұмыстағы материалдарды жеңіл меңгеру үшін қарастырылып отырған сұраққа жеткілікті, нақтылы теориялық сипаттама келтірілген, соңында – берілген зертханалық жұмыс бойынша нәтижелердің есебін қабылдау кезінде оқытушының қоятын теориялық бақылау сұрақтары берілген.

Курс қорытындысы барлық зертханалық жұмыстарды орындауды, оған қоса бақылауды, оларға есеп беруді және сынақ алу немесе емтиханға кіруге рұқсат алуды түсіндіреді.

## Сапалы талдау

### № 1 зертханалық жұмыс. Қышқылды-негізді жүйелеу бойынша I-III топтағы катиондардың аналитикалық реакциялары

Катиондардың сапалы талдауы бөлшекті мен жүйелі талдауынан тұрады.

**Бөліктегі** талдауда зерттейтін ерітіндідегі бөлініп алынған порциядағы талданатын ионды кез келген кезекпен өзіне тән және селективті реакцияларды қолдану арқылы жасауға болады.

**Жүйелі** талдау кезекпен катиондарды қоспадан ажыратып, топтық реагенттер бойынша аналитикалық топтарға бөліп, жеке катиондарды табу. Катиондарды аналитикалық топтарға бөлу катиондардың топтық реагенттермен біркелкі ерімейтіндігіне негізделген.

1 кесте – Катиондардың қышқылды-негізді жүйелеуі

Катиондардың аналитикалық тобы	Катиондар	Топтық реагент	Топтық реагенттермен өнімдердің әрекеттесуі, аналитикалық белгісі
I	$K^+, Na^+, NH_4^+$	–	–
II (хлорлы)	$Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}$	2 моль/л ерітінді HCl	$AgCl, PbCl_2, Hg_2Cl_2$ – ақ түсті тұнба
III (сульфат)	$Ba^{2+}, Ca^{2+}, Sr^{2+}$	1 моль/л ерітінді $H_2SO_4$	$BaSO_4, CaSO_4, SrSO_4$ – ақ түсті тұнба
IV (амфолит)	$Al^{3+}, Sn^{2+}, Sn^{IV}, As^{III}, As^V, Cr^{3+}, Zn^{2+}$	Артық мөлшерде алынған 2 моль/л сілті ерітіндісі, $H_2O_2$ қатысуымен	Гидрокомплекстер: $[Al(OH)_6]^{3-}, [Sn(OH)_6]^{2-}, [Sn(OH)_4]^{2-}, [Zn(OH)_4]^{2-}$ – түссіз ерітінділер, $[Cr(OH)_6]^{3-}$ – лағыл-жасыл түсті ерітінді, $AsO_4^{3-}$
V (гидроксидті)	$Mg^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Bi^{3+}, Sb^{III}, Sb^V$	Артық мөлшерде алынған 2 моль/л ерітіндісі NaOH	$Mn(OH)_2, Fe(OH)_2$ – ауада қараятын ақ түсті тұнба; $MnO_2, Fe(OH)_3$ – қоңыр түсті тұнба; $Mg(OH)_2, Bi(OH)_3, Sb(OH)_3, HSbO_3$ – ақ түсті тұнба
VI (аммиакты)	$Cu^{2+}, Cd^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Hg^{2+}$	Артық мөлшерде алынған $NH_3$ , конц.	Аммиакты комплекстер: $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ – ашық көк түсті $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ – сиренді $[Co(NH_3)_6]^{2+}$ – сары $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$ және $[Hg(NH_3)_4]^{2+}$ – түссіз ерітінділер

Ерітіндідегі реакциялар байқалған аналитикалық белгілерге сәйкес газ бөлінетін, тұнбалы, люминесцентті, түрлі түсті, микрокристаллоскопиялы болып бөлінеді.

2 кесте - Аналитикалық белгілерге сәйкес реакциялардың жіктелуі

Реакциялар	Аналитикалық белгілері
Тұнбалы	Тұнбаның түзілуі немесе еруі
Газ бөлінетін	Газдың бөлінуі
Түрлі түсті	Бояудың пайда болуы немесе боялған ерітіндінің түссізденуі
Люминесцентті	Реакция соңында ерітіндінің сәулеленуі немесе люминесценцияның сөнуі
Микрокристаллоскопиялы	Микроскоппен бақыланатын өзінің нақты өлшемі, түсі және формасы бар кристалдар

## 1.2 Тәжірибелік бөлім

### I аналитикалық топ катиондарын сапалы талдау

I-ші аналитикалық топқа Д.И.Менделеевтің химиялық элементтер периодтық жүйесінің (ХЭПЖ) I топтың негізгі топшадағы s-элементтер ( $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ) және аммоний ионы ( $\text{NH}_4^+$ ) жатады.

Катиондардың II-ші аналитикалық тобына ХЭПЖ I B және II B топшалардың d-элементтері ( $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ ) және IVA топшасындағы p-элемент ( $\text{Pb}^{2+}$ ) иондары жатады. Күміс және қорғасын катиондары үшін әртүрлі комплекстер түзілу тән. Олардың ең негізгілері: аммиакатты, хлоридті, тиосульфатты. Тотығу-тотықсыздану белсенділігін  $\text{Hg}_2^{2+}$  ионы көрсетеді. Күшті тотықтырғыштың әсерінен  $\text{Hg}_2^{2+}$  ионы  $\text{Hg}^{2+}$  ионына дейін тотығады, ал күшті тотықсыздандырғыш әсер еткенде  $\text{Hg}_2^{2+}$  ионы  $\text{Hg}^0$  дейін тотықсызданады.  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$  және  $\text{Pb}^{2+}$  иондары түссіз, сондықтан ерітінділерінің және тұнбаның түсі анионның түсіне байланысты. Топтық реагент ретінде тұз қышқылы ерітіндісі қолданылады.

III-ші аналитикалық топ катиондары ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ) ХЭПЖ II-ші топтың негізгі топшасының s-элементтері катиондары болып табылады. Бұл топтың катиондарына топтық реагент - күкірт қышқылының ерітіндісі.

II-ші және III-ші аналитикалық топтардың топтық реагенттері ретінде қолданылатын минералды  $\text{HCl}$  және  $\text{H}_2\text{SO}_4$  қышқылдары прекурсорларға

жататындықтан, оларды пайдалану үшін зертханада лицензия (рұқсат қағазы) болуы қажет.

Барлық жасалған сапалы реакциялардың нәтижелерін төменде келтірілген сұлба бойынша зертханалық журналға тіркейді:

Тақырып: \_\_\_\_\_ аналитикалық топ катиондарының сапалы реакциялары

Анықталатын ион	Реактив	Реакция теңдеуі	Шарты	Аналитикалық белгі және алынған қосылыстардың қасиеті

### 1.2.1 I-ші топ катиондарын сапалы талдау

#### *Калий ионын сапалы талдау*

1. Калий–мыс–қорғасын нитритін тұндыру микрокристаллоскопиялық реакциясы.

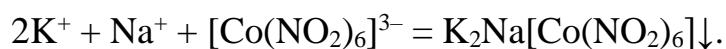
Зерттейтін шыныға 3 тамшы калий тұзын тамызып, 1 тамшы мыс (II) нитратын (немесе ацетатын), 1 тамшы қорғасын (немесе стронций) нитратын тамызып, құрғағанша булаймыз. Суыған соң тұнбаға 1 тамшы 2 моль/л сірке қышқылының ерітіндісі мен натрий нитритінің кішкентай кристалын қосқанда калий–мыс–қорғасын нитритіне тән қара (жасыл) төртбұрышты кристалдар түзіледі:



Осы сияқты жағдайда аммоний – мыс – қорғасын нитритінің тұнбасын аммоний ионы береді.

2. Натрий (III) гексанитрокобальтат ерітіндісінің реакциясы.

3 Тамшы калий тұзының (рН=7) ерітіндісіне натрий (III) гексанитрокобальтат ерітіндісінің 3 тамшысын қосқанда, сары тұнба түзіледі:



Реакцияның дұрыс өтуін жаңа дайындалған реагенттің артық алынған мөлшері, рН≈4–6 жағдай туғызады. Осы сияқты жағдайда аммоний  $(NH_4)_2Na[Co(NO_2)_6] \downarrow$  аммоний ионы береді.

Реакция калий ионын бөліп анықтауға және соңынан басқа иондардан бөлу үшін натрий карбонатының артық алынған ыстық ерітіндісін қосады. Фильтратты тұнбаны бөліп алған соң, сірке қышқылымен қышқылды орта түзілгенше қосады да, анықтау реакциясын жүргізеді.

3. Жалынның түсі өзгеру реакциясы (пирохимиялық реакция).

Калийдің тұздары мен асқа қосылыстары жалынды күлгін түске бояйды. Графитті қаламның ұшымен тұздың кристалын отқа апарып, жалын түсінің өзгергенін байқаймыз.

### ***Натрий иондарын сапалы талдау***

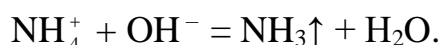
4. Жалынның түсі өзгеру реакциясы (пирохимиялық реакция).

Натрийдің тұздары мен басқа қосылыстары жалынды сары түске бояйды. Графитті қаламның ұшымен натрий тұзының кристалын отқа апарып, жалын түсінің ашық сары түске өзгергенін байқаймыз.

### ***Аммоний иондарын сапалы талдау***

5. Аммиактың бөліну реакциясы.

3 тамшы аммоний тұзының ерітіндісіне 5 тамшы 2 моль/л натрий (немесе калий) гидроксидінің ерітіндісін қосып, аздап қыздырамыз. Аммиактың бөлінгенін өзіне тән иістен сеземіз.



Бөлінген аммиактың газы сулы лакмус қағазын көк түске бояйды, ал фенолфталеинді қызыл түске бояйды. Бұл реакция алдын ала жасалатын талдауда аммоний ионын бөлшекті тексеру үшін қолданылады.

## **1.2.3 II-ші топ катиондарының сапалы талдауы**

### ***Күміс иондарын сапалы талдау***

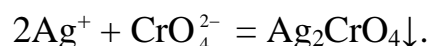
6. Сілті ерітінділерімен тұндыру.

2-3 тамшы күміс тұзының ерітіндісіне 1-2 тамшы 2 моль/л натрий гидроксидінің ерітіндісін құямыз. Алдымен тұрақсыз күміс гидроксидінің тұнбасы түзіледі, сосын ол қара түсті күміс оксидіне дейін ыдырайды:

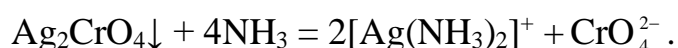


7. Хромат ерітінділерімен тұндыру.

2-3 тамшы күміс тұзының ерітіндісіне 1-2 тамшы калий хроматының ерітіндісін қосамыз. Кірпіш-қызыл түсті күміс хроматының тұнбасы түзіледі:



Реакция ортасы бейтарап ( $\text{pH} = 7$ ) болу керек, өйткені сілтілік ортада күміс оксидінің қара тұнбасы, ал қышқылды ортада күміс дихроматының ерігіштігіне байланысты тұнба түзілмейді. Тұнбаға концентрленген аммиак ерітіндісін қосқанда, тұнба еріп, күмістің аммиакты комплексі түзіледі:



8. Галогенсутекті қышқыл тұздарының ерітіндісімен тұндыру.

Үш пробирканың: біріншісіне 2-3 тамшы  $\text{NaCl}$  ерітіндісін; екіншісіне 2-3 тамшы  $\text{NaBr}$  ерітіндісін; үшіншісіне 2-3 тамшы  $\text{KI}$  ерітіндісін құямыз. Әр пробиркаға 3-5 тамшы күміс нитратының ерітіндісін тамызамыз. Реакция теңдеуін жазып, аналитикалық белгісін көрсетіңіздер. Әр тұнбаға 5-10 тамшы

концентрленген аммиак ерітіндісін тамызамыз. Тұнбаның ерігіштігіне қорытынды жасаңыздар.

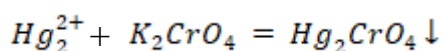
### ***Қорғасын иондарын сапалы талдау***

9. Қорғасын ерітіндісінің 1-2 тамшысына 2 тамшы 2М  $\text{CH}_3\text{COOH}$  және 2-3 тамшы KI ерітіндісін қосыңыз. Сары түсті тұнба түзіледі. Қыздырғанда бұл тұнба жақсы ериді, бірақ оны суытқанда қайтадан жылтыр-сары түсті тұнба түзіледі:



### ***Сынап (I) иондарының сапалы реакциялары***

10. Сынап (I) ерітіндісінің 2-3 тамшысына 2М калий хроматы  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  ерітіндісінің 2 тамшысын қосыңыз. Қызыл түсті  $\text{Hg}_2\text{CrO}_4$  тұнба түзіледі:

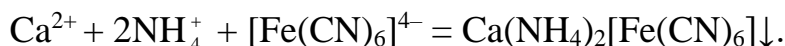


## **1.2.4 III-ші аналитикалық топ катиондарының сапалы талдауы**

### ***Кальций иондарының сапалы реакциялары***

11. Калий (II) гексацианоферрат ерітіндісімен тұндыру.

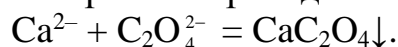
2 тамшы кальций тұзының ерітіндісіне 2 тамшыдан 2 моль/л аммоний гидроксиді мен аммоний хлориді ерітінділерін қосып қыздырамыз да, 4 тамшы калий (II) гексацианоферратының қаныққан ерітіндісін тамызамыз. Кальций (II) гексацианоферрат – аммоний кристалды тұнбаның түзілгенін бақылаймыз:



Осы реакция стронцийдің қатысуымен кальцийді анықтауға мүмкіндік береді.

12. Оксалаттарды тұндыру реакциясы.

3 тамшы кальций тұзына 3 тамшы аммоний оксалатының ерітіндісін тамызамыз, кальций оксалаты тұнбасы түзіледі.



Тұнба минералды қышқылдарда ериді, бірақ барий және стронций оксалаттары сияқты сірке қышқылында ерімейді.

## **1.3 Бақылау сұрақтары**

1. I-ші аналитикалық топ катиондарын жүйелік талдау сұлбасын құрастырыңыз.

2. II-ші аналитикалық топ катиондарын жүйелік талдау сұлбасын құрастырыңыз.

3. III-ші аналитикалық топ катиондарын жүйелік талдау сұлбасын құрастырыңыз.



## №2 Зертханалық жұмыс. Қышқылдық-негіздік жіктелу бойынша IV-VI топтардың катиондарының аналитикалық реакциялары

### 2.1 Теориялық бөлім

Төртінші аналитикалық топтың құрамына ХЭПЖ III; IV; V тобының негізгі топшаларының р-элементтерінің катиондары ( $\text{Al}^{3+}$ ;  $\text{Sn}^{2+}$ ;  $\text{Sn}^{4+}$ ; As (III); As (V)) және II мен VI топтың қосымша топшаларының d-элементтерінің катиондары ( $\text{Zn}^{2+}$  және  $\text{Cr}^{3+}$ ) кіреді. Мышьяк (III) пен мышьяк (V) көбіне арсенит- ( $\text{AsO}_2^-$ ;  $\text{AsO}_3^{3-}$ ) және арсенат-ион ( $\text{AsO}_4^{3-}$ ) түрінде анықтайды, сондықтан осы аниондардың қасиеттерін аниондардың сапалық реакцияларында зерттейді.

Осы катиондар олардың гидроксидтерінің амфотерлігіне байланысты бір топқа біріктірілген, сондықтан артық мөлшерде алынған сілті осы топтың реагенті болып табылады. Сілті ерітіндісіндегі (pH 7, 8...12) комплексті иондарының құрамы  $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{OH})_4]^-$ ;  $[\text{Cr}(\text{OH})_6]^{3-}$ ;  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ ;  $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$  (қарапайым түрі  $\text{AlO}_2^-$ ,  $\text{CrO}_2^-$ ,  $\text{ZnO}_2^{2-}$ ,  $\text{SnO}_2^{2-}$  сәйкес), олар қышқыл ерітінділерде акваирленген комплекстерге  $\text{Al}^{3+}$ ;  $\text{Cr}^{3+}$  және  $\text{Zn}^{2+}$ , және хлоридті комплекске  $[\text{SnCl}_4]^{2-}$  айналады.

V аналитикалық (гидроксидті) топтың құрамына ХЭПЖ 5 - топтың негізгі топшасының р-элементтері  $\text{Bi}^{3+}$ ; Sb (III); Sb (V); II топтың негізгі топшасының s-элементі  $\text{Mg}^{2+}$  ионы және VII мен VIII топтардың қосымша топшаларының d-элементтерінің ( $\text{Fe}^{2+}$ ;  $\text{Fe}^{3+}$ ;  $\text{Mn}^{2+}$ ) катиондары кіреді. V топтың тұздарының катиондарынан еритіндеріне ерітінділерінің ортасы қышқылды болатындықтан күшті қышқылдардың тұздары жатады.

V топ катиондарының гидроксидтері (сурьма мен темір (III) гидроксидтерінен басқалары) негіздік қасиет көрсетеді. IV топтың катиондарына қарағанда V топ катиондарының гидроксидтері сілті ерітіндісінің артық мөлшерінде ерімейді, сондықтан сілті ерітіндісі осы топ катиондарына топтық реагент болып табылады.

VI-шы аналитикалық топтың құрамына ХЭПЖ қосымша топшаларының I-ші топтың ( $\text{Cu}^{2+}$ ), II топтың ( $\text{Cd}^{2+}$ ;  $\text{Hg}^{2+}$ ) және VIII топтың ( $\text{Co}^{2+}$ ;  $\text{Ni}^{2+}$ ) d-элементтері кіреді.

VI топтың катиондарының гидроксидтері артық мөлшерде алынған сілтіде ерімейді, артық мөлшерде алынған  $\text{NH}_3$  ерітіндісінде және оның концентрлі ерітінділерінде ериді де,  $[\text{Me}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  және  $[\text{Me}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  комплексті амиакаттарын түзеді. Бұл аммиактың 25% ерітіндісін топтық реагент ретінде қолданудың негізі болып табылады.

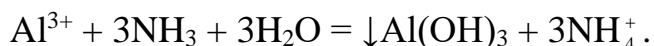
## 2.2 Тәжірибелік бөлім

### 2.2.1 IV аналитикалық (амфолитті) топ катиондарының сапалы талдауы

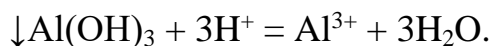
#### *Алюминий иондарының сапалы реакциялары*

1. Аммоний гидроксиді ерітіндісімен тұндыру.

2 тамшы алюминий тұзына 3 тамшы 2 моль/л аммоний гидроксиді ерітіндісін қосып, су моншасында 5 минут қыздырады. Алюминий гидроксидінің ақ түсті амфотерлі тұнбасы түзіледі:



Осы сияқты реакцияларды  $\text{pH} > 7$  сілтілер мен тұз ерітінділері береді. Алынған тұнбаны 2-ге бөліп, біреуіне тамшылатып тұз қышқылының ерітіндісін тұнба толық ерігенше қосады:



Екінші бөлігіне тамшылатып натрий гидроксидінің ерітіндісін тұнба толық ерігенше қосады:



Амфотерлі алюминий гидроксиді  $\text{pH}$  4,5- 10,0 аралығында ғана ериді.

Алынған алюминат ерітіндісіне аммоний хлоридінің кристалдарын қосып, алюминий гидроксидінің тұнбасы түзілгенше қайнатады.

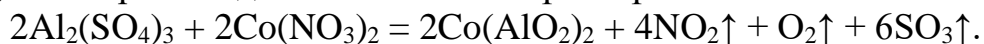


Катион бойынша гидролизденетін ( $\text{NH}_4^+ + \text{H}_2\text{O} = \text{NH}_4\text{OH} + \text{H}^+$ ) аммоний хлориді тұзының ерітіндісінің  $\text{pH}$ -ын 7-8 дейін кемітеді, ал ол аммиакты буфер қоспасының түзілуіне байланысты тұрақты болады.

Бұл реакцияны  $\text{Al}^{3+}$  иондарын  $\text{Zn}^{2+}$ ;  $\text{Cr}^{3+}$ ;  $\text{Mn}^{2+}$ ;  $\text{Fe}^{3+}$  және т.б. катиондар қатысында бөлу үшін қолданады.

2. Кобальт (II) нитратының қатысындағы реакция (пирохимиялық әдіс).

Фильтр қағазына кезекпен 1-2 тамшы алюминий тұзы мен кобальт (II) нитратын тамызамыз. Сосын ол қағазды кептіріп, жағамыз, сол кезде  $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$  «тенар көгі» деп аталатын көк түсті күл аламыз.



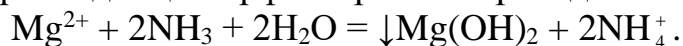
$\text{Zn}^{2+}$  ионы кедергі келтіретін ион болып табылады, өйткені бұл кезде жасыл түсті күл пайда болады.

### 2.2.2 V аналитикалық (гидроксидті) топ катиондарының сапалы талдауы

#### *Магний иондарының сапалы реакциялары*

3. Аммоний гидроксидінің ерітіндісімен тұндыру.

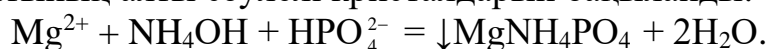
2-3 тамшы магний тұзына 3-4 тамшы 2 моль/л аммиак ерітіндісін қосамыз, реагенттің артық мөлшерінде ерімейтін, ал аммоний тұздарында еритін магний гидроксидінің аморфты тұнбасы түзіледі.



Осы сияқты аналитикалық белгіні сілті ерітінділері мен магний тұздарының арасындағы реакциялар береді.

4. Магний-аммоний фосфатын тұндыру микрокристаллоскопиялық реакциясы.

Магний тұзының тамшысын зерттейтін шыныға тамызып, аммоний хлоридінің ерітіндісін қосады. Шыныны тамшыны төмен қаратып аммиактың концентрленген ерітіндісі құйылған ыдыстың бетінде ұстап тұрады. Сосын ерітіндіге натрий гидрофосфатының кристалын қосып микроскоппен магний-аммоний фосфатының алты сәулелі кристалдарын бақылайды:

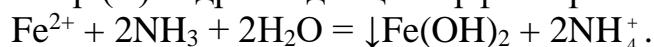


Қос тұздың кристалды тұнбасы сірке қышқылы мен минералды қышқылдарда ериді. Реакцияны аммиакты буфер қатысында  $\text{pH} = 9$  ортасында жасайды.

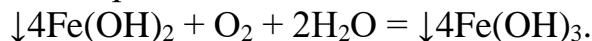
### ***Темір (II) иондарының сапалы реакциялары***

5. Аммоний гидроксиді ерітіндісімен тұндыру.

1-2 тамшы темір (II) тұзының ерітіндісіне 2-3 тамшы 2 моль/л аммиак ерітіндісін қосады, темір (II) гидроксидінің аморфты тұнбасы түзіледі:

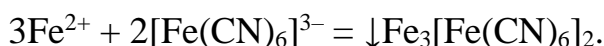


Темір (II) гидроксидінің тұнбасы ауада тотығып, темір (III) гидроксидіне айналып қоңырланады:



6. Калий (III) гексацианоферратымен реакциясы.

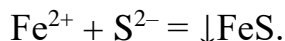
1-2 тамшы темір (II) тұзының ерітіндісіне 1-2 тамшы калий (III) гексацианоферратын қосқанда, темір (II) гексацианоферрат (III) тұнбасы түзіледі – «турнбуль көгі»:



Бұл реакция темір (II) бөлшектеп ашу үшін қолданылады.

7. Аммоний сульфидімен реакция.

3-4 тамшы темір (II) тұзының ерітіндісіне 2-3 тамшы аммоний сульфиді (немесе натрий сульфиді) ерітіндісін қосады – темір (II) сульфидінің кара түсті тұнбасы түзіледі:



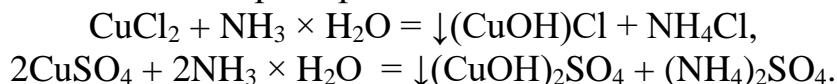
Реакцияны бейтарап немесе негіздік (аммиакты) ортада өткізеді.

## **2.2.3 VI аналитикалық (аммиакатты) топ катиондарының сапалы реакциялары**

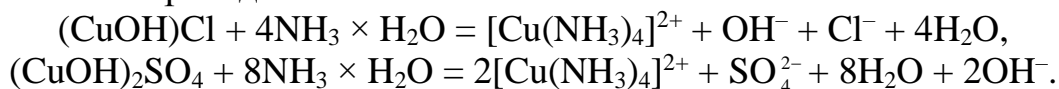
### ***Мыс (II) иондарының сапалы реакциялары***

8. Аммиак ерітіндісімен тұндыру реакциясы.

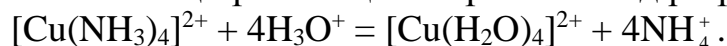
3 тамшы мыс (II) тұзының ерітіндісіне 1 тамшы 2 моль/л аммиак ерітіндісін қосамыз. Аммиактың (NH<sub>3</sub>) артық мөлшерінде оңай еритін көк-жасыл түсті мыстың негізгі тұзы түзіледі:



Тұнбаға 5-10 тамшы аммиак ерітіндісін қосқанда, тұнба еріп, ашық көк түсті комплекс түзіледі:



Тамшылатып 2 моль/л күшті қышқылдың ерітіндісін (HCl, HNO<sub>3</sub> немесе H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) қосқанда комплекстің түсі ашық көк түстен көгілдір түске өзгереді:

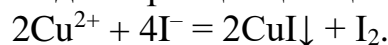


Қышқылды ортада мыстың аммиакты комплексі бұзылып, ерітіндінің түсі ашық көк түстен, көгілдір түске өзгеріп, мыстың аквакомплексі түзіледі.

Бөлшектеп талдауда зерттейтін ерітіндінің порциясына аммиактың концентрленген ерітіндісімен әрекеттестіргенде алынған тұнбаны бөліп алғаннан кейінгі фильтрат түсімен мыс ионының бар екенін дәлелдейміз.

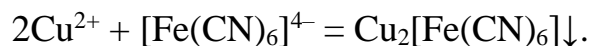
9. Калий иодидімен реакциясы.

3 тамшы мыс (II) тұзының ерітіндісіне 5 тамшы калий иодидінің ерітіндісін қосамыз. Мыс (I) иодидінің ақшыл тұнбасы түзіледі, мұнымен қатар бөлінген иод тұнба үстіндегі сұйықтықты қоңыр түске бояйды:



10. Калий (II) гексацианоферратымен реакция.

3 тамшы мыс (II) тұзының ерітіндісіне 1-2 тамшы калий (II) гексацианоферратын тамызамыз. NH<sub>3</sub> ерітіндісінде еритін, бірақ сұйытылған қышқылдарда ерімейтін мыс (II) гексацианоферратының қызыл-қоңыр түсті тұнбасы түзіледі:



VI топтан кедергі жасайтын иондарға Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup> катиондары жатады.

Реакцияларды пробиркалық әдістен басқа тамшылау әдісімен фильтр қағазында өткізуге болады.

### 2.3 Бақылау сұрақтары

1. IV-ші аналитикалық топ катиондарын жүйелік талдау сұлбасын құрастырыңыз.

2. V-ші аналитикалық топ катиондарын жүйелік талдау сұлбасын құрастырыңыз.

3. VI-шы аналитикалық топ катиондарын жүйелік талдау сұлбасын құрастырыңыз.

## № 3 зертханалық жұмыс. I-III топтар аниондарының аналитикалық реакциялары

### 3.1 Теориялық бөлім

Қазіргі кезде аниондардың нақты жүйеленуі жоқ. Аниондарды талдаған кезде бөлшекті және жүйелі әдістерді біріктіріп, компромисті әдісті қолданады, соңғысы күміс пен барийдің сәйкесінше аниондармен тұздарының әртүрлі ерігіштігіне немесе бұл аниондардың тотықтырғыштар мен тотықсыздандырғыштардың әсеріне негізделген. Аниондардың ерігіштігіне байланысты бөлінуі кең қолданыс тапты. Ерігіштігі бойынша күміс және барий тұздарының аниондары 3 топқа бөлінген.

3 кесте – Барий және күміс тұздарының ерігіштігі бойынша аниондардың жіктелуі

Топ	Аниондар	Топтық реагент
I	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{F}^-$ , $\text{CrO}_4^{2-}$ , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$	$\text{BaCl}_2$ ерітіндісі бейтарап немесе әлсіз сілтілі ортада
II	$\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{S}^{2-}$ $\text{CN}^-$ , $\text{NCS}^-$ $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$	$\text{AgNO}_3$ ерітіндісі $\text{HNO}_3$ бірге
III	$\text{NO}_2^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$	жоқ

Бірінші топтың аниондары барий тұздарымен минералды қышқылдарда еритін (барий сульфатынан басқа) тұнба түзеді, сондықтан реакцияны бейтарап немесе әлсіз сілтілі ортада өткізу керек.

Бірінші аналитикалық топтың аниондары (хромат пен дихроматтан басқалары) сулы ерітіндіде түссіз болады.

Аниондардың екінші аналитикалық тобы күміс нитратының ерітіндісінде аз еритін қосылыстар түзетін аниондар құрайды. Бірінші топтың аниондарынан айырмашылығы, екінші топтың күміс тұздары (күміс сульфидінен басқа) азот қышқылында ерімейтіндіктен, осы қышқылды ортада тұндырады. Аниондардың барий тұздары суда жақсы ериді. Қышқылмен әрекеттескенде тек сульфид-иондары ұшқыш заттар түзіп ыдырайды.

Екінші топтың аниондарының көпшілігі тотықсыздандырғыш қасиеттері бар, әсіресе сульфид- және иодид-иондарында.

Барий және күміс тұздарымен тұнба түзбейтін және топтық реагенті жоқ аниондар үшінші аналитикалық топты ( $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ) құрайды. Еріген минералды қышқылдармен ұшқыш заттарды тек нитриттер ғана түзеді:



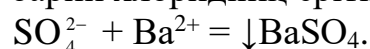
Реакцияның өту шартына байланысты нитриттер тотығу-тотықсыздану екі жақты қасиет көрсетеді. Нитрат иондары берілген ортада тотықтырғыш болып келеді. Барлығы сулы ерітіндіде түссіз болады.

## 3.2 Тәжірибелік бөлім

### 3.2.1 Сульфат-иондарының сапалы реакциялары

1. Барий хлориді ерітіндісімен реакцияласу.

1-2 тамшы сульфат-ионы бар ерітіндіге 2-3 тамшы хлорлысутек қышқылын және 1-2 тамшы барий хлоридінің ерітіндісін қосамыз:

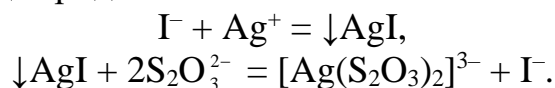


Алынған тұнба органикалық және минералды қышқылдарда, сілтілерде, тұздарда ерімейді. Бірінші топтың аниондары кедергі жасамау үшін сульфаттардың бөлшектеп анықтауын қышқылды ортада өткізеді.

### 3.2.2 Иодид-иондарының сапалы реакциялары

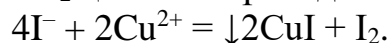
2. Күміс иодидін тұндыру реакциясы.

3-4 тамшы иодид-ионының ерітіндісіне 2-3 тамшы күміс нитратының ерітіндісін қосамыз. Алынған күміс иодидінің тұнбасы азот қышқылында, аммоний карбонаты мен аммиакта ерімейді, бірақ артық мөлшерде алынған натрий тиосульфатында ериді:



3. Мыс (II) тұздарымен реакция.

3-4 тамшы иодид-ионының ерітіндісіне 2-3 тамшы мыс (II) тұзының ерітіндісін қосамыз.  $\text{CuI}$  және  $\text{I}_2$  қоспасы түзіледі:



Алынған қоспаға иодтың түсі кеткенше, натрий сульфитінің ерітіндісін қосады.

4. Қорғасын тұздарымен реакция.

3-4 тамшы қорғасын тұзының ерітіндісіне 1-2 тамшы калий иодидінің ерітіндісін қосамыз. Алтынды-сары түсті қорғасын иодидінің аморфты тұнбасы түзіледі:



Тұнбаға 3-4 тамшы 2 моль/л сірке қышқылының ерітіндісін қосып тұнба ерігенше қыздырады. Суыған кезде алтын түсті кристалл түрінде қорғасын иодидінің тұнбасы қайта түзіледі.

### 3.3 Бақылау сұрақтары

1. Аниондардың топтар бойынша жіктелуі.
2. I-ші топ аниондарының сапалы реакциялары.
3. II-ші топ аниондарының сапалы реакциялары.
4. III-ші топ аниондарының сапалы реакциялары.

### Сандық талдау

**№ 4 зертханалық жұмыс. Аналитикалық ыдыстар мен таразы. Олармен жұмыс істеудің негізгі ережелері**

#### 4.1 Теориялық бөлім

Сандық талдау тәжірибесінде сұйықтардың көлемін анықтауда әртүрлі өлшейтін ыдыстар қолданылады: өлшегіш колба, пипетка, бюретка, пробирка, өлшегіш цилиндрлер.

**Өлшегіш колбалар** 5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см<sup>3</sup> көлемді өлшеуге арналған. Олар төгуге және құюға калибрленген болып келеді, кәдімгі немесе шлифтенген пробкасы болуы мүмкін. Құюға калибрленген колбаларда 1 сақиналы белгі болады, ал төгуге калибрленген колбада 2 белгі: біреуі колбаның номиналына тең құйылған ерітіндінің көлеміне, ал екіншісі – төгілген ерітіндінің көлеміне калибрленген. Бұл ерітіндіні төккен кезде колбаның қабырғасында біраз сұйықтық қалатынымен түсіндіріледі. Қатты заттар өлшендісін колбаға сүзгі арқылы аз-аздан сүзгі бітеліп қалмайтындай салады. Сүзгіні тек қатты заттың барлығы түскенде ғана сумен шаю керек. Содан кейін колбаның 1/3 немесе 1/2 бөлігін ғана еріткішпен толтырып толық ерігенше араластырады.

Өлшегіш колбаларды еріткіштің немесе ерітіндінің соңғы порцияларын ақырын, тамшылап, колбаның белгісіне төменгі ойығы түйіскенге дейін құяды (1 а сурет). Ал түсті ерітінділерде ойықтың жоғарғы жағымен түйіскенге дейін (1 б сурет) құяды (өйткені жағы көрінбейді).

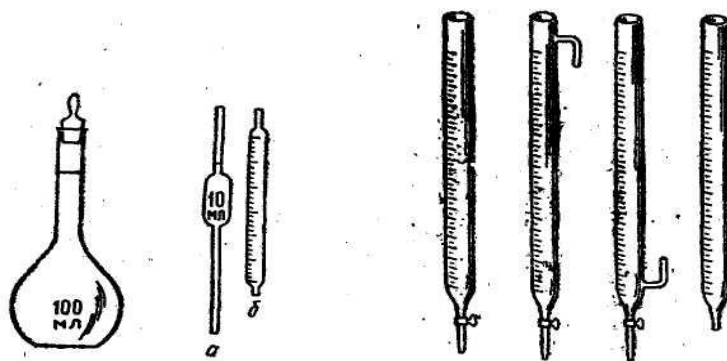


1 сурет – Колба бөлігімен түйіскен ойығы түссіз ерітінділер үшін (а), боялған ерітінділер үшін (б)

**Бюреткаларды** ерітінділердің нағыз көлемін өлшеу үшін және титрлеу үшін қолданады. Қолдануына байланысты көлемді, таразылы, газды, поршеньді және микробюреткаларға бөлінеді. Бюретканың қарапайым түрі төменгі жағында краны немесе Мор қысқышымен қысылған резеңке түтікше

кигізілген өлшемдік сызықтары бар ұзын трубкадан тұрады. Дәлдігі бойынша екі класты бюреткалар шығарылады. Бірінші класты бюреткаларда дәлдік өлшем бөліктерінің жартысына тең болса, екінші класты бюреткаларда бір өлшем бөлігіне тең болады. Жұмыс алдында бюретканы титрантпен жуып, нөлдік өлшемнен жоғары етіп толтырады, сосын титранттың артық мөлшерін ерітіндінің ойығы нөлдік бөлікпен түйіскенше тамшылап төгеді. Бюретканы нөлге тек бюретканың аузында ауаның түйіршектері жойылғанда ғана келтіреді. Титрлеуді нөлдік белгіден бастау керек. Бюретканы титрантпен сүзгі арқылы немесе арнайы қондырғылармен толтырады.

**Пипеткалар** төгілетін сұйықтың нақты көлемін өлшеуге арналған. Олар градуирленген және градуирленбеген болып бөлінеді. Градуирленген пипеткалардан өзінің сыйымдылығындағы кез келген көлемді төгуге болады. Градуирленбеген пипеткалар сұйықтың белгілі нақты көлеміне есептелген. Пипеткалардың қателіктері олардың дәлдік кластарына байланысты. 1 дәлдік класты пипеткаларда ол шкала жарты бөлігіне, ал 2 класты пипеткаларда шкаланың бір бөлігіне тең. Пипеткаларды ерітіндімен арнайы резина грушалардың көмегімен толтыру қажет. Сұйықтықпен толтырылғанда пипетка міндетті түрде тігінен болуы тиіс, сонымен бірге сұйықтың жоғарғы деңгейі көздің тұсында болуы қажет. Пипеткадағы сұйықты төккенде, оның ұшы құйылатын ыдыстың қабырғасына тигізіліп тұруы керек. Пипеткадағы ерітіндіні ауызбен үрлеп шығаруға болмайды.

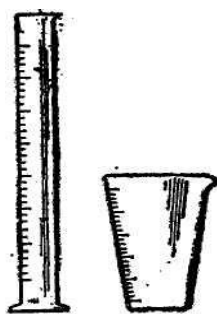


2 сурет – Өлшегіш колба; Пипеткалар; Бюреткалар

Аса дәлдік қажет болмаса көлемді өлшеулерде цилиндрлерді, мензуркаларды (3 сурет), өлшегіш пробиркаларды қолдануға болады.

**Цилиндрлер** құюға және төгуге градуирленген болып бөлінеді; біріншілерінде көлемнің ауытқуы 1-2% -ды құрайды, ал екіншілерінде ауытқу одан екі есе көп. **Мензуркаларды** төгуге градуирлейді, өлшеу ауытқуы оларда 5%-ды құрайды. **Өлшегіш пробиркалар** 5 – 25 см<sup>3</sup> көлемдік болады, олардың дәлдігі төмен. Оларды талдау есептеулерінде ескерілмейтін қосымша ерітінділердің көлемдерін өлшеуге қолданады.





3 сурет – Өлшегіш цилиндр мен мензуркалар

4

### Фарфор ыдыстары

Зертханалық практикада шыны ыдыстардан басқа фарфор ыдыстары да қолданылады (4-ші сурет).



1 – табақша; 2 – стақан; 3 – қақпақты тигель; 4 – Бюхнер воронкасы;  
5 – келсапты ступка; 6 – қайықша; 7 – үшбұрыштар.

4 сурет – Фарфор ыдыстары

### Таразы және өлшеу техникасы

Таразылар заттың массасын өлшеуге арналған. Қажетті дәлдігіне байланысты зертханаларда техникалық, технохимиялық немесе аналитикалық таразыларды пайдаланады. Техникалық және технохимиялық таразыларда өлшеу қателіктері  $\pm 0,01$  г-ға дейін 10 кг салмақта (техникалық) және 1 кг салмақта (технохимиялық). Қазіргі кезде зертханаларда қателігі  $\pm 0,001$  г-ға дейін бір табақшалы электрондық техникалық таразылар кеңінен қолдануда.

Аналитикалық таразылардың түріне байланысты салмақтық жүктемесі 20-200 г болады және өлшеу қателігі  $\pm 0,0001$  г-ды құрайды.

Аналитикалық таразылардың маңызды мінездемесі - олардың сезімталдығы және шкаланың бөліну бағасы. *Сезімталдық* 1 мг салмақта стрелканың ауытқуына байланысты шкаланың бөліну бағасының санымен анықталады, бөліну бағасының миллиграммға қатынасымен (бөліну/мг) өлшенеді. Өлшенетін заттың салмағының өсуіне байланысты таразының сезімталдығы азаяды.

*Шкаланың бөліну бағасы* деп таразының стрелкасын бір бөлікке жылжытатын салмақты айтады. Бөліну бағасы таразының сезімталдығына кері пропорционалды.

Бос таразының стрелкасының тепе-теңдікте тұрған қалпын *нөлдік нүкте* деп атайды. Өлшенетін затты бар таразыдағы осы қалып тепе-теңдік жағдайына сәйкес келеді. Нөлдік нүктені анықтау әр өлшеудің басында анықталуы тиіс.

Өлшеген кезде дұрыс нәтиже алу үшін және таразыны істен шығарып алмау үшін келесі жалпы ережелерді сақтау керек:

1. Өлшеу алдында таразының жағдайын тексеріп, өлшеу техникасы нұсқаулығында айтылғандай етіп, нөлдік нүктені табу керек.
2. Өлшенетін затты табақшаның ортасына салу керек.
3. Бөлме температурасынан басқа температурадағы заттарды өлшеуге болмайды.
4. Ылғалды және лас заттарды өлшеуге болмайды. Құрғақ сусылдақ заттарды таразы табақшасында өлшеуге болмайды, оларды құрғақ стақанға, тигель, бюкс немесе сағат шынысына салып өлшеу керек. Буланатын сұйықтарды және гигроскопиялық заттарды тек жабық бюксте өлшеу керек.
5. Аналитикалық таразыда тезірек өлшеу үшін бірінші техникалық таразыда 0,1 г дәлдікке дейін өлшеп алу ұсынылады.

## **4.2 Эксперименттік бөлім**

4.2.1 Мұғалім тапсырмасы бойынша келесі ерітінділерді дайындау үшін есептеулерді жүргізу:

- а) концентрациясы 1 мг/мл;
- б) эквивалентті молярлы концентрациясы 0,5 моль/л;
- в) молярлы концентрациясы 0,5 моль/л;

Аналитикалық таразыда  $\pm 0,0001$  г дәлдікпен заттың өлшендісін алыңыз.

Ерітінді дайындаңыз. Ол үшін:

- Ерітінді дайындауға арналған өлшеу ыдысын дайындаңыз: қажетті көлемдегі стақандар, өлшегіш колбалар, құйғыштар, араластыру үшін шыны таяқшалары;
- Алынған өлшендіні еріткішті (дистилденген суды) қосып стақанда ерітіңіз;
- Стақандағы ерітіндіні сандық түрде өлшегіш колбаға құйыңыз.
- Стақан қабырғаларын дистилденген сумен бірнеше рет шайып, өлшегіш колбаға құйыңыз;
- Өлшегіш колбадағы ерітінді көлемін колбаның белгісіне төменгі ойығы түйіскенге дейін құйыңыз;
- Алынған ерітіндіні жақсылап араластырыңыз.

## **4.3 Бақылау сұрақтары**

1. Химиялық ыдыстың түрлері және тағайындалуы.
2. Ерітінділер концентрацияларының түрлері. Формулаларын жазыңыз.

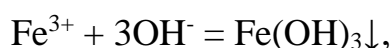
3. Таразылар, түрлері, тағайындалуы.
4. Ерітіндіні дайындау әдістемесі.

## № 5 зертханалық жұмыс. Темірді магнийден бөліп алу және темірді гравиметриялық әдіспен анықтау

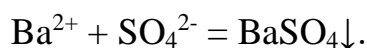
### 5.1 Теориялық бөлім

Гравиметриялық талдау (гравиметрия) нашар еритін қосылыс ретінде бөлінген үлгінің талданатын компонентінің массасын өлшеуге негізделген. Әдіс үлгінің бір бөлігін суда немесе басқа еріткіште ерітуден, анықталатын элементті сәйкес тұндырғышпен тұндырудан, сүзу, жуу, кептіру немесе тұрақты салмаққа күйдіру арқылы ерітіндіден тұнбаны бөлу, салмағын өлшеу және таразылау нәтижелері бойынша мөлшерін есептеуден тұрады. Әдетте, тұнбалар нашар еритін карбонаттар, фосфаттар, сульфидтер, гидроксидтер болып табылады.

Мысалы, темір (III) катиондарын гидроксид түрінде тұндырады:



барий катиондарын – сульфат түрінде:



Анықталатын компонент тұнба түрінде бөлінетін қосылыс *тұндырылатын форма* деп аталады. Карастырған мысалдарда бұл заттар:  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  және  $\text{BaSO}_4$ .

Тұндырылатын формаға келесі талаптар қойылады:

1) Тұнба ерігіштігі өте аз шама болуы керек. Әйтпесе, анықталған компоненттің бір бөлігі ерітіндіде қалады да, тұндыру толық өтпейді.

2) Тұнбаның құрылымы оны сүзуге және қоспалардан жууға оңай болатындай болуы керек. Осыған байланысты ірі түйіршікті тұнбалар қолайлы. Бірақ кейде  $\text{BaSO}_4$  сияқты ұсақ түйіршікті тұнбалармен және  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  сияқты аморфты гидроксидтермен де жұмыс істеуге тура келеді.

Ұсақ кристалды тұнбаларды сүзу кезінде олардың бөлшектерінің сүзгі тесіктері арқылы өту қаупі бар. Аморфты тұнбалар баяу сүзіледі, олар пептизацияға (ерітіндіге ауысуға) бейім және бұдан басқа, мұндай тұнбалар қоспаларды оңай сіңіреді (адсорбциялайды). Сондықтан тәжірибені орындаудың дұрыс шарттарын сақтау қажет.

Өлшеу жүргізілетін қосылыс *гравиметриялық (салмақтық) форма* деп аталады. Гравиметриялық форма тұндырылған форманы кептіру және күйдіру

нәтижесінде қалыптасады. Бұл жағдайда тұндырылған форма химиялық өзгеріске ұшырауы мүмкін, мысалы:



Термиялық тұрақты қосылыстарда тұндырылатын және гравиметриялық формалар бірдей болады (мысалы,  $\text{BaSO}_4$  тұнбасы).

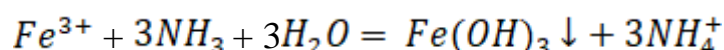
Гравиметриялық формаға қойылатын талаптар:

1) Салмақ формасының құрамының оның химиялық формуласына дәл сәйкестігі. Онсыз талдау нәтижелерін есептеу мүмкін емес;

2) Кең температуралық диапазондағы химиялық төзімділік (800-900 °C дейін), атмосфералық компоненттермен (су буы, көмірқышқыл газы және басқа компоненттер) әрекеттеспеу керек, тотықпау, ыдырамау керек және т.б.;

3) Гравиметриялық форманың молекулалық массасы талданатын компоненттің аз мөлшерінде жоғары болғаны жөн. Бұл талдау нәтижелеріндегі қатені азайтады.

Темірді магнийден бөлу ерітіндінің белгілі рН мәнін (рН ~ 5) орнатуға негізделген, бұл кезде темір гидроксид түрінде сандық тұнбаға түседі, ал магний ерітіндіде қалады:



Тұндырылатын форма –  $\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$

Гравиметриялық форма -  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

## 5.2 Эксперименттік бөлім

Темірдің мөлшері  $\leq 0,4$  г талданатын ерітінді сыйымдылығы 100 мл өлшегіш колбада белгіге дейін дистилденген сумен сұйылтылады, араластырылады және пипеткамен сынаманың белгілі көлемін (аликвотаны) сыйымдылығы 300-400 мл стақанға алынады. Ерітінді қайнатуға жол бермей, ақырын қыздырылады. Ыстық ерітіндіге әлсіз иіс түзілгенше 10% аммиак ерітіндісін араластыра отырып, қосады және 1 тамшы 0,1% метилранж ерітіндісін қосады. Тұндырудың соңында индикатордың түсі сарыға айналуы керек.

Стақан ішіндегі ерітіндіні 100 мл ыстық сумен сұйылтып, араластырады да  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  тұнбасын коагуляциялау үшін стақанды 3-5 минутқа ыстық су моншасына қыздырады, содан кейін «қызыл лента» сүзгісінен жылдам сүзіп алады. Құйғыштағы сүзгіні ыстық сумен ылғалдандырып алдын ала қыздырады, одан кейін тұнбаны араластырмай ерітіндіні сүзгі таяқшасы бойымен басқа ыдысқа құйып алады.

Тұнбаны сүзгі қағазына сандық түрде ауыстырады: шыны ыдысқа және таяқшаға жабысқан бөлшектерді күлсіз сүзгінің бір бөлігімен тазалайды да оны тұнбамен бірге сүзгі қағазына салады, стаканның қабырғалары мен түбін ыстық сумен жуады.

Тұнбаны хлорид иондары ( $\text{Cl}^-$ ) толығымен жойылғанша 100 мл ерітіндіде 3 тамшы аммиак бар 2%  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  ерітіндісімен жуады. Хлорид-иондардың толығымен жуылып кеткенін  $\text{AgNO}_3$ -пен әрекеттестіру арқылы анықтайды. (Жуатын сұйықтыққа  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  электролит-коагулянттын тұнбаның пептизациялануын болдырмау үшін енгізеді; аммиакты қосу тұнбаның ерігіштігін төмендететін рН мәнін 5-ке дейін арттыруға қызмет етеді).

Жуылған тұнбаны кептіргіш шкафында  $\sim 100^\circ\text{C}$  температурада 1 сағат бойы кептіреді (сүзгіні құйғыштан шығармай). Содан кейін тұнбасы бар сүзгіні құйғыштан алып, мұқият бүктеп, аналитикалық таразыда алдын ала өлшенген тигельге салады. Тигельді тұнбасы бар сүзгі қағазымен бірге муфельді пеште  $900^\circ\text{C}$  температурада 1 сағат бойы күйдіреді. Содан кейін тигель муфельді пештен абайлап алынады, бөлме температурасында 5-6 минут суытылады да эксикаторға ауыстырылып, сонда бөлме температурасына дейін салқындатылады және аналитикалық таразыда өлшенеді.

Темірдің массасын төмендегі формула бойынша есептейді:

$$m_{\text{Fe}} = m_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \cdot F \cdot \frac{V_k}{V_n}$$

мұнда  $F = 2M(\text{Fe}) / M(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ;

$V_k$  – колба көлемі, мл;

$V_n$  – сынама көлемі, мл.

### 5.3 Бақылау сұрақтары

1. Гравиметриялық талдау әдісінің негіздері.
2. Тұнбалар түрлері, сипаттамалары.
3. Тұнбалардың тұндырылатын және гравиметриялық формалары. Олардың айырмашылықтары.
4. Тұндырылатын формаға қойылатын талаптар.
5. Гравиметриялық формаға қойылатын талаптар.

## Талдаудың титриметриялық әдісі

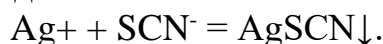
### № 6 зертханалық жұмыс. Комплексометриялық титрлеу

#### 6.1 Теориялық бөлім

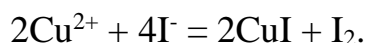
Титрлеуді орындау тура, кері және орынбасу тәсілдерімен іске асады.

*Тура титрлеуде* бір ерітіндіні тікелей басқа ерітіндімен титрлейді.

*Кері титрлеуде* талданатын ерітіндіге реагенттің артық мөлшерін қосып, реакцияға түспеген қалдықты сәйкес келетін жұмыс ерітіндісімен титрлейді. Мысалы хлорид ерітіндісіне  $\text{AgNO}_3$  күміс нитраты ерітіндісінің артық мөлшерін қосады. Реакцияға түспеген артық мөлшерді аммоний роданиді ерітіндісімен титрлейді:



*Орынбасу титрлеуде* талданатын ерітіндіге онымен реакцияға түсетін реагентті қосады. Түзілген өнімді сәйкес келетін титрантпен титрлейді. Мысалы, мыс(II) йодометриялық талдау кезінде талданатын ерітіндіге калий йодидін қосады:



Бөлінген йодты натрий тиосульфаты ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) ерітіндісімен титрлейді.

Титриметриялық әдістерді химиялық реакциялар типіне байланысты жіктейді:

#### 1. Қышқылды-негіздік титрлеу.

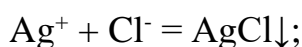
Әдіс қышқылдар мен негіздердің арасындағы реакцияларға негізделген, және оны жалпы түрде мына теңдеу бойынша көрсетуге болады:



2. Тотығу-тотықсызданулық титрлеу (редоксиметрия) тотығу-тотықсыздану реакцияларына негізделген. Мұнда бірнеше әдістер бар, оның ішінде кең таралғандары:

- Перманганатометриялық титрлеу – заттарды калий перманганаты ( $\text{KMnO}_4$ ) ерітіндісімен тотықтыру реакциясына негізделген;
- Йодометрия – тотырқытырғыш ретінде йод ерітіндісі қолданылады;
- Дихроматометрия – калий дихроматы ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) ерітіндісімен тотықтыру;

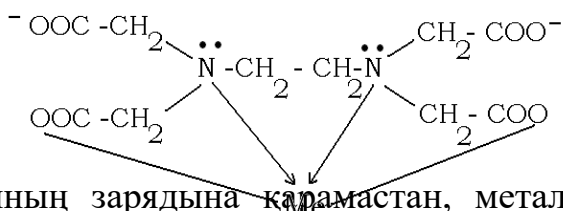
3. Тұндырып титрлеу - нашар еритін қосылыстардың түзілуіне әкелетін реакцияларды пайдалану. Мысал ретінде аргентометрия деп аталатын күміс галогенидтерінің тұнбаға түсі реакциясына негізделген титриметриялық талдау әдісін келтіруге болады:



3. Комплексометриялық титрлеу - аминополикарбондық қышқылдан туындаған комплексондармен металл иондарының комплексті

қосылыстарының (комплексонаттар) түзілеуіне негізделген. Титрант ретінде көбіне ЭДТА (саудалық атауы трилон Б), этилендиаминтетра сірке қышқылының динатрий тұзы  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ , мұндағы  $\text{Y}^{4-}$  - ЭДТУ этилендиаминтетрасірке қышқылының анионы – комплексон III қолданылады.

Екі амин топтары және төрт карбоксильді топтары бар ЭДТА, берік бес мүшелік цикл түзілуі арқылы хелаттарды түзуге қабілетті.



Металл катионының зарядына қарамастан, металл ионы мен ЭДТА арасындағы реакция стехиометриясы 1:1 тең, сондықтан концентрация көрсеткішінің ең қолайлы тәсілі молярлы болып табылады. Комплексометрияның негізінде жататын реакция үшін жазылған эквиваленттер заңы мынадай түрді қабылдайды:

$$C_{\text{M}_{\text{ЭДТА}}} \times V_{\text{ЭДТА}} = C_{\text{M}_{\text{Me}}} \times V_{\text{Me}}$$

мұнда  $C_{\text{M}_{\text{ЭДТА}}}$  және  $C_{\text{M}_{\text{Me}}}$  – анықталатын металдың ерітіндісі мен трилон Б ерітіндісінің молярлы концентрациялары.

Комплекс түзуші реакцияның тепе-теңдігі реакцияның рН-на байланысты, сондықтан комплексометриялық титрлеу металл гидроксидіне сәйкес ерігіштігіне және комплекстің беріктігіне тәуелді ерітіндінің рН мәні тиімді болуын талап етеді.

ЭДТА ерітінділерінің көмегі арқылы катиондарды қанағаттанарлық анықтаумен қамтамасыз ететін рН минималды мәні.

Катион	рН	$\beta$	Реакция теңдеуі
1	2	3	4
$\text{Sr}^{2+}$	10	$4,3 \times 10^8$	$\text{Me}^{2+} + \text{HY}^{3-} = \text{MeY}^{2-} + \text{H}^+$
$\text{Mg}^{2+}$	10	$4,9 \times 10^8$	
$\text{Ca}^{2+}$	8	$5,0 \times 10^{10}$	
$\text{Mn}^{2+}$	5,8	$6,2 \times 10^{13}$	$\text{Me}^+ + \text{H}_2\text{Y}^{2-} = \text{MeY}^{3-} + 2\text{H}^+$
$\text{Fe}^{2+}$	5,2	$2,1 \times 10^{14}$	
$\text{Co}^{2+}$	4,6	$2,0 \times 10^{16}$	$\text{Me}^{2+} + \text{H}_2\text{Y}^{2-} = \text{MeY}^{2-} + 2\text{H}^+$
$\text{Al}^{3+}$	4,5	$1,3 \times 10^{16}$	
$\text{Cd}^{2+}$	4,0	$2,9 \times 10^{16}$	$\text{Me}^{3+} + \text{H}_2\text{Y}^{2-} = \text{MeY}^- + 2\text{H}^+$
$\text{Zn}^{2+}$	3,9	$3,2 \times 10^{16}$	
$\text{Pb}^{2+}$	3,6	$1,1 \times 10^{18}$	
$\text{Cu}^{2+}$	3,5	$6,3 \times 10^{18}$	$\text{Me}^{2+} + \text{H}_3\text{Y}^- = \text{MeY}^{2-} + 3\text{H}^+$ $\text{Me}^{3+} + \text{H}_3\text{Y}^- = \text{MeY}^- + 3\text{H}^+$
$\text{Hg}^{2+}$	2,0	$6,3 \times 10^{21}$	
$\text{Fe}^{3+}$	1,5	$1,3 \times 10^{25}$	

Комплексонометриядағы рН берілген мәндерін қолдау үшін мына буферлі ерітінділерді пайдаланады:

- металдардың негіздік тұздары мен гидроксидтерінің тұнуын болдырмайтын;

- комплексонаттар түзілу реакциясы тепе-теңдігінің  $H^+$  көбеюі бойынша солға қарай ығысуын болдырмайтын.

Көбінесе рН 9 ÷ 10 аралығын құрайтын аммиакты буферлі ерітіндіні пайдаланады.

Титрлеудің соңғы нүктесін металды хромды индикаторлардың көмегімен орнатады (металл индикаторлар). Металл индикаторлар титрленетін металл иондарымен, түсі бос индикатордың түсінен өзгеше болатын қарқынды боялған комплекстер құрайтын органикалық бояғыштар болып табылады.

## 2 Тәжірибелік бөлім

**Реактивтер:** трилон Б (ЭДТА ерітіндісі 0,05 М), аммиакты буферлі ерітінді, эриохром қара Т мен натрий хлоридінің (1:200) индикаторлық қоспасы, магний сульфаты ( $MgSO_4$  ертіндісі 0,05 М), мырыш сульфаты ( $ZnSO_4$ ) ерітіндісі, кальций хлоридінің гексагидраты ( $CaCl_2 \times 6H_2O$  крист.).

**Ыдыстар мен жабдықтар:** титрлеуге арналған қондырғы; 25 мл бюретка; 100 мл өлшегіш колба; 10 мл пипетка; 10 мл өлшегіш пробиркалар; титрлеуге арналған 250-300 мл конустық колбалар; өлшегіш цилиндр; бюкс; өлшегіш шыны стақан; құйғыш; аналитикалық таразы.

### 1-тәжірибе. Пипетирлеу әдісімен трилон Б ерітіндісін стандарттау

Титрлеуді магний сульфатының стандартты ерітіндісін пайдалана отырып, эриохром қара Т индикаторымен аммиакты буфер ортада жүргізеді. Көк түсті  $HInd^{2-}$  ион күйіндегі рН = 7÷12 арасында болатын индикатор эквиваленттік нүктеден кейін  $MgSO_4$  артық мөлшерімен шарапты-қызыл түсті тұрақтылығы магний комплексонаттарына қарағанда төменірек болатын комплекстерді түзеді:

эквиваленттілік нүктеге дейін	$H_2Y^{2-} + Mg^{2+} = MgY^{2-} + 2H^+$	$\beta MgY^{2-} = 4,9 \times 10^8$
эквиваленттілік нүктеден кейін	$HInd^{2-} + Mg^{2+} = MgInd^- + H^+$ көк форма                      қызыл түс	$\beta MgInd^- = 1,0 \times 10^7$

### Жұмыстың орындалуы

Титрлеуге арналған колбаға 10,00 мл трилон Б ерітіндісін құйып, 5 мл аммиакты буферлі ерітіндісін, 0,25 г индикаторлы қоспасын, 50 мл су қосады



да, көк түс шарапты-қызыл түске ауысқанша 0,05 М магний сульфатының стандартты ерітіндісімен титрлейді.

Үштен кем емес параллельді анықтаулар жүргізеді. Қорытындыларды кестеге енгізеді.

№	Трилон Б ерітіндісінің көлемі, мл	Магний сульфаты ерітіндісінің молярлығы, моль/л	Магний сульфаты ерітіндісінің көлемі, мл

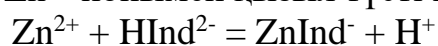
Кестедегі мәліметтер нәтижесінен трилон Б ерітіндісінің молярлы концентрациясын және титрін есептейді.

$$C_{\text{М трилонБ}} = \frac{C_{\text{М MgSO}_4} \times V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{трилонБ}}},$$

$$M_{\text{трилон Б}} (\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \times \text{H}_2\text{O}) = 372,24 \text{ г/моль.}$$

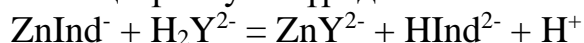
## 2-тәжірибе. Ерітіндіде мырыш сульфатының мөлшерін анықтау

Анықтауды эриохром қара Т индикаторын пайдалану арқылы аммиакты буферлі ортада трилон Б стандартты ерітіндісімен жасайды.  $\text{HInd}^{2-}$  индикаторының иондары  $\text{Zn}^{2+}$  ионымен қызыл түсті комплекс түзеді:



қызыл

Алайда,  $\text{ZnInd}^-$  ( $\beta=10^{12,9}$ ) комплексі  $\text{ZnY}^{2-}$  ( $\beta=3,2 \times 10^{16}$ ) комплексіне қарағанда беріктігі төмен, сондықтан эквиваленттік нүктеде  $\text{HInd}^{2-}$  индикаторы иондарының арқасында қызыл түстен көк түске ауысуымен жүретін  $\text{ZnInd}^-$  комплексінің бұзылуы жүреді



## Жұмыстың орындалуы

Титрлеуге арналған қолбаға концентрациясы белгісіз зерттелетін мырыш сульфаты ерітіндісінің (5 немесе 10 мл) аликвотасын құйып, оған 5 мл аммиакты буферлі ерітіндісін, 0,25 г индикаторлы қоспасын, 50 мл су қосады да, молярлығы стандарттау кезде анықталған трилон Б стандартты ерітіндісімен белсенді араластыру арқылы шарапты-қызыл түс көк түске ауысқанша титрлейді. Үш параллельді анықтаулар жүргізеді және қорытындыларды кестеге енгізеді.

№	ZnSO <sub>4</sub> ерітіндісінің көлемі, мл	Трилон Б ерітіндісінің молярлығы, моль/л	Трилон Б ерітіндісінің көлемі, мл
1			V <sub>1</sub>
2			V <sub>2</sub>
3			V <sub>3</sub>
			V <sub>орт</sub>

Кесте мәліметтерінің нәтижесінен ерітіндідегі ZnSO<sub>4</sub> мөлшерін масса-көлемдік пайызбен есептейді:

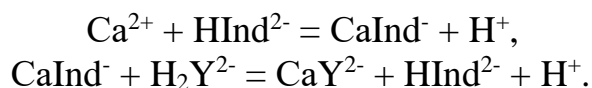
$$X_{\text{ZnSO}_4} = \frac{C_{\text{Мтр.Б}} \times V_{\text{тр.Б}} \times M_{\text{ZnSO}_4} \times 100}{1000 \times V_{\text{ер-ді}}}, (\%)$$

мұндағы  $M_{\text{ZnSO}_4} = 161,45$  г/моль,

$V_{\text{ерітінді}}$  – зерттелетін ZnSO<sub>4</sub> ерітінді аликвотасының көлемі, мл.

### 3-тәжірибе. Үлгідегі кальций хлоридінің мөлшерін анықтау

Анықтауды эриохром қара Т индикаторын пайдалану арқылы трилон Б стандартты ерітіндісімен аммиакты буферлі ортада жасайды. Индикатордың қатысуымен анықтаудың негізін құрайтын негізгі реакциялар келесі түрде жазылады:



#### **Жұмыстың орындалуы**

Бюкске массасы 0,8 г шамасында кальций хлориді гексагидратының өлшендісін салып аналитикалық таразыда өлшейді. Өлшендіні 100 мл өлшеуіш колбаға мөлшерлеп салады да, белгіге дейін дистилденген су қосып араластыру арқылы ерітеді.

Үш параллельді анықтаулар үшін пипеткамен ерітіндінің 10,00 мл алып титрлеуге арналған колбаларға құйып шығады. Әр колбаға 5 мл аммиакты буферлі ерітіндісін, 0,25 г индикаторлы қоспасын, 20 мл су қосады да, молярлығы стандарттау кезінде анықталған трилон Б стандартты ерітіндісімен белсенді араластыру арқылы шарапты-қызыл түс көк түске ауысқанша титрлейді. Параллельді анықтаулардың қорытындыларын төмендегі кестеге енгізеді.

№	CaCl <sub>2</sub>			Трилон Б көлемі, мл
	Өлшендісі бар бюкстің массасы, г	Бос бюкстің массасы, г	Өлшендінің массасы, г	
1				V <sub>1</sub>
2				V <sub>2</sub>
3				V <sub>3</sub>
4				V <sub>ор</sub>

Кристаллогидрат үлгісінде CaCl<sub>2</sub> пайыздық мөлшерін есептейді:

$$X_{\text{CaCl}_2} = \frac{C_{\text{Мтр.Б}} \times V_{\text{тр.Б}} \times M_{\text{CaCl}_2} \times 100 \times V_{\text{м.к.}}}{1000 \times V_{\text{аликвот}} \times q_{\text{кристаллоидрат}}}, (\%)$$

CaCl<sub>2</sub> × 6H<sub>2</sub>O молярлы массасы M= 219,08 г/моль.

### 3 Бақылау сұрақтары

1. Қандай органикалық реактивтер комплексондар деп аталады? Комплексон III мысалға ала отырып, комплексондардың қасиеттерін атап шығыңыз.

2. ЭДТА сызбалық түрін келтіріңіз? Екі және үш зарядты металл иондары комплексонаттарының формуласын жазыңыз.

3. Катиондарды комплексонометриялық анықтау кезінде буферлі ерітінділердің рөлі қандай? Осы кезде қандай буферлі ерітінділер пайдаланылады?

4. ЭДТА жұмыс ерітінділерін қалай дайындайды және стандарттайды? ЭДТА ерітінділері үшін бекітілген заттарды атап шығыңыз.

5. Комплексонометриядағы титрлеудің соңғы нүктесін табу тәсілдерін атап шығыңыз. Өртүрлі топтардың индикаторларына мысал келтіріңіз.

6. Комплексонометриядағы металл хромды индикаторлардың әсер ету механизмін түсіндіріңіз және мысал келтіріңіз. Эриохром қара Т-мен аммиакты буферлі ортада Mg<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup> және т.б. иондарын анықтау кезінде қызыл түстің көк түске (немесе керісінше) өзгеруі немен байланысты?

## Әдебиеттер тізімі

1. Александрова Э.А., Гайдукова Н.Г. Аналитическая химия. Книга 1. Химические методы анализа. - Научная школа: Кубанский госуд.аграр.унив-т, г. Краснодар, 2020. <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-1-himicheskie-metody-analiza-450432#page/1>

1. Александрова Э.А., Гайдукова Н.Г. Аналитическая химия. Книга 2. Физико-химические методы анализа. -М.: Юрайт, 2020. -344 с. <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-2-fiziko-himicheskie-metody-analiza-450453#page/2>

2. Никитина, Н. Г. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учебник и практикум для вузов / Н. Г. Никитина, А. Г. Борисов, Т. И. Хаханина ; под редакцией Н. Г. Никитиной. — 4-е изд., перераб. и доп. — Москва : Издательство Юрайт, 2020. — 394 с. <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-i-fiziko-himicheskie-metody-analiza-449690#page/1>

4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн.: учебник для вузов / В. П. Васильев. - 5-е изд. стереотип. - М.: Дрофа, 2005 (Высшее образование). Кн. 1 : Титриметрические и гравиметрический методы анализа. - 2005. - 367 с.

5. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн.: учебник для вузов / В. П. Васильев. - 4-е изд. стереотип. - М.: Дрофа, 2004 (Высшее образование). Кн. 2: Физико-химические методы анализа. - 2004. - 383с.

## Мазмұны

	Кіріспе	3
1	№1 зертханалық жұмыс. Қышқылды-негіздік классификациясы бойынша I-III топ катиондарының аналитикалық реакциялары	4
2	№2 зертханалық жұмыс. IV-VI топ катиондарының аналитикалық реакциялары	9
3	№3 зертханалық жұмыс. I-III топ аниондарының аналитикалық реакциялары	13
4	№4 зертханалық жұмыс. Аналитикалық ыдыстар мен таразылар. Олармен жұмыс істеудің негізгі ережелері	15
5	№5 зертханалық жұмыс. Темірді магнийден бөліп алу және темірді гравиметриялық әдіспен анықтау	19
6	№6 зертханалық жұмыс. Комплексометриялық титрл	22
	Әдебиеттер тізімі	28

Туманова Айтбала Айтеновна  
Идрисова Карлыгаш Садыровна

## ХИМИЯЛЫҚ ТАЛДАУ

Дайындау бағыты 6В112 – «Өндірісте еңбекті қорғау және гигиена»  
6В11203 – «Өнеркәсіптік қауіпсіздік»,  
дайындау бағыты В094 – «Санитарлы-профилактикалық іс-шаралары»  
6В11202 – «Инженерлік экология және энергетикадағы қауіпсіздік» білім  
беру бағдарламалары бойынша оқитын барлық оқу түрінің бакалавриат  
студенттері үшін зертханалық жұмыстарды орындауға арналған әдістемелік  
нұсқаулар

Редактор:  
Стандарттау бойынша маман:

Изтелеуова Ж.Н.  
Ануарбек Ж.А.

Басылымға қол қойылды \_\_. \_\_. \_\_.  
Таралымы 50 дана.  
Көлемі – 2,0 оқу- бас.ә.

Пішімі 60x84 1/16  
Баспаханалық қағаз № 1  
Тапсырыс Бағасы 1000 тг.

«Ғұмарбек Дәукеев атындағы Алматы энергетика және байланыс  
университеті»  
коммерциялық емес акционерлік қоғамының  
көшірме – көбейту бюросы  
050013 Алматы, Байтұрсынұлы көшесі, 126/1