



**Некоммерческое
акционерное
общество**

**АЛМАТИНСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ
ЭНЕРГЕТИКИ И
СВЯЗИ ИМЕНИ
ГУМАРБЕКА
ДАУКЕЕВА**

Кафедра менеджмента
и предпринимательства
в инженерии

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Методические указания к выполнению лабораторных работ
для студентов бакалавриата всех форм обучения образовательной
программы 6В11203 – «Промышленная безопасность»
направления подготовки
6В112 – «Гигиена и охрана труда на производстве»

Алматы 2022

СОСТАВИТЕЛИ: Идрисова К.С, Туманова А.А. Химический анализ. Методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов бакалавриата всех форм обучения образовательной программы 6В11203 – «Промышленная безопасность» направления подготовки 6В112 – «Гигиена и охрана труда на производстве». – Алматы: АУЭС им. Г. Даукеева, 2022. – 28 с.

Методические указания к выполнению лабораторных работ предназначены для студентов бакалавриата всех форм обучения образовательной программы 6В11203 – «Промышленная безопасность» и подготовлены в соответствии с образовательным стандартом по курсу «Химический анализ».

Данные методические указания включают описание основных 6 лабораторных работ. Описанию лабораторных работ предшествуют небольшие теоретические введения, а завершают их контрольные вопросы для самопроверки.

Ил. 6, табл. 16, библиогр. – 15 назв.

Рецензент: к.х.н., проф. АУЭС каф. ЭТ

Аршидинов М.М.

Печатается по плану издания некоммерческого акционерного общества «Алматинский университет энергетики и связи им. Гумарбека Даукеева» на 2022 г.

© НАО «Алматинский университет энергетики и связи имени Гумарбека Даукеева», 2022 г.

Введение

Лабораторный практикум по химическому анализу имеет целью расширение и закрепление знаний, полученных студентами по общей и неорганической химии, приобретение практических навыков работы по качественному и количественному химическому анализу, применение основных теоретических положений аналитической химии при решении конкретных задач химического анализа.

Данное учебное пособие охватывает не только работы по качественному анализу, но и включает ряд работ по количественному анализу аналитической химии.

Перед началом работы в лаборатории аналитической химии студенты должны обязательно изучить «Инструкцию по технике безопасности» и взять на себя обязательства неукоснительно ей следовать, о чем делается запись в «Журнале по технике безопасности».

Все лабораторные эксперименты выполняются полумикрометодом, т. е. капельными количествами реактивов, что позволяет развивать такие безусловно полезные, качества, как наблюдательность и аккуратность.

Составление отчетов по каждой выполненной работе в соответствии с требованиями международной системы ЕСКД (Единая система оформления конструкторской и технологической документации) позволит студентам овладеть навыками оформления инженерных документов в их будущей производственной и научной деятельности.

Для облегчения усвоения материала в каждой работе приводится достаточно подробное теоретическое описание изучаемого вопроса, в конце – перечень контрольных вопросов, которые включают, помимо теоретических вопросов, составление схем качественного анализа в пределах использования основных приемов и методов, а также решение конкретных практических задач по определению качественного и количественного состава анализируемого вещества.

Завершение курса подразумевает выполнение всех лабораторных работ, включая контрольную, сдачу отчетов по ним и получение зачета или допуска к экзамену.

Качественный анализ

1 Лабораторная работа № 1. Аналитические реакции катионов I и IV групп по кислотно-основной классификации

1.1 Теоретическая часть

Качественный анализ катионов включает дробный и систематический анализ. В *дробном* анализе обнаружение анализируемых ионов в отдельных порциях исследуемого раствора проводят с использованием специфических или селективных реакций в любой последовательности.

Систематический анализ предусматривает последовательное разделение смеси катионов по аналитическим группам с помощью групповых реагентов и последующее обнаружение отдельных катионов. Деление катионов на аналитические группы основано на различной растворимости соединений катионов с групповыми реагентами.

Таблица 1 – Кислотно-основная классификация катионов

Аналитическая группа катионов	Катионы	Групповой реагент	Продукты взаимодействия с групповым реагентом, аналитический сигнал
I	K^+, Na^+, NH_4^+	–	–
II (хлоридная)	Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}	2 моль/л раствор HCl	$AgCl, PbCl_2, Hg_2Cl_2$ – осадки белого цвета
III (сульфатная)	$Ba^{2+}, Ca^{2+}, Sr^{2+}$	1 моль/л раствор H_2SO_4	$BaSO_4, CaSO_4, SrSO_4$ – осадки белого цвета
IV (амфолитная)	$Al^{3+}, Sn^{2+}, Sn^{IV}, As^{III}, As^V, Cr^{3+}, Zn^{2+}$	Избыток 2 моль/л раствора щелочи в присутствии H_2O_2	Гидроксикомплексы: $[Al(OH)_6]^{3-}, [Sn(OH)_6]^{2-}, [Sn(OH)_4]^{2-}, [Zn(OH)_4]^{2-}$ – бесцветные растворы, $[Cr(OH)_6]^{3-}$ – изумрудно-зеленый раствор, AsO_4^{3-}
V (гидроксидная)	$Mg^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Bi^{3+}, Sb^{III}, Sb^V$	избыток 2 моль/л раствора NaOH	$Mn(OH)_2, Fe(OH)_2$ – осадки белого цвета, буряющие на воздухе; $MnO_2, Fe(OH)_3$ – осадки бурого цвета; $Mg(OH)_2, Bi(OH)_3, Sb(OH)_3, HSbO_3^-$ – осадки белого цвета
VI (аммиакатная)	$Cu^{2+}, Cd^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Hg^{2+}$	избыток NH_3 , конц.	Аммиакатные комплексы: $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ – ярко-синий, $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ – сиреневый, $[Co(NH_3)_6]^{2+}$ – желтый, $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$ и $[Hg(NH_3)_4]^{2+}$ – бесцветные растворы

В зависимости от наблюдаемого аналитического сигнала реакции в растворах делят на осадочные, газовыделительные, цветные, люминесцентные и микрокристаллоскопические.

Реакции	Аналитический сигнал
Осадочные	Растворение или выделение осадка
Газовыделительные	Выделение газа
Цветные	Появление окраски или обесцвечивание окрашенного раствора
Люминесцентные	Свечение раствора после проведения реакции или гашение люминесценции
Микрокристаллоскопические	Кристаллы определенной формы, цвета и размера, наблюдаемые под микроскопом

1.2 Экспериментальная часть

В состав I аналитической группы входят катионы s-элементов главной подгруппы I группы ПСЭ (Li^+ , Na^+ , K^+), а также ион аммония NH_4^+ .

II аналитическая группа катионов представлена d-элементами I В и В подгрупп (Ag^+ , Hg_2^{2+}) и p-элементом IVA подгруппы ПСЭ (Pb^{2+}). Групповым реагентом является раствор соляной кислоты.

Для катионов серебра и свинца характерно образование различных комплексов, наиболее важные из которых: аммиакатные, хлоридные, тиосульфатные. Окислительно-восстановительную активность проявляет Hg_2^{2+} . При действии сильных окислителей ион Hg_2^{2+} окисляется до Hg^{2+} , а при действии сильных восстановителей Hg_2^{2+} восстанавливается до Hg^0 . Ионы Ag^+ , Hg_2^{2+} и Pb^{2+} бесцветные, поэтому цвет их растворов и осадков зависит от цвета аниона.

Катионы III аналитической группы Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} являются катионами s-элементов главной подгруппы II группы ПСЭ. Групповым реагентом на катионы данной группы является раствор серной кислоты.

Следует отметить, что минеральные кислоты HCl и H_2SO_4 – групповые реагенты соответственно II и III аналитических групп, относятся к прекурсорам, и для их применения в лаборатории необходимо иметь лицензию.

Результаты проведения всех качественных реакций регистрируют в лабораторном журнале, оформленном по приведенной ниже схеме:

Тема: Качественные реакции катионов _____ аналитической группы

Открываемый ион	Реактив	Уравнение реакции	Условия	Аналитический сигнал и свойства полученных соединений

1.2.1 Качественный анализ катионов I группы

Качественные реакции ионов калия

1. Микрокристаллоскопическая реакция осаждения нитрита калия – меди – свинца.

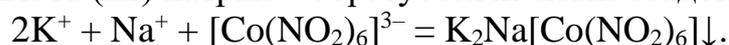
К 3 каплям раствора соли калия на предметном стекле добавляют 1 каплю раствора нитрата (или ацетата) меди (II), 1 каплю раствора нитрата свинца (или стронция) и выпаривают досуха. После охлаждения к осадку добавляют 1 каплю 2 моль/л раствора уксусной кислоты и небольшой кристаллик нитрита натрия – образуются характерные кубические кристаллы нитрита калия – меди – свинца (стронция) черного (зеленого) цвета:



В аналогичных условиях – реакцию осаждения тройной соли нитрита аммония – меди – свинца дают ионы аммония.

2. Реакция с раствором гексанитрокобальтата (III) натрия.

К 3 каплям раствора соли калия (pH = 7) добавляют 3 капли раствора гексанитрокобальтата (III) натрия – образуется желтый осадок:



Успешное протекание реакции обеспечивают избыток свежеприготовленного реагента, pH ≈ 4 – 6. В аналогичных условиях реакцию осаждения (NH₄)₂Na[Co(NO₂)₆]↓ дают ионы аммония.

Реакция используется для дробного обнаружения ионов калия после их отделения от мешающих ионов действием насыщенного раствора карбоната натрия при нагревании. Фильтрат после отделения осадка подкисляют уксусной кислотой до кислой реакции среды и проводят реакцию обнаружения.

3. Реакция окрашивания пламени (пирохимическая реакция).

Соли и другие соединения калия окрашивают пламя горелки в фиолетовый цвет. Кристаллы соли вносятся в горелку на кончике графитового стержня, наблюдают окрашивание пламени.

Качественные реакции ионов натрия

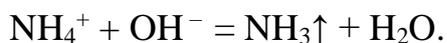
4. Реакция окрашивания пламени (пирохимическая реакция).

Соли и другие соединения натрия окрашивают пламя горелки в жёлтый цвет. На кончике графитового стержня вносят в пламя горелки кристаллики соли натрия. Пламя окрашивается в ярко-жёлтый цвет.

Качественные реакции ионов аммония

5. Реакция выделения аммиака.

К 3 каплям раствора соли аммония добавляют 5 капель 2 моль/л раствора гидроксида натрия (или калия) и слегка нагревают. Выделяется аммиак, имеющий характерный запах:



Выделяющиеся пары аммиака окрашивают влажную лакмусовую бумагу в синий цвет, а фенолфталеиновую – в красный. Реакция используется для тщательного обнаружения ионов аммония в предварительных испытаниях.

1.2.3 Качественный анализ катионов II аналитической группы

Качественные реакции ионов серебра

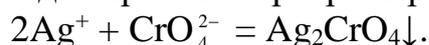
6. Осаждение растворами едких щелочей.

К 2-3 каплям раствора соли серебра добавляют 1-2 капли 2 моль/л раствора гидроксида натрия. Выпадает осадок гидроксида серебра, который неустойчив и разлагается до оксида серебра черного цвета:



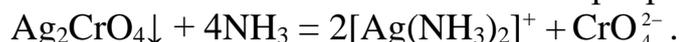
8. Осаждение растворами хроматов.

К 2-3 каплям раствора соли серебра добавляют 1-2 капли раствора хромата калия. Выпадает осадок хромата серебра кирпично-красного цвета:



При выполнении реакции среда должна быть нейтральной (pH = 7), так как в щелочной среде реакция протекает с образованием черного осадка оксида серебра, а в кислой среде осадок не образуется из-за большой растворимости дихромата серебра.

При добавлении к осадку концентрированного раствора аммиака осадок растворяется с образованием аммиачного комплекса серебра:



9. Осаждение растворами солей галогеноводородных кислот.

В три пробирки вносят: в первую 2-3 капли раствора NaCl; во вторую 2-3 капли раствора NaBr; в третью 2-3 капли раствора KI. В каждую пробирку добавляют по 3-5 капель раствора нитрата серебра. Напишите уравнения реакций, отметив аналитический сигнал реакций.

К каждому осадку добавляют 5-10 капель концентрированного раствора аммиака. Сделайте вывод о растворимости осадков.

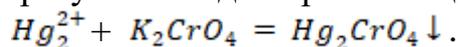
Качественные реакции ионов свинца

10. К 1-2 каплям раствора свинца добавить 2 капли 2М CH₃COOH и 2-3 капли KI. Образуется осадок желтого цвета. При нагревании осадок хорошо растворяется, но при охлаждении снова выпадает золотисто-желтый осадок:



Качественные реакции ионов ртути (I)

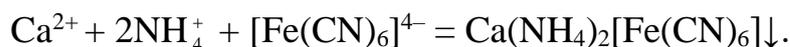
11. К 2-3 каплям раствора ртути (I) добавить 2 капли 2М раствора хромата калия K_2CrO_4 . Образуется осадок красного цвета Hg_2CrO_4 :



1.2.4 Качественный анализ катионов III аналитической группы

12. Осаждение растворами гексацианоферрата (II) калия.

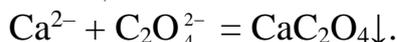
К 2 каплям растворам соли кальция добавляют по 2 капли 2 моль/л растворов гидроксида аммония и хлорида аммония, нагревают и прибавляют 4 капли насыщенного раствора калия гексацианоферрата (II). Наблюдают выпадение кристаллического осадка гексацианоферрата (II) кальция – аммония:



Данная реакция позволяет обнаружить кальций в присутствии стронция.

13. Реакция осаждения оксалатов.

К 3 каплям соли кальция прибавляют 3 капли раствора оксалата аммония – выпадает осадок оксалата кальция.



Осадок растворим в минеральных кислотах, но не растворяется в уксусной кислоте в отличие от оксалатов бария и стронция.

1.3 Контрольные вопросы

1. Составьте схему систематического анализа катионов I группы.
2. Составьте схему систематического анализа катионов II группы.
3. Составьте схему систематического анализа катионов III группы.

Лабораторная работа № 2. Аналитические реакции катионов IV-VI групп по кислотно-основной классификации

2.1 Теоретическая часть

В состав IV аналитической группы входят катионы р-элементов главных подгрупп III; IV; V групп (Al^{3+} ; Sn^{2+} ; Sn^{4+} ; As (III); As (V)) и d-элементов побочных подгрупп II и VI групп (Zn^{2+} и Cr^{3+}) периодической системы. Мышьяк (III) и мышьяк (V) обычно открывают в виде арсенит- (AsO_2^- ; AsO_3^{3-}) и арсенат-ионов (AsO_4^{3-}) соответственно, поэтому свойства данных анионов рассматривают в качественных реакциях анионов.

Катионы объединены в одну группу вследствие амфотерности их гидроксидов, поэтому избыток раствора щелочи является групповым реагентом для данной группы. В щелочном растворе (pH 7, 8...12) существуют комплексные ионы состава $[Al(H_2O)_2(OH)_4]^-$; $[Cr(OH)_6]^{3-}$; $[Zn(OH)_4]^{2-}$; $[Sn(OH)_4]^{2-}$ (упрощенно AlO_2^- , CrO_2^- , ZnO_2^{2-} , SnO_2^{2-} соответственно), которые в сильноокислых растворах превращаются в аквакомплексы Al^{3+} ; Cr^{3+} и Zn^{2+} , а также в хлоридные комплексы $[SnCl_4]^{2-}$.

В состав V аналитической группы входят катионы p-элементов главной подгруппы пятой группы Bi^{3+} ; Sb (III); Sb (V); s-элемента главной подгруппы II группы Mg^{2+} и d-элементов побочных подгрупп VII и VIII групп (Fe^{2+} ; Fe^{3+} ; Mn^{2+}) периодической системы. Из солей катионов V группы растворимыми являются соли сильных кислот, водные растворы которых имеют кислую реакцию среды.

Гидроксиды катионов V группы, кроме гидроксидов сурьмы и железа (III), проявляют основные свойства. В отличие от катионов IV группы гидроксиды большинства катионов V группы не растворяются в избытке щелочи, поэтому раствор щелочи является групповым реагентом на катионы V группы.

В состав VI аналитической группы входят d-элементы побочных подгрупп I группы (Cu^{2+}), II группы (Cd^{2+} ; Hg^{2+}) и VIII группы (Co^{2+} ; Ni^{2+}).

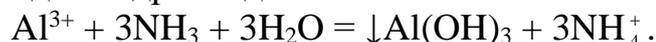
Гидроксиды катионов VI группы нерастворимы в избытке щелочи, но растворимы в избытке раствора NH_3 и его концентрированных растворах за счет образования аммиакатов состава $[\text{Me}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ и $[\text{Me}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, что лежит в основе использования 25% раствора аммиака в качестве группового реагента.

2.2 Качественный анализ катионов IV аналитической группы (амфолитная)

2.2.1 Качественные реакции ионов алюминия

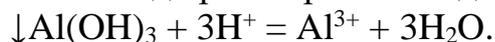
1. Осаждение раствором гидроксида аммония.

К 2 каплям раствора соли алюминия добавляют 3 капли 2 моль/л раствора гидроксида аммония и нагревают 5 минут на водяной бане. Выпадает белый аморфный осадок гидроксида алюминия:



Аналогичную реакцию дают едкие щелочи и растворы солей с $\text{pH} > 7$.

Полученный осадок делят на две части. К части осадка добавляют по каплям раствор соляной кислоты до растворения осадка:



Ко второй части осадка добавляют по каплям раствор гидроксида натрия до растворения осадка:



Амфотерный гидроксид алюминия растворяется при pH не менее 4,5 и pH более 10,0.

К полученному раствору алюмината прибавляют кристаллический хлорид аммония и нагревают до кипения – вновь выпадает осадок гидроксида алюминия:



Добавляя хлорид аммония – соль, гидролизующуюся по катиону ($\text{NH}_4^+ + \text{H}_2\text{O} = \text{NH}_4\text{OH} + \text{H}^+$), снижают величину pH раствора до 7-8, которая поддерживается постоянной благодаря образованию аммиачной буферной смеси.

Эту реакцию используют для отделения и обнаружения ионов алюминия в присутствии Zn^{2+} ; Cr^{3+} ; Mn^{2+} ; Fe^{3+} и других катионов.

2. Реакция с нитратом кобальта (II) (пирохимический способ).

На полоску фильтровальной бумаги помещают последовательно по 1-2 капли солей алюминия и нитрата кобальта (II). После подсушивания и сжигания бумаги образуется пепел синего цвета состава $Co(AlO_2)_2$ – «тенарова синь»:



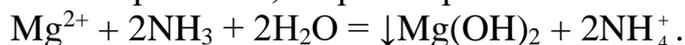
К мешающим ионам относятся ионы Zn^{2+} , образующие пепел зеленого цвета.

2.2.3 Качественный анализ катионов V аналитической группы (гидроксидная)

Качественные реакции ионов магния

3. Осаждение раствором гидроксида аммония.

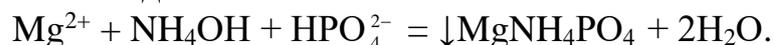
К 2-3 каплям раствора соли магния прибавляют 3-4 капли 2 моль/л раствора аммиака – выпадает аморфный осадок гидроксида магния, нерастворимый в избытке реагента, но растворимый в солях аммония:



Аналогичный аналитический сигнал дает реакция солей магния с растворами щелочей.

4. Микрорекристаллоскопическая реакция осаждения фосфата магния-аммония.

Каплю раствора соли магния помещают на предметное стекло и добавляют каплю раствора хлорида аммония. Предметное стекло держат несколько минут каплей вниз над отверстием склянки с концентрированным раствором аммиака. Затем к раствору добавляют кристаллик гидрофосфата натрия и наблюдают под микроскопом кристаллы фосфата магний-аммония в виде шестилучевых звезд:

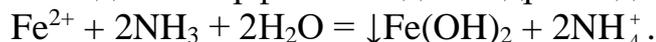


Кристаллический осадок двойной соли растворим в уксусной и минеральных кислотах. Реакцию обнаружения проводят при pH 9 в присутствии аммиачного буфера.

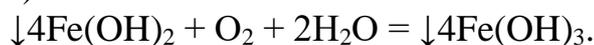
Качественные реакции ионов железа (II)

5. Осаждение раствором гидроксида аммония.

К 1-2 каплям раствора соли железа (II) прибавляют 2-3 капли 2 моль/л раствора аммиака – выпадает аморфный осадок гидроксида железа (II):

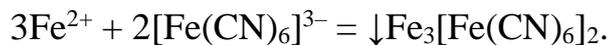


Осадок гидроксида железа (II) буреет на воздухе за счет окисления до гидроксида железа (III):



6. Реакция с гексацианоферратом (III) калия.

К 1-2 каплям раствора соли железа (II) прибавляют 1-2 капли раствора гексацианоферрата (III) калия – образуется осадок гексацианоферрата (III) железа (II) – «турнбулева синь»:



Реакция используется для дробного обнаружения железа (II).

7. Реакция с сульфидом аммония.

К 3-4 каплям раствора соли железа (II) прибавляют 2-3 капли раствора сульфида аммония (или сульфида натрия) – выпадает осадок сульфида железа (II) черного цвета:



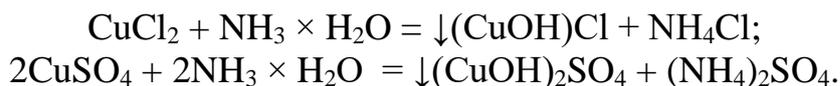
Реакцию проводят в нейтральной или аммиачной среде.

2.2.4 Качественный анализ катионов VI аналитической группы (аммиакатная)

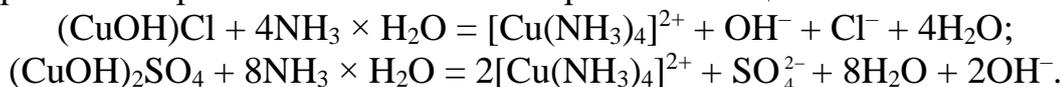
Качественные реакции ионов меди (II)

8. Реакция осаждения раствором аммиака.

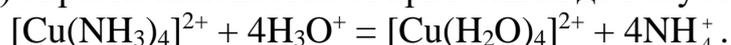
К 3 каплям раствора соли меди (II) добавляют 1 каплю 2 моль/л раствора аммиака. Выпадает осадок основной соли меди сине-зеленоватого цвета, легко растворимый в избытке аммиака:



При добавлении к осадку 5-10 капель раствора аммиака осадок растворяется с образованием комплекса ярко-синего цвета:



При добавлении по каплям 2 моль/л раствора сильной кислоты (HCl, HNO₃ или H₂SO₄) окраска изменяется от ярко-синей до голубой:

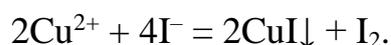


В кислой среде аммиачный комплекс меди разрушается, и окраска раствора переходит из ярко-синей в голубую окраску аквакомплексов меди.

При дробном анализе по цвету фильтрата, полученного после отделения осадка, образовавшегося при действии на порцию исследуемого раствора концентрированного аммиака, делают вывод о наличии ионов меди в предварительных испытаниях.

9. Реакция с иодидом калия.

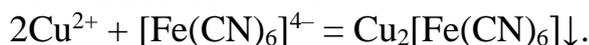
К 3 каплям раствора соли меди (II) добавляют 5 капель раствора иодида калия – выпадает осадок иодида меди (I) цвета слоновой кости, одновременно выделившийся иод окрашивает надосадочную жидкость в буро-коричневый цвет:



10. Реакция с гексацианоферратом (II) калия.

К 3 каплям раствора соли меди (II) добавляют 1-2 капли гексацианоферрата (II) калия. Выпадает красно-коричневый осадок

гексацианоферрата (II) меди, растворимый в растворе аммиака, но нерастворимый в разбавленных кислотах:



Из катионов VI группы к мешающим ионам относятся катионы Co^{2+} ; Ni^{2+} .

Реакцию помимо пробирочного метода можно проводить капельным методом на фильтровальной бумаге.

2.3 Контрольные вопросы

1. Составьте схему систематического анализа катионов IV группы.
2. Составьте схему систематического анализа катионов V группы.
3. Составьте схему систематического анализа катионов VI группы.

3 Лабораторная работа № 3. Аналитические реакции анионов I–III групп

3.1 Теоретическая часть

В настоящее время не существует единой общепринятой классификации анионов по группам. При анализе анионов используют компромиссный метод, сочетающий дробный и систематический анализ, последний из которых основан в большинстве случаев на различной растворимости солей бария и серебра с соответствующими анионами или на отношении анионов к действию окислителей и восстановителей. Большее распространение получило первое деление анионов на группы. По растворимости солей бария и серебра анионы делят на три группы.

Группа	Анионы	Групповой реагент
I	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , F^- , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$	Раствор BaCl_2 в нейтральной или слабощелочной среде
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} CN^- , NCS^- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$	Раствор AgNO_3 в присутствии HNO_3
III	NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^-	Отсутствует

Анионы I группы образуют с солями бария осадки, растворимые в минеральных кислотах (кроме сульфата бария), поэтому реакции проводят в нейтральной или слабощелочной среде. Водные растворы анионов первой аналитической группы в водных растворах, за исключением хромата и дихромата, бесцветны.

Вторая группа объединяет анионы, образующие малорастворимые соединения с раствором нитрата серебра. В отличие от анионов первой группы серебряные соли данной группы (кроме сульфида серебра) нерастворимы в азотной кислоте, поэтому их осаждение проводят в азотнокислой среде. Бариевые соли анионов растворимы в воде. При обработке кислотами только сульфид-ионы разлагаются с образованием летучих продуктов.

Большинство анионов второй группы обладают восстановительными свойствами, наиболее выраженными у сульфид- и иодид-ионов.

Третья группа объединяет анионы, не имеющие группового реагента: они не образуют осадков с солями бария и серебра. Летучие продукты с разбавленными минеральными кислотами образуют только нитриты:



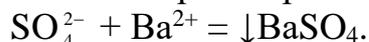
В зависимости от условий нитриты проявляют окислительно-восстановительную двойственность. Нитрат-ионы при создании соответствующей среды являются окислителями. Все они в водных растворах бесцветны. –

3.2 Экспериментальная часть

3.2.1 Качественные реакции сульфат-ионов

1. Реакция с раствором хлорида бария.

К 1-2 каплям раствора, содержащего сульфат-ионы, добавляют 2-3 капли хлороводородной кислоты и 1-2 капли раствора хлорида бария:

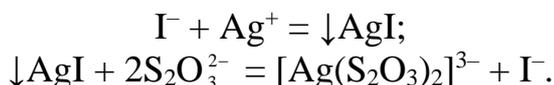


Образующийся осадок не растворяется в органических и минеральных кислотах, щелочах, солях. Дробное обнаружение сульфатов проводят в кислой среде, что позволяет устранить мешающее влияние других анионов первой группы.

3.2.2 Качественные реакции иодид-ионов

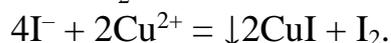
2. Реакция осаждения иодида серебра.

К 3-4 каплям раствора иодид-ионов прибавляют 2-3 капли раствора нитрата серебра. Образующийся осадок иодида серебра нерастворим в азотной кислоте, карбонате аммония и в аммиаке, но растворяется в избытке тиосульфата натрия:



3. Реакция с солями меди (II).

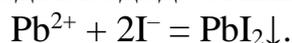
К 3-4 каплям раствора иодид-ионов прибавляют 2-3 капли раствора соли меди (II). Образуется смесь CuI и I_2 :



К полученной смеси добавляют раствор сульфита натрия до исчезновения окраски иода.

4. Реакция с солями свинца.

К 3-4 каплям раствора соли свинца добавляют 1-2 капли раствора иодида калия. Выпадает аморфный осадок иодида свинца золотисто-желтого цвета:



К осадку добавляют 3-4 капли 2 моль/л раствора уксусной кислоты и нагревают до растворения осадка. При охлаждении снова выпадает осадок иодида свинца в виде блестящих золотистых кристаллов.

3.3 Контрольные вопросы

1. Классификация анионов по группам.
2. Качественные реакции анионов первой группы.
3. Качественные реакции анионов второй группы.
4. Качественные реакции анионов третьей группы.

Количественный анализ

4 Лабораторная работа № 4. Аналитическая посуда и весы. Основные правила работы с ними

4.1 Теоретическая часть

В практике количественного анализа для измерения объёма жидкости применяют различную измерительную посуду: мерные колбы, пипетки, бюретки, пробирки, мерные цилиндры.

Мерные колбы рассчитаны на объёмы 5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см³. Они могут быть калиброваны на вливание и выливание, могут иметь обычную или пришлифованную пробку. Колбы, откалиброванные на вливание, имеют одну, на выливание – две кольцевые отметки: одну на объём вливаемого раствора, вторую – на объём выливаемого раствора, равный номиналу колбы. Это объясняется тем, что при выливании часть раствора остается на стенках колбы.

Навеску твердого вещества пересыпают в мерную колбу через сухую чистую воронку, причем высыпать навеску рекомендуется понемногу во избежание застревания частиц вещества в трубке воронки. Не следует начинать обмывание воронки водой прежде, чем вся навеска из неё не высыплется в колбу. Остатки вещества в воронке тщательно, без потерь смывают небольшими порциями воды. После этого заполняют колбу до 1/3 или 1/2 вместимости растворителем и перемешивают до полного растворения.

Заполнение мерных колб, особенно последними порциями раствора или растворителя, проводят осторожно, по каплям, чтобы не добавить излишки растворителя, до совмещения нижнего края мениска раствора с отметкой на колбе (см. рисунок 1, а). В случае окрашенных растворов (см. рисунок 1, б) совмещают с отметкой верхний край мениска (нижний плохо виден).



Рисунок 1 – Вид совмещенного края мениска с отметкой на колбе для неокрашенных прозрачных растворов (а), для окрашенных растворов (б)

Бюретки применяют для титрования и отмеривания точных объемов раствора. В зависимости от назначения различают объемные, весовые, газовые, поршневые и микробюретки. В простейшем виде она представляет собой трубку с делениями, в нижней части которой имеется кран или резиновая трубка с капилляром, снабженная зажимом Мора. Бюретки выпускают двух классов точности, отклонение в объеме у бюреток первого класса точности равно половине цены деления, у второго класса – цене деления. Перед работой бюретку промывают титрантом и заполняют её выше нулевой отметки, затем сливают титрант по каплям до совмещения края мениска с нулевым делением. Бюретку устанавливают на нуль только после того, как в носике бюретки или капилляре не осталось пузырьков воздуха. Титровать необходимо от нулевой отметки, от других отметок не рекомендуется, так как шкала может быть неравномерной. Заполнение бюретки титрантом производят через воронку или с помощью специальных приспособлений.

Пипетки предназначены для отмеривания точного объёма выливаемой жидкости. В зависимости от формы, наличия градуировки и объёма выпускаются в восьми исполнениях. Из градуированных пипеток можно сливать любой произвольный объём в пределах её емкости. Неградуированные пипетки рассчитаны на один строго определенный объем жидкости. Допустимые отклонения объема пипеток зависят от класса точности и равны у пипеток первого класса точности половине цены деления, второго класса – цене деления. Пипетки рекомендуется заполнять растворами с помощью специальных резиновых груш.

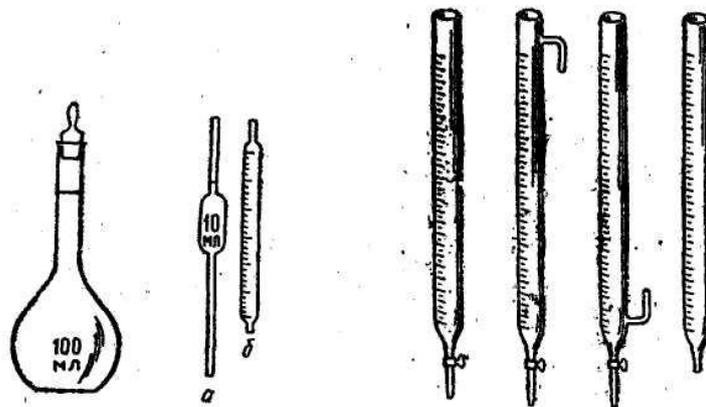


Рисунок 2 – Мерная колба; Пипетки; Бюретки

Пипетка при отборе жидкости должна находиться в строго вертикальном положении, при этом уровень жидкости располагают на уровне глаз наблюдателя. Раствор сливают из пипетки, касаясь её кончиком стенки заполняемого сосуда. Иногда замедляют скорость сливания раствора, закрывая часть верхнего отверстия пипетки пальцем. Выдувать остатки раствора из пипетки нельзя.

Для не очень точных объёмных измерений применяют цилиндры, мензурки (см. рисунок 3), мерные пробирки.

Цилиндры выпускают с носиком и с пришлифованной пробкой и градуируют на наливание или отливание; допустимые отклонения у первых достигают 1–2% объёма, у вторых – вдвое больше. **Мензурки** градуируют на отливание, допустимое отклонение у них равно 5% объёма. **Мерные пробирки** выпускают номинального объёма от 5 до 25 см³, они имеют крайне невысокую точность градуировки. Их используют для отмеривания объёмов растворов вспомогательных веществ, не учитывающихся при вычислении анализа.

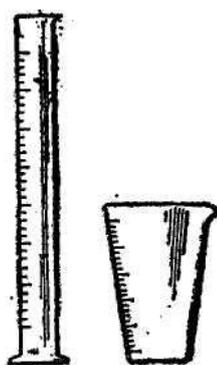


Рисунок 3 – Мерные цилиндры и мензурки

Фарфоровая посуда

Кроме стеклянной посуды в лабораторной практике применяется фарфоровая посуда (см. рисунок 4).



1 – чашки; 2 – стаканы; 3 – тигли с крышками; 4 – воронки Бюхнера;
5 – ступки с пестиком; 6 – лодочки; 7 – треугольники.

Рисунок 4 – Фарфоровая посуда

Весы и техника взвешивания

Весы предназначены для измерения массы вещества. В зависимости от требуемой точности в лабораториях пользуются техническими или аналитическими весами. Технические весы позволяют производить взвешивание с погрешностью до $\pm 0,01$ г с предельной нагрузкой до десятка килограммов (технические весы) и до 1 кг (технохимические).

В настоящее время в лабораториях широко используются односторонние электронные технические весы с погрешностью до $\pm 0,001$ г.

У аналитических весов различной конструкции предельная нагрузка изменяется от 20 до 200 г, и погрешность взвешивания составляет $\pm 0,0001$ г.

Важными характеристиками аналитических весов являются их чувствительность, а также цена деления шкалы. Чувствительность определяется числом делений шкалы, на которое отклоняется стрелка при нагрузке массой 1 мг, и выражается в делениях шкалы на миллиграмм (дел/мг). С увеличением массы взвешиваемого предмета чувствительность весов уменьшается.

Ценой деления шкалы называют груз, необходимый для смещения стрелки шкалы на одно деление. Цена деления обратно пропорциональна чувствительности весов.

Равновесное положение стрелки ненагруженных весов называют *нулевой точкой*. При нагруженных весах это положение соответствует точке равновесия. Определение нулевой точки необходимо проводить перед началом каждого взвешивания.

Чтобы получать правильные результаты при взвешивании и не вывести из строя весы, необходимо соблюдать ряд общих правил взвешивания.

1. Перед началом взвешивания проверяют состояние весов и устанавливают нулевую точку так, как это описано в указаниях по технике взвешивания.

2. Взвешиваемый предмет помещают в центр чашки весов.

3. Нельзя взвешивать предмет, имеющий температуру, отличную от температуры весовой комнаты.

4. Нельзя взвешивать влажные и грязные предметы. Сыпучие вещества нельзя помещать непосредственно на чашку весов или взвешивать на листе бумаги; взвешиваемое вещество должно быть только в бюксе, стаканчике или на часовом стекле. Жидкости, выделяющие пары, а также гигроскопические вещества взвешивают только в закрытом бюксе.

5. Для ускорения взвешивания на аналитических весах рекомендуется предварительное взвешивание на технических весах с точностью до 0,1 г.

4.2 Экспериментальная часть

Провести расчет для приготовления раствора вещества:

а) с концентрацией 1 мг/мл;

б) с эквивалентной молярной концентрацией 0,5 моль/л;

в) с молярной концентрацией 0,5 моль/л.

Взять навеску вещества на аналитических весах с точностью до $\pm 0,0001$ г. Приготовить раствор. Для этого:

- Подготовить мерную посуду для приготовления растворов: стаканы, мерные колбы необходимого объема, воронки, стеклянные палочки для перемешивания;

- Растворить взятую навеску вещества в стакане путем добавления растворителя (дистиллированной воды);

- Перенести содержимое стакана количественно в мерную колбу. Для этого несколько раз обмыть стенки стакана дистиллированной водой, каждый раз перенося содержимое стакана в мерную колбу;

- Довести объем полученного раствора в мерной колбе до метки до совмещения нижнего края мениска раствора с отметкой на колбе;

- Тщательно перемешать полученный раствор.

4.3 Контрольные вопросы

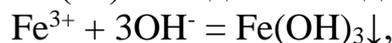
1. Виды химической посуды и ее предназначение.
2. Виды концентраций растворов. Напишите формулы для их расчета.
3. Весы, их виды, предназначение.
4. Методика приготовления раствора.

5 Лабораторная работа № 5. Отделение железа от магния и определение железа гравиметрическим методом

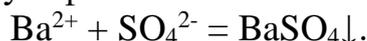
5.1 Теоретическая часть

Гравиметрический анализ (гравиметрия) основан на измерении массы определяемого компонента пробы, выделенного в виде малорастворимого соединения. Метод заключается в том, что навеску пробы растворяют в воде или другом растворителе; определяемый элемент осаждают подходящим осадителем, осадок отделяют от раствора фильтрованием, промывают, высушивают или прокаливают до постоянной массы, взвешивают и по результатам взвешивания рассчитывают содержание компонента. Обычно осадки представляют собой малорастворимые карбонаты, фосфаты, сульфиды, гидроксиды.

Например, катионы железа (III) осаждают в виде гидроксида:



катионы бария – в виде сульфата:



Соединение, в виде которого определяемый компонент выделяется в виде осадка, называется *осаждаемой формой*. В рассмотренном примере это вещества: $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и BaSO_4 .

К осаждаемой форме предъявляются следующие требования:

1) Осадок должен обладать минимальной растворимостью. В противном случае часть определяемого компонента останется в растворе, и осаждение будет неполным.

2) Структура осадка должна быть такой, чтобы позволяла легко отфильтровывать его и промывать от примесей. В этом отношении удобны крупнокристаллические осадки. Но приходится работать и с мелкокристаллическими осадками, такими как $BaSO_4$, и с аморфными гидроксидами – $Al(OH)_3$, $Fe(OH)_3$.

При фильтровании мелкокристаллических осадков есть опасность прохождения их частиц через поры фильтра. Аморфные фильтруются медленно, они склонны к пептизации (переходу в раствор) и, кроме того, такие осадки легко адсорбируют примеси. Поэтому нужно соблюдать правильные условия выполнения эксперимента.

Соединение, в виде которого производится взвешивание, называется *гравиметрической (весовой) формой*. Гравиметрическая форма образуется в результате высушивания и прокаливания осаждаемой формы. При этом осаждаемая форма может претерпевать химическое превращение, например:



В случае термически устойчивых соединений осаждаемая и гравиметрическая формы совпадают (например, в случае осадка $BaSO_4$).

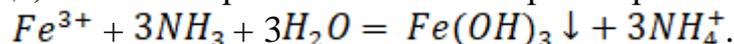
Требования, предъявляемые к гравиметрической форме:

1) Точное соответствие состава весовой формы ее химической формуле. Без этого невозможно вычисление результатов анализа;

2) Химическая устойчивость в широком интервале температур (до 800-900°C), не должна реагировать с компонентами атмосферы (водяные пары, углекислый газ и другие компоненты), не должна окисляться, разлагаться и т. д.;

3) Желательно, чтобы гравиметрическая форма имела большую молекулярную массу при небольшом содержании определяемого компонента. Это снижает погрешность результатов анализа.

Отделение железа от магния основано на установлении определенного значения рН раствора (рН~5), при котором железо количественно осаждается в виде гидроксида, а магний при этом остается в растворе:



Форма осаждения – $Fe(OH)_3 \cdot xH_2O$. Гравиметрическая форма – Fe_2O_3 .

5.2 Экспериментальная часть

Анализируемый раствор, содержащий не более 0,4 г железа, разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 мл дистиллированной водой до метки, перемешивают и отбирают пипеткой пробу (аликвоту) в стакан вместимостью 300-400 мл. Раствор осторожно нагревают, не давая

закипеть. К горячему раствору прибавляют при перемешивании 10%-ный раствор аммиака, приливая его до слабого запаха, и 1 каплю 0,1% раствора метилового оранжевого.

В конце осаждения индикатор должен окраситься в желтый цвет. Содержимое стакана разбавляют 100 мл горячей воды, перемешивают и оставляют стакан на 3–5 мин на горячей водяной бане для коагуляции осадка $\text{Fe}(\text{OH})_3$, затем быстро фильтруют через фильтр с красной лентой. Фильтр на воронке предварительно нагревают, смачивая горячей водой, раствор сливают по палочке на фильтр, не взмучивая осадка.

Количественно переносят осадок на фильтр: приставшие к стакану и палочке частицы снимают кусочком беззольного фильтра, кладут его на фильтр с осадком и омывают стенки и дно стакана горячей водой.

Осадок промывают 2%-ным раствором NH_4NO_3 , содержащим 3 капли аммиака на 100 мл раствора, до полного удаления хлорид-ионов (Cl^-), что устанавливается пробой с AgNO_3 . (Электролит-коагулятор NH_4NO_3 вводят в промывную жидкость, чтобы не допустить пептизации осадка; добавка аммиака служит для увеличения значения pH до 5, уменьшающего растворимость осадка).

Промытый осадок высушивают в сушильном шкафу при $\sim 100^\circ\text{C}$ в течение 1 ч (не вынимая фильтра из воронки). Затем фильтр с осадком вынимают из воронки, аккуратно его сворачивают и помещают во взвешенный заранее на аналитических весах тигель. Прокаливают тигель с осадком в муфельной печи при температуре 900°C в течение 1 ч. Осторожно вынимают тигель из муфельной печи, охлаждают 5–6 мин на подставке, затем переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Массу железа рассчитывают по формуле:

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

где $F = 2M(\text{Fe}) / M(\text{Fe}_2\text{O}_3)$; V_k – объем колбы, мл; V_n – объем пробы, мл.

5. 3 Контрольные вопросы

1. Сущность гравиметрического метода анализа.
2. Виды осадков, их характеристики.
3. Осаждаемая и гравиметрическая формы осадков. Их отличие.
4. Требования к осаждаемой форме.
5. Требования к гравиметрической форме.

Титриметрический метод анализа

Лабораторная работа № 6. Комплексометрическое титрование

6.1 Теоретическая часть

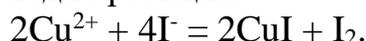
Существуют следующие способы выполнения титрования:

Прямое титрование – непосредственное титрование одного раствора другим.

Обратное титрование – заключается в том, что к исследуемому раствору добавляют заведомо избыточное количество реагента и непрореагировавший его остаток титруют подходящим рабочим раствором. Например, к раствору хлорида прибавляют избыток нитрата серебра AgNO_3 . Не вступивший в реакцию избыток титруют раствором роданида аммония:



Заместительное титрование заключается в том, что к исследуемому раствору добавляют реагент, вступающий с ним в реакцию, и продукт взаимодействия титруют подходящим титрантом. Например, при йодометрическом определении меди (II) к анализируемому раствору добавляют йодид калия. Происходит реакция:



Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Методы титриметрии классифицируют по типу химических реакций, лежащих в основе определения:

1. Кислотно-основное титрование (метод нейтрализации). В его основе лежит реакция взаимодействия кислоты с основанием (т. е. реакция нейтрализации):

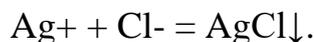


2. Окислительно-восстановительное титрование (редоксиметрия) основывается на окислительно-восстановительных реакциях.

Здесь различают несколько методов, среди которых наиболее распространены:

- а) Перманганатометрия – применяется реакция окисления веществ раствором перманганата калия KMnO_4 ;
- б) Йодометрия – окислителем служит раствор йода;
- в) Дихроматометрия – окисление раствором дихромата калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

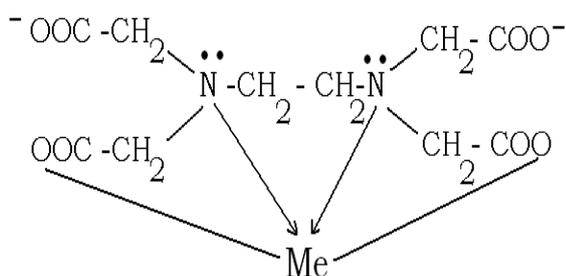
3. Осадительное титрование основано на использовании реакций образования малорастворимых соединений. Примером может служить аргентометрия – вариант титриметрического анализа, основанный на реакции осаждения галогенидов серебра:



4. Методы комплексообразования

Наиболее распространенным методом является комплексонометрическое титрование – метод, основанный на образовании ионов металлов комплексных соединений (комплексонатов) с комплексонами – производными аминополикарбоновых кислот. Чаще всего в качестве титранта применяют комплексон III – динатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, ЭДТА (торговое название трилон Б), где Y^{4-} – анион этилендиаминтетрауксусной кислоты ЭДТУ.

ЭДТА, обладающий двумя аминогруппами и четырьмя карбоксильными группами, способен к хелатированию с образованием прочных пятичленных циклов.



Независимо от заряда катиона металла стехиометрия реакции между металлоионом и ЭДТА равна 1:1, поэтому наиболее удобным способом выражения концентрации является молярность. Закон эквивалентов, записанный для реакции, лежащей в основе комплексонометрии, принимает форму:

$$C_{\text{МЭДТА}} \times V_{\text{ЭДТА}} = C_{\text{ММe}} \times V_{\text{Me}},$$

где $C_{\text{МЭДТА}}$ и $C_{\text{ММe}}$ – молярные концентрации раствора трилона Б и раствора определяемого металла.

Равновесие реакций комплексообразования зависит от pH раствора, поэтому комплексонометрическое титрование требует создания оптимального значения pH раствора, которое зависит от прочности комплекса и растворимости соответствующего гидроксида металла (см. нижеуказ. табл.).

Минимальное значение pH, обеспечивающее удовлетворительное определение катионов с помощью растворов ЭДТА.

Для поддержания заданной величины pH в комплексонометрии используют буферные растворы, которые:

- предотвращают осаждение гидроксидов или основных солей металлов;
- предотвращают смещение равновесия реакции образования комплексонатов влево по мере накопления H^+ .

Часто используют аммиачный буферный раствор, создающий pH в диапазоне $9 \div 10$.

Конечную точку титрования устанавливают с помощью металлохромных индикаторов (металлоиндикаторов). Металлоиндикаторы представляют собой органические красители, образующие с ионами титруемого металла интенсивно окрашенные комплексы, цвет которых

отличается от окраски свободного индикатора, свойственной ему при данном значении рН.

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

6.2 Экспериментальная часть

Реактивы: трилон Б (раствор ЭДТА 0,05 М), аммиачный буферный раствор, индикаторная смесь эриохрома черного Т и хлорида натрия (1:200), сульфат магния (раствор MgSO_4 0,0500 М), сульфат цинка (раствор ZnSO_4), гексагидрат хлорида кальция ($\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ крист.).

Посуда и оборудование: установка для титрования; бюретка 25 мл; колба мерная 100 мл; пипетка 10 мл; мерные пробирки 10 мл; колбы конические для титрования 250-300 мл; мерный цилиндр; бюкс; стакан стеклянный мерный; воронка; весы аптечные; весы аналитические.

6.2.1 Стандартизация раствора трилона Б методом пипетирования

Титрование проводят в среде аммиачного буфера с индикатором – эриохромом черным Т, используя стандартный раствор магния сульфата. Индикатор, существующий при рН = 7÷12 в виде ионов HInd^{2-} синего цвета, после точки эквивалентности образует с избытком MgSO_4 комплексы винно-красного цвета менее устойчивые, чем комплексоны магния:

До точки эквивалентности	$\text{H}_2\text{Y}^{2-} + \text{Mg}^{2+} = \text{MgY}^{2-} + 2\text{H}^+$	$\beta_{\text{MgY}^{2-}} = 4,9 \times 10^8$
После точки эквивалентности	$\text{HInd}^{2-} + \text{Mg}^{2+} = \text{MgInd}^- + \text{H}^+$ синяя форма красный цвет	$\beta_{\text{MgInd}^-} = 1,0 \times 10^7$

Выполнение работы

10,00 мл раствора трилона Б переносят в колбу для титрования, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 0,25 г индикаторной смеси, 50 мл воды и титруют стандартным 0,0500 М раствором магния сульфата до перехода синей окраски в вино-красную.

Проводят не менее трёх параллельных определений. Результаты оформляют в виде таблицы.

№ п/п	Объем раствора трилона Б, мл	Молярность раствора магния сульфата, моль/л	Объем раствора магния сульфата, мл

Исходя из данных таблицы, рассчитывают молярность, титр и $K_{\text{п}}$ для раствора трилона Б:

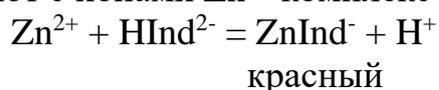
$$C_{\text{М трилона}} = \frac{C_{\text{M MgSO}_4} \times V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{трилона}}},$$

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

Результаты анализа оформляют в виде протокола (стр. 49).

6.2.2 Определение содержания цинка сульфата в растворе

Определение проводят в среде аммиачного буфера с использованием индикатора эриохрома черного Т стандартным раствором трилона Б. Ионы индикатора HInd^{2-} образуют с ионами Zn^{2+} комплекс красного цвета:



Однако комплекс ZnInd^{\cdot} ($\beta=10^{12,9}$) менее прочен, чем комплекс ZnY^{2-} ($\beta=3,2 \times 10^{16}$), поэтому в точке эквивалентности происходит разрушение комплекса ZnInd^{\cdot} , сопровождающееся переходом окраски из красной в синюю за счет ионов индикатора HInd^{2-}



Выполнение работы

Аликвоту (5 или 10 мл) исследуемого раствора цинка сульфата неизвестной концентрации переносят в колбу для титрования, прибавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 0,25 г индикаторной смеси, 50 мл воды и титруют при энергичном перемешивании стандартным раствором трилона Б, молярность которого установлена в ходе стандартизации, до перехода винно-

красной окраски в синюю. Проводят три параллельных определения и оформляют результаты в виде таблицы.

№ п/п	V раствора ZnSO ₄ , мл	Молярность раствора трилона Б, моль/л	V раствора трилона Б, мл
1			V ₁
2			V ₂
3			V ₃
			V _{ср}

Исходя из данных таблицы, рассчитывают содержание ZnSO₄ в растворе в массо-объемных процентах:

$$X_{\text{ZnSO}_4} = \frac{C_{\text{М трилона}} \times V_{\text{трилона}} \times M_{\text{ZnSO}_4} \times 100}{1000 \times V_{\text{раствора}}}, (\%),$$

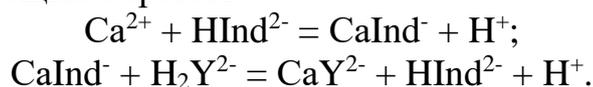
где $M_{\text{ZnSO}_4} = 161,45$ г/моль,

$V_{\text{раствора}}$ – объем аликвоты исследуемого раствора ZnSO₄, мл.

Результаты анализа оформляют в виде протокола.

6.2.3 Определение содержания кальция хлорида в образце

Определение проводят в среде аммиачного буфера с использованием индикатора эриохрома черного Т стандартным раствором трилона Б. С учетом участия индикатора основные реакции, лежащие в основе определения, записываются следующим образом:



Выполнение работы

В бюкс помещают навеску гексагидрата кальция хлорида массой около 0,8 г и взвешивают на аналитических весах. Навеску количественно переносят в мерную колбу емкостью 100 мл, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают.

Для трех параллельных определений отбирают пипеткой по 10,00 мл полученного раствора и помещают в колбы для титрования. В каждую колбу вносят 5 мл аммиачного буферного раствора, 0,25 г индикаторной смеси, 20 мл воды и титруют при энергичном перемешивании стандартным раствором трилона Б, молярность которого установлена в ходе стандартизации, до перехода винно-красной окраски в синюю. Результаты параллельных определений оформляют в виде таблицы.

№ п/п	CaCl ₂			V трилона Б, мл
	масса бюкса с навеской, г	масса пустого бюкса, г	масса навески, г	
1				V ₁
2				V ₂
3				V ₃
4				V _{ср}

Рассчитывают процентное содержание CaCl₂ в образце кристаллогидрата:

$$X_{\text{CaCl}_2} = \frac{C_{\text{М трилона}} \times V_{\text{трилона}} \times M_{\text{CaCl}_2} \times 100 \times V_{\text{м.к.}}}{1000 \times V_{\text{аликвоты}} \times q_{\text{кристаллогидрата}}}, (\%).$$

Молярная масса CaCl₂ × 6H₂O = 219,08 г/моль.

Результаты анализа оформляют в виде протокола.

6.3 Контрольные вопросы

1. Какие органические реактивы называются комплексодами? Перечислите достоинства комплексонов на примере комплексона III.

2. Приведите графическую форму ЭДТА. Какова дентатность ЭДТА? Напишите формулы комплексонов двух- и трехзарядных металлоионов.

3. Какова роль буферных растворов при комплексометрическом определении катионов? Какие буферные растворы используются при этом?

4. Каким образом готовят и стандартизируют рабочие растворы ЭДТА? Перечислите установочные вещества для раствора ЭДТА.

5. Перечислите способы обнаружения конечной точки титрования в комплексометрии. Приведите примеры индикаторов различных групп.

6. Приведите примеры и объясните механизм действия металлохромных индикаторов в комплексометрии. С чем связано изменение окраски с красной на синюю (или наоборот) при определении ионов Mg²⁺, Zn²⁺, Ca²⁺ и др. в среде аммиачного буфера с эриохромом черным Т?

Список литературы

1. Александрова Э.А., Гайдукова Н.Г. Аналитическая химия. Книга 1. Химические методы анализа. – Научная школа: Кубанский госуд. аграр. ун-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. – 383 с.

Содержание

	Введение	3
1	Качественный анализ	4
2	Лабораторная работа № 1. Аналитические реакции катионов I–III групп по кислотно-основной классификации	4
3	Лабораторная работа № 2. Аналитические реакции катионов IV–VI групп	8
4	Лабораторная работа № 3. Аналитические реакции анионов I–III групп	12
5	Количественный анализ	14
6	Лабораторная работа № 4. Аналитическая посуда и весы. Основные правила работы с ними	14
7	Лабораторная работа № 5. Гравиметрический анализ	18
8	Лабораторная работа № 6. Комплексометрическое титрование	21
	Список литературы	27

Идрисова Карлыгаш Садыровна
Туманова Айтбала Айтеновна

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Методические указания к выполнению лабораторных работ
для студентов бакалавриата всех форм обучения
образовательной программы
6В11203 – «Промышленная безопасность»
направления подготовки
6В112 – «Гигиена и охрана труда на производстве»

Редактор:
Специалист по стандартизации:

Жанабаева Е.Б.
Ануарбек Ж.А.

Подписано в печать _____
Тираж 50 экз.
Объем 1,75 уч.-изд. л.

Формат 60×84 1/16
Бумага типографская № 1
Заказ _____ Цена 875 тенге.

Копировально-множительное бюро
некоммерческого акционерного общества
«Алматинский университет энергетики и связи»
050013, Алматы, ул. Байтурсынова, 126/1