

Московский государственный университет им. М. В. Ломоносов

Химический факультет

Зачетная задача по аналитической химии

Студента II курса 20X группы XXXXXXXX X.X.

Преподаватель: XXXXXXXX X.X.

**Москва
200X**

Содержание

1. Цель работы.	3
2. Качественный анализ.	3
2.1. Предварительный анализ.	3
2.2. Ход качественного анализа.	3
2.3. Результаты качественного анализа.	5
2.4. Вывод.	6
3. Обзор литературы.	6
3.1. Методы определения цинка.	6
3.1.1. Гравиметрические методы определения цинка.	7
3.1.1.1. Осаждение в виде сульфида цинка.	7
3.1.1.2. Осаждение в виде фосфата цинка.	9
3.1.1.3. Осаждение в виде роданомеркура цинка.	9
3.1.1.4. Осаждение 8-оксихинолином.	11
3.1.2. Титриметрические методы определения цинка.	12
3.1.2.1. Гексацианоферратный метод.	12
3.1.2.2. Комплексонометрический метод.	13
3.2. Методы определения меди.	13
3.2.1. Гравиметрические методы определения меди.	13
3.2.1.1. Электролитический метод.	13
3.2.1.2. Использование неорганических осадителей.	14
3.2.1.3. Использование органических осадителей.	15
3.2.2. Титриметрические методы определения меди.	16
3.2.2.1. Иодометрическое титрование.	16
3.2.2.2. Комплексонометрическое титрование.	17
3.3. Методы разделения меди и цинка.	18
3.3.1. Методы выделения меди.	18
3.3.1.1. Выделение меди тиосульфатом натрия.	18
3.3.1.2. Выделение меди роданидом аммония или калия.	19
3.3.1.3. Выделение меди сульфидом кадмия.	20
3.3.1.4. Выделение меди солью Рейнеке.	20
3.3.2. Методы выделения цинка.	21
3.3.2.1. Выделение цинка сероводородом.	21
3.3.2.2. Выделение цинка едким натром.	21
3.3.2.3. Выделение цинка некоторыми органическими реагентами.	21
3.4. Выводы.	22
4. Количественный анализ.	22
4.1. Схема количественного анализа.	22
4.2. Расчет и результаты взвешивания навески образца.	22
4.3. Растворение образца.	23
4.4. Титриметрическое определение меди в сплаве.	23
4.4.1. Стандартизация раствора тиосульфата натрия по дихромату калия.	23
4.4.2. Определение меди.	25
4.5. Гравиметрическое определение цинка в сплаве.	25
4.5.1. Отделение меди.	25
4.5.2. Определение цинка.	26
5. Выводы.	27
6. Список используемой литературы.	28

1. Цель работы

Качественный анализ предложенного образца и количественное определение в нем двух элементов методами гравиметрии и титриметрии.

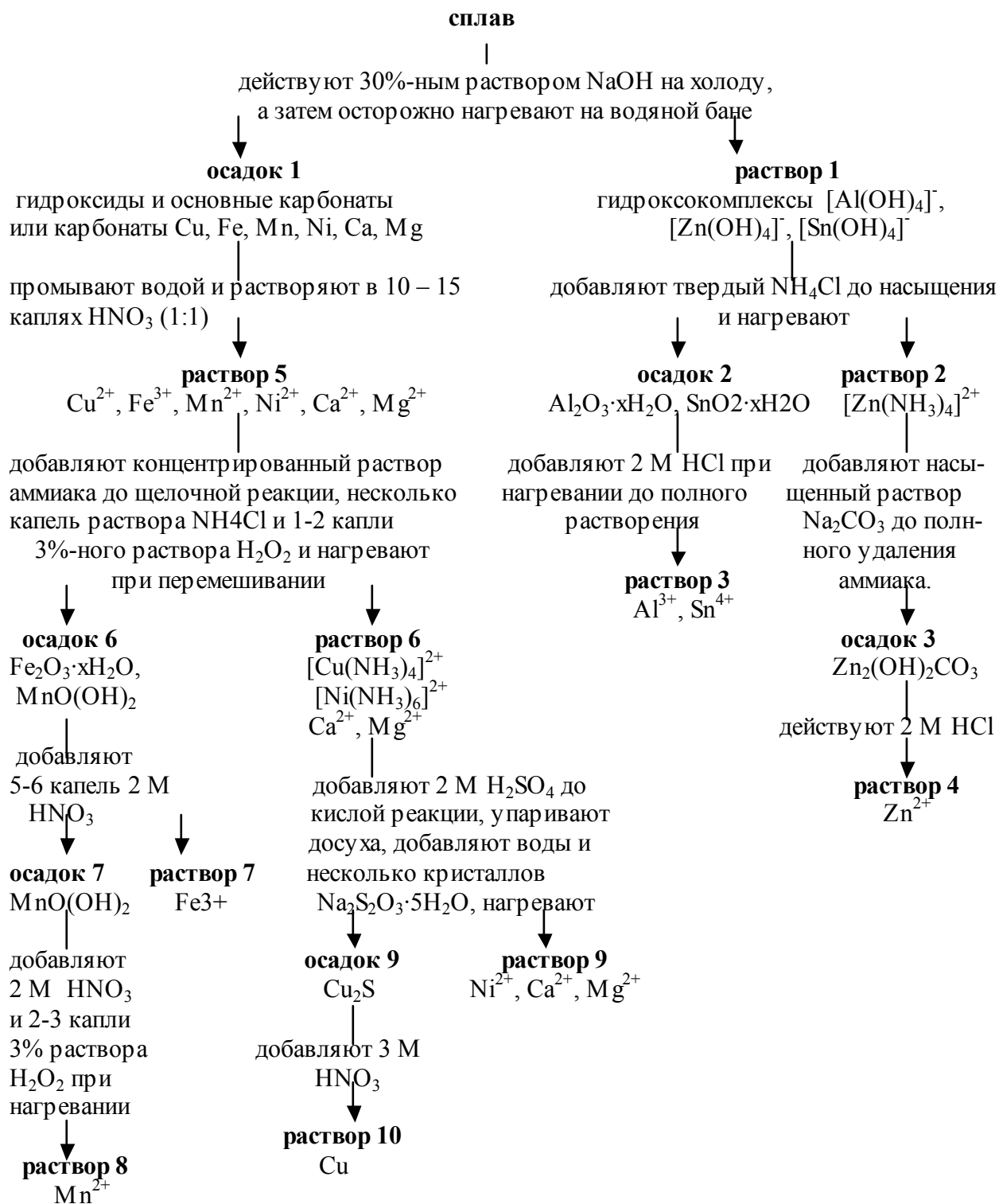
2. Качественный анализ

2.1. Предварительный анализ

Исследуемый объект представляет собой сплав серебристого цвета. При помещении кусочка сплава в 30% раствор NaOH через некоторое время начинается бурное выделение бесцветного газа – водорода. Эта реакция характерна только для алюминиевых сплавов. Сплав также частично растворяется в концентрированной HCl с бурным выделением газа и образованием желтого раствора. Окраску раствора можно объяснить наличием в нем либо комплекса $FeCl_4^-$, либо комплекса меди, которая частично растворяется в концентрированной HCl в присутствии O_2 . Полностью сплав растворяется только в HNO_3 с выделением бурого газа и образованием голубоватого раствора, что, возможно, свидетельствует о наличии в сплаве меди. Таким образом, исследуемый объект – алюминиевый сплав, возможно, содержащий медь.

2.2. Ход качественного анализа

Алюминиевый сплав может содержать медь, железо, марганец, никель, кальций, магний, цинк, олова. Поэтому выбираем следующий ход анализа:



2.3. Результаты качественного анализа

Исследуемый объект	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав фазы	
				Осадок	Раствор
Исходный образец	NaOH (30%-ный раствор)	неполное растворение сплава, выделение бесцветного газа	возможно присутствие цинка, алюминия, олова	осадок 1: Cu, Fe, Mn, Ni, Ca, Mg в нерастворенном виде	раствор 1: $[Al(OH)_4]^-$, $[Zn(OH)_4]^{2-}$, $[Sn(OH)_4]^{2-}$
Исходный образец	концентрированная HCl	неполное растворение сплава, выделение бесцветного газа, пожелтение раствора	присутствие металлов, растворяющихся с выделением водорода; окраска раствора связана с присутствием или комплексов Fe ($FeCl_4^-$) или комплексов Cu (Cu частично растворяется в конц. HCl в присутствии O_2)		
Исходный образец	концентрированная HNO_3	полное растворение сплава, выделение бурого газа			
Раствор 1	твердый NH_4Cl , нагревание	образование белого осадка	возможно присутствие алюминия и олова	осадок 2: $Al_2O_3 \cdot xH_2O$, $SnO_2 \cdot xH_2O$	раствор 2: $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$
Осадок 2	2 М HCl	растворение осадка			раствор 3: Al^{3+} , Sn^{4+}
Раствор 3	Fe + HCl _{конц} + $Hg(NO_3)_2$	выпадение белого осадка не происходит	отсутствие олова в сплаве		
Раствор 3	ализарин, $NaCH_3COO_{тв}$ нагревание	выпадение красного хлопьевидного осадка	присутствие алюминия в сплаве		
Раствор 2	Na_2CO_3 нагр., нагревание	выпадение белого осадка	возможно присутствие цинка	осадок 3: $Zn_2(OH)_2CO_3$	
Осадок 3	2 М HCl	растворение осадка с выделением газа			раствор 4: Zn^{2+}
Раствор 4	2 М NaOH и раствор дитизона в CCl_4	образование красного пятна на фильтров. бумаге	присутствие цинка в сплаве		
Осадок 1	$HNO_3(1:1)$	растворение осадка		раствор 5: Cu^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+}	

Раствор 5	конц. NH_3 , раствор NH_4Cl , 3% раствор H_2O_2	раствор приобретает синий цвет, осадка не образуется	возможно, присутствие в сплаве Cu и Ni , отсутствуют Fe , Mn	раствор 6: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, Ca^{2+} , Mg^{2+}	
Раствор 6	крист. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,	образуется желтоватый осадок	возможно присутствие Cu	раствор 9: Ni^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+}	осадок 9: Cu_2S
Осадок 9	3 М HNO_3	частичное растворение осадка	возможно присутствие Cu	раствор 10: Cu^{2+}	
Раствор 10	$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$	образование красно-бурого осадка	присутствие меди в сплаве		
Раствор 9	диметилглиок- сим	красный осадок не образуется	отсутствие никеля в сплаве		
Раствор 9	8-оксихинолин, 10%-ный NH_3	зеленого свечения в УФ не наблюдается	отсутствие магния в сплаве		
Раствор 9	H_2SO_4 (1:4)	образования характерных игльчатых кристаллов не наблюдается	отсутствие кальция в сплаве		

2.4. Вывод

Исследуемый образец представляет собой сплав на основе алюминия и меди и также содержащий цинк.

3. Обзор литературы

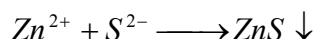
3.1. Методы определения цинка

Наилучший метод точного определения цинка состоит в осаждении его в виде сульфида из слабо серноокислых или муравьинокислых растворов с последующем превращением сульфида цинка в оксид или сульфат. Осаждение цинка в виде фосфата с последующем прокаливанием и взвешиванием в виде пирофосфата также является хорошим методом, но он широко не применяется. Титрометрические методы определения цинка менее точны, чем весовые, и могут применяться лишь для массового определения цинка.

3.1.1. Гравиметрические методы определения цинка

3.1.1.1. Осаждение в виде сульфида цинка

Перед осаждением цинка в виде сульфида следует удалить все элементы сероводородной группы. Осаждение можно проводить из слабо серноокислых и муравьинокислых растворов.



В обоих случаях желательное присутствие в растворе электролита, например сульфата аммония или роданида аммония, вследствие высаливающего действия таких солей. Наиболее подходящая концентрация водородных ионов для осаждения цинка лежит в интервале значений рН от 2 до 3. В более кислых растворах осаждение неполно, а в более щелочных растворах образуется трудно фильтруемый осадок. Во всех случаях следует помнить о возможности присутствия в осадке сульфида цинка редких элементов – таллия, индия и галлия.

Осаждение из 0,01 М (1/2 H₂SO₄) серноокислого раствора. Осаждение сульфида цинка из 0,01 М (1/2 H₂SO₄) по содержанию свободной серной кислоты раствора никогда не бывает совершенно полным вследствие растворимости осадка. Кроме того, осадок будет загрязнен железом, никелем и кобальтом, если эти элементы присутствовали в растворе. Потеря цинка не превышает нескольких десятых миллиграмма и может быть практически полностью устранена регулированием кислотности в начале осаждения таким образом, чтобы при последующем выделении кислоты при образовании сульфида цинка кислотность не поднялась выше 0,01 н. Загрязнение железом и другими элементами не может быть полностью устранено регулированием кислотности, поэтому осадки необходимо переосаждать один или несколько раз, в зависимости от количества подлежащих отделению примесей.

Осаждение из муравьинокислого раствора. Осаждение сульфидов цинка из растворов, содержащих свободную муравьиную кислоту, цитрат аммония и формиат аммония в качестве буферов для поддержания требуемой концентрации ионов водорода во время обработки сероводородом, оказалось особенно пригодным для определения цинка в присутствии больших количеств алюминия, например при анализе алюминиевых сплавов. Отделение цинка от марганца таким методом почти совершенное. Загрязнение сульфида цинка железом незначительное, но в тех случаях, когда содержание железа в растворе превышает 0,1 содержания цинка, следует прибавлять избыток муравьиной кислоты. Прибавление роданида аммония не улучшает отделения. Избыток муравьиной кислоты требуется также в присутствии никеля и кобальта, но однократное осаждение,

особенно в присутствии кобальта, не дает таких удовлетворительных результатов, как при отделении железа.

Осаждение в аммиачном растворе. Метод этот неудобен в тех случаях, когда определяются большие количества цинка, ввиду того что осадок получается трудно фильтруемым. Он применяется главным образом для отделения малых количеств цинка от магния и щелочноземельных металлов при анализе минералов и пород.

Обработка осадка сульфида цинка. Чистый осадок сульфида цинка можно:

1. прокаливанием превратить в окись цинка и взвесить как таковую;
2. превратить в сульфат цинка;
3. прокалить и взвесить в виде сульфида.

Последний способ наименее удобен.

Превращение в окись цинка. В первой стадии прокаливания осадка сульфида цинка он почти полностью превращается в сульфат цинка, разложение которого начинается около 675° и заканчивается приблизительно при 950° . Окись цинка очень мало улетучивается при 1000° , но ее не следует продолжать длительное время прокаливать при этой температуре и совсем нельзя прокаливать при более высоких температурах. Цинк может также улетучиваться и теряться при более низкой температуре, если прокаливание усиливают, когда углерод еще не весь выгорел, или ведут прокаливание в восстановленной атмосфере. Прокаленная окись цинка гигроскопична, и поэтому ее следует охлаждать над сильно высушивающими веществами, например над серной кислотой или фосфорным ангидридом. Взвешивать надо в плотно закрытом тигле.

Превращение в сульфат цинка. Многие аналитики предпочитают превращать сульфид цинка в сульфат. Эта операция не более точна и требует больше времени и работы, если соблюдать все необходимые меры предосторожности. Обычно влажный сульфид цинка помещают в стакан, покрытый часовым стеклом, растворяют в разбавленной соляной кислоте, раствор затем кипятят до удаления сероводорода и затем переносят в платиновый тигель и выпаривают с серной кислотой, прибавленной в небольшом избытке. Если сульфид цинка был сперва превращен в оксид, то обработку надо проводить разбавленной серной кислотой, причем очень осторожно, во избежание механических потерь. Сульфат цинка, полученный при выпаривании с серной кислотой, подобно образующимся таким образом сульфатам марганца и кадмия, упорно удерживает при прокаливании небольшое количество серной кислоты. Поэтому во избежание получения повышенных результатов, прокаленный остаток сульфата цинка следует охладить, смочить несколькими каплями воды, выпарить и снова прокалить при температуре около 500° C. Для проверки можно после взвешивания прокалить сульфат

цинка до оксида цинка. Ход превращения сульфата цинка в оксид и окончание этого процесса можно наблюдать по изменению окраски. Сульфат цинка имеет белый цвет, оксид же в горячем состоянии желтый.

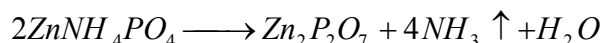
3.1.1.2. Осаждение в виде фосфата цинка

Определение цинка взвешиванием его в виде пиррофосфата является превосходным методом, но требует большого внимания при подготовке раствора к осаждению и при промывании осадка. Раствор не должен содержать значительных количеств солей щелочных металлов, если не имеется в виду двукратное осаждение. Перед осаждением раствор очень точно нужно сделать слабокислым, так фосфат цинка растворим в щелочах и сильных кислотах. Для осаждения не нужно применять фосфат натрия или калия, так как эти реактивы дают осадки, загрязненные натрием или калием. Следует применять 10%-ный раствор двузамещенного фосфата аммония:



Но его нельзя хранить продолжительное время и перед применением его надо привести к надлежащему составу, растворяя соль в воде, прибавляя фенолфталеин и затем раствор аммиака до появления розовой окраски. Для промывания осадка лучше всего применять горячий 1%-ный раствор двузамещенного фосфата аммония, приготовленный из того же тщательно нейтрализованного реактива. Потеря цинка в фильтрате и в промывных водах не должна превышать 0,1 или 0,2 мг.

После промывания тигель с осадком осторожно высушивают в радиаторе, очень медленно нагревают до удаления воды и аммиака и затем прокаливают приблизительно при 900° С до постоянной массы.

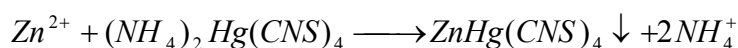


Взвешивают в виде $\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Осадок можно также высушить при 100-105° С и взвесить в виде ZnNH_4PO_4 , но этот метод хуже.

3.1.1.3. Осаждение цинка в виде роданомеркурата цинка

Осаждение цинка в виде белой комплексной соли $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ успешно применяется для определения от 1 до 100 мг цинка в некоторых материалах.

Осаждение можно проводить из нейтральных или слабокислых растворов, содержащих в 100 мл не более 1 мл соляной или азотной кислоты или 0,5 мл серной кислоты:



Осадок роданомеркуриата цинка слегка растворим в воде, спирте и эфире. Растворимость его в промывном растворе, содержащем очень малое количество осаждающего реагента, ничтожна, и то количество этого реактива, которое присоединяется к осадку с последней порцией промывного раствора, соответствует не более чем 0,02 мг цинка.

В присутствии некоторых элементов цвет выпадающего осадка сильно изменяется. Малые количества меди придают ему шоколадно-коричневый цвет (от еще меньших количеств меди он окрашивается в темно-фиолетовый цвет), а большие – темно-зеленую; в присутствии кобальта осадок принимает синий цвет, тем более интенсивный, чем больше кобальта. Изменяется цвет осадка и в присутствии никеля, железа (III) и железа (II).

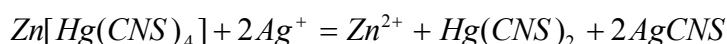
Осадок можно взвешивать непосредственно или растворять его в кислоте и определять содержание цинка косвенно, титруя в полученном растворе роданид-ионы иодатом калия или определяя их методом Фольгарда; прибавляя нитрат серебра в избытке и оттитровывая этот избыток раствором роданида.

Применению этого метода мешает сравнительно небольшое число веществ. Растворимые хлориды, сульфаты и нитраты натрия, калия, аммония, магния, кальция, стронция, бария, алюминия, свинца, мышьяка, сурьмы и олова не оказывают заметного влияния. Мешают определению медь, которая полностью осаждается, железо (II), кобальт, никель, марганец, висмут и кадмий, осаждающиеся частично. Серебро и ртуть осаждаются в виде роданидов и мешают весовому, но не объемному окончанию определения. Мешающее влияние ртути при весовом окончании можно избежать, прибавляя в избытке роданид ионы. Таким же образом можно уменьшить и мешающее влияние марганца, но не устранить его полностью.

Весовое окончание. После осаждения осадок промывают, переносят в тигель и затем высушивают 30 мин при температуре 105 – 110° С, охлаждают и взвешивают. Фактор пересчета осадка на цинк равен 0,1312.

Объемное окончание. 1. *Метод Фольгарда.* Полученный осадок промывают и затем растворяют в азотной кислоте (1:5), добавляют избыток нитрата серебра. После этого добавляют раствор железных квасцов и затем титруют. При достижении точки эквивалентности получаемая окраска при перемешивании раствора должна сохраняться 30 сек.

Происходящие реакции могут быть выражены следующими уравнениями:



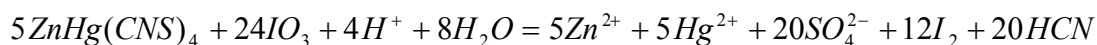
Избыток серебра связывается роданидом:



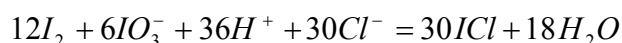
2. *Титрование иодатом калия.* Промытый осадок растворяют в разбавленной соляной

кислоте и титруют титрованным раствором иодата калия.

В первой части титрования идет реакция с выделением иода



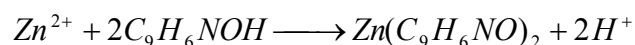
который окрашивает хлороформ, применяющийся в качестве индикатора. При дальнейшем добавлении иодата окрашивание исчезает, так как иод переходит в нерастворимый в хлороформе хлорид иода:



Всего на один атом цинка расходуется 6 молекул иодата калия. Максимальная окраска хлороформа достигается тогда, когда прибавляют 4/5 всего требуемого количества иодата. Уловив начало ослабления окраски хлороформа, можно приблизительно определить конечную точку титрования и подходить к ней с требуемой осторожностью. Концентрация соляной кислоты в растворе должна быть не ниже 12%-ной, иначе ICl будет разлагаться с выделением иода.

3.1.1.4. Осаждение цинка 8-оксихинолином

8-оксихинолин осаждает цинк (II) в виде желтого кристаллического осадка из уксуснокислых и щелочных растворов (в присутствии тартрат-ионов) в интервале pH 4,5 - 13,5.



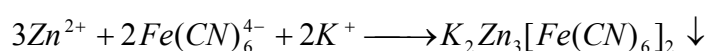
Оксихинолинат цинка $Zn(C_9H_6NO)_2 \cdot xH_2O$, высушенный при 100 - 105° С, содержит 1,5 моль воды, а при 130 - 140° С полностью теряет воду, переходя в гравиметрическую форму $Zn(C_9H_6NO)_2$; гравиметрический фактор равен 0,1850. При осаждении оксихиналината цинка из уксуснокислых растворов отделяют щелочные и щелочноземельные элементы; в щелочных растворах, содержащих тартрат-ионы, осаждению цинка не мешают Al (III), Cr (III), Fe (III), Pb (II), Bi (III), Sb (V), As (V), а также Co (II), Ni (II) и Mn (II), если их количества не превышают 50 мг в 100 мл раствора. Цинк можно отделить от магния осаждением из уксуснокислых растворов. Медь хорошо маскируется тиомочевинной. Так как растворимость 8-оксихиналината цинка очень низка, этот реагент можно использовать для микрогравиметрического определения цинка. При определении цинка получают удовлетворительные результаты при использовании

эмпирического гравиметрического фактора 0,1861 вместо теоретически рассчитанного 0,1850.

3.1.2. Титриметрические методы определения цинка

3.1.2.1. Гексацианоферратный метод

Гексацианоферратный метод заключается в образовании нерастворимого гексацианоферрата (II) калия и цинка $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$ при титровании солянокислого анализируемого раствора, содержащего цинк и хлорид аммония, титрованным раствором гексацианоферрата (II) калия.



Конечную точку титрования можно определять потенциометрически или при помощи внутреннего или внешнего индикатора.

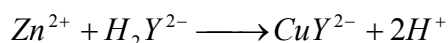
Титрования этим методом должны проводиться при одинаковых условиях: температуры (предпочтительно $70^\circ C$), кислотности (3 мл свободной соляной кислоты в общем объеме 200 мл), объема раствора (200 мл), количества хлорида аммония (полученного нейтрализацией 13 мл концентрированного раствора аммиака соляной кислотой) и скорости титрования (медленно, при постоянном перемешивании). Обычно применяющиеся индикаторы: 10%-ный раствор нитрата уранила в качестве внешнего индикатора и гексацианоферрат (III) калия с сульфатом железа (II) в качестве внутреннего индикатора. В последнем случае окраска раствора изменяется от бирюзово-синей до горохово-зеленой (гексацианоферрат (III) калия реагирует сперва с сульфатом железа (II), образуя синий гексацианоферрат (III) железа (II), а затем избыток гексацианоферрат (II), в конце титрования реагирует с окрашенным в синий цвет соединением, образуя гексацианоферрат (II) железа (II), вследствие чего цвет изменяется сначала до зеленого, потом до желто-зеленого.

Нитраты, окислители, большинство тяжелых металлов, кадмий, марганец и избыточные количества железа должны отсутствовать. Тяжелые металлы могут быть удалены кипячением с тиосульфатом натрия в разбавленном серноукислом растворе или добавлением к 0,5 – 1%-ному по содержанию свободной серной кислоты анализируемому раствору нескольких кусочков алюминия, кипячением в течении получаса, фильтрованием через фильтр, на дно которого положено несколько кусочков алюминия, и промыванием холодной водой. Ни одним из этих методов полного отделения кадмия не получается, и его надо удалять либо электролизом из раствора, либо осаждением

сероводородом. Железо и марганец отделяют осаждением аммиаком с бромом, перекисью водорода или персульфатом.

3.1.2.2. Комплексонометрический метод

Методы анализа с применением комплексонов являются не только наиболее распространенными методами определения макроколичеств ионов цинка, но и наиболее надежными, дающими вполне удовлетворительные результаты даже в присутствии ряда посторонних элементов. Чаще всего используется комплексонат III (ЭДТА). Ионы цинка образуют с ЭДТА бесцветный комплекс состава ZnY^{2-} .



При титровании ионов цинка ЭДТА в аммиачном буферном растворе с $pH = 10$ в присутствии индикатора эриохрома черного Т, причем изменение окраски в точке эквивалентности исключительно резкое (от винно-красной до чисто-синей). Условная константа устойчивости при этом составляет $7.0 \cdot 10^{11}$. Этим методом можно достаточно точно определить даже 0,5 мг цинка. Известно, что титрование ЭДТА в кислой среде (pH 4.8 – 5) имеет ряд преимуществ. В этом случае в качестве металлоиндикатора применяется 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола (ПАН). Условная константа комплекса – $1.1 \cdot 10^{10}$. С помощью ПАН можно определить цинк в присутствии щелочноземельных металлов, не взаимодействующих с ЭДТА в кислой среде. Вообще, определению цинка с ЭДТА мешают ионы многих элементов. Однако применяя соответствующие маскирующие средства, можно сделать определение цинка весьма селективным. KCN образует с некоторыми катионами II и III аналитических групп (Mg^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+}) устойчивые цианидные комплексы. Триэтанолламин является одним из веществ, применяемых для маскирования Fe^{3+} , Al^{3+} , следов Mn^{2+} . Фторид-ионы образуют с Al^{3+} , Tl^+ , Be^{2+} малодиссоциирующие соединения, а с ионами щелочноземельных металлов – осадки фторидов. $Na_2S_2O_3$ используется для маскирования меди.

3.2. Методы определения меди

3.2.1. Гравиметрические методы определения меди

Из гравиметрических методов определения меди наиболее точным является электролитический, однако его применение ограничивается необходимостью отделения мешающих ионов. Из практических реагентов следует отметить успешное применение

азот-кислородсодержащих соединений, таких, как оксихинолин, хинальдиновая кислота, салицилальдоксим, бензоимоксим и некоторые других.

3.2.1.1. Электролитический метод

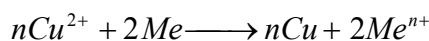
Гравиметрическое определение меди проводится путем электролитического выделения ее в виде металла на платиновом, ртутном, никелевом и латунном катодах различной конструкции. В качестве электролитов используют азотную, серную, соляную, фосфорную кислоты и их смеси: серная кислота в присутствии ЭДТА, смесь серной кислоты и сульфата аммония, цианидные растворы, содержащие сульфат аммония и этаноламин. Более полное осаждение меди в виде желтовато-красного осадка достигается при электролизе сернокислых растворов, содержащих небольшие количества азотной кислоты.

Определение меди в присутствии железа проводят путем электролиза азоткислого раствора или сернокислого раствора, содержащего избыток ЭДТА. Для этой цели также используют вибрирующий катод пористую фосфорную диафрагму, разделяющую анодное и катодное пространства. Точное и быстрое определение меди в присутствии больших количеств олово, сурьмы, свинца и алюминия проводят путем электролитического осаждения ее из фосфатных растворов. Метод рекомендован для анализа латуни, бронзы, сплавов на оловянной и алюминиевой основе.

В процессе электролиза при контролируемом потенциале происходит последовательное осаждение из исходного раствора меди, свинца, олова и сурьмы. Анализ ведут из солянокислого раствора, содержащего винную и янтарную кислоты и почти нейтрализованный аммиаком. В этих условиях сначала осаждается медь, затем свинец, после подкисления соляной кислотой – олово, и последней – сурьма (в присутствии HI в качестве восстановителя). Осаждение проводят на цилиндрических сетчатых платиновых электродах.

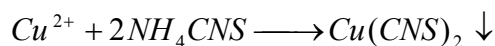
3.2.1.2. Использование неорганических осадителей

Методы определения меди, основанные на выделении ее в виде металла из растворов солей, относятся к числу наиболее старых. В качестве осадителей меди в этих методах используются более отрицательные, чем медь, металлы: железо, цинк, алюминий, кадмий, магний.

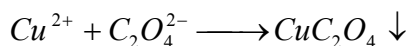


Тиокарбонат калия K_2CS_3 осаждает из нагретого до $80^\circ C$ раствора осадок CuS , который сушат при $100-110^\circ C$.

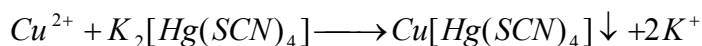
При определении меди в виде роданида рекомендуется сушить осадок при $160^\circ C$, так как разложение начинается только при $180^\circ C$.



В виде оксалата медь осаждают в присутствии уксусной кислоты и осадок сушат при $130^\circ C$.



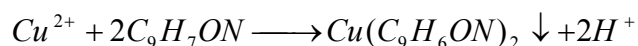
Разработан метод определения меди в виде тетрароданомеркурата $Cu[Hg(SCN)_4]$. Медь осаждают из нагретого до кипения раствора, содержащего серную или азотную кислоту, действием $K_2[Hg(SCN)_4]$.



Осадок высушивают при температуре $100-110^\circ C$ и взвешивают. Определению меди не мешают равные количества железа (III), алюминия, хрома (III), нитрат-, сульфат- и фосфат-ионы.

3.2.1.3. Использование органических осадителей

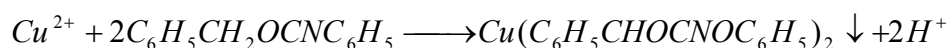
8-Оксихинолин осаждает медь в уксуснокислом, аммиачном и щелочном (содержащем виннокислые соли) растворах при pH 5,33 – 14,55.



Осадок, высушенный при $105-110^\circ C$, соответствует составу $Cu(C_9H_6ON)_2$; $f = 0,1808$. Показано, что оксихиналят меди $Cu(C_9H_6ON)_2 \cdot 2H_2O$ устойчив до $60^\circ C$, в то время как безводное соединение устойчиво до $300^\circ C$. Оксид меди получается при нагревании осадка до $500^\circ C$ в течение длительного времени или значительно быстрее при $700^\circ C$.

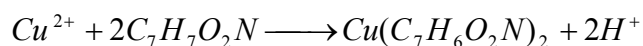
Оксихиналиновый метод дает возможность определять медь в присутствии многих металлов. В уксуснокислом растворе можно определять медь в присутствии бериллия, магния, кальция, кадмия, свинца, мышьяка и марганца. Осаждая медь оксихинолином из растворов, содержащих гидроксид и тартрат натрия, можно определять ее в присутствии алюминия, свинца, олова (IV), мышьяка (V), сурьмы (V), висмута, хрома (III), железа (III).

Медь осаждается спиртовым раствором **α -бензоиноксима** в слабоаммиачной среде в виде хлопьевидного зеленого осадка состава $Cu(C_6H_5CHOCNOC_6H_5)_2$.



Осадок высушивают при 105-110° С. Определение меди в аммиачном растворе, содержащем тартраты, возможно в присутствии железа, свинца и других катионов, осаждению которых препятствует винная кислота. Магний, марганец, кальций, кобальт, цинк и кадмий не мешают определению меди в аммиачной среде; алюминий и железо можно связать сегнетовой солью. Мешает определению никель.

Сальцилальдоксим осаждает медь в виде внутрикомплексного соединения $Cu(C_7H_6O_2N)_2$ в уксуснокислой среде, среде ацетатного буфера или ацетата аммония.



Влияние железа устраняют предварительным осаждением его аммиаком или маскируют введением винной кислоты; большие количества меди отделяют диметилглиоксимом. В кислой среде (рН 2,6 – 3,3) осаждается только медь (никель остается в растворе). Осадок сушат при 105° С и взвешивают. Преимуществом сальцилальдоксима перед бензоинноксимом является возможность осаждения меди в кислой среде, что позволяет одновременно отделить медь от ионов всех других металлов, кроме золота и палладия, образующих салицилальдоксиматы, растворимые в кислотах.

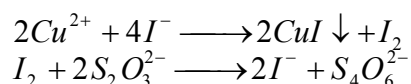
Медь (II) образует с **бигуанидином** и его производными окрашенные малорастворимые продукты реакции. Комплексы меди с реагентом образуются при добавлении к аммиачному раствору $CuSO_4$ фенолметилбигуадин. Полученный осадок растворим в разбавленной HCl, но малорастворим в воде.

1,10-Фенантролин и **2,2'-дипиридил** в присутствии роданид-ионов позволяют провести микрогравиметрическое определение меди. Выделяющиеся осадки имеют состав $Cu(C_{12}H_8N_2)_2(SCN)_2$ ($f = 0,1177$) и $Cu(C_{10}H_8N_2)(SCN)_2$ ($f = 0,1893$).

3.2.2. Титриметрические методы определения меди

3.2.2.1. Иодометрическое титрование

Иодометрический метод определения меди основан на взаимодействии иона меди (II) с избытком иодида калия и титрование выделившегося иода тиосульфатом.



На точность метода влияют рН, состав буферной смеси, присутствие роданида и других ионов. Замена иодида калия на иодид натрия не влияют на результаты титрования.

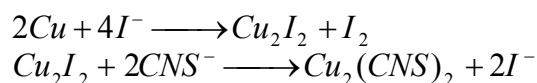
Определение меди иодометрическим методом возможно как в кислой, так и в нейтральной среде. В нейтральном растворе титрование идет медленнее и часто к концу

его вновь появляется окрашивание; результаты занижены по сравнению с результатами титрования в слабнокислых растворах. Для подкисления добавляют серную кислоту; присутствие небольших количеств соляной кислоты не мешает; в больших количествах возможно образование комплексных ионов с Cu(II).

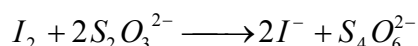
Иодометрическому определению меди мешают главным образом железо, а также мышьяк и сурьма. Влияние последних может быть устранено переводением в пентавалентную форму, практически не окисляющую иодид до иода в среде бифталата натрия при pH 3,5, поэтому при определении меди в присутствии железа, мышьяка и сурьмы должно поддерживаться оптимальное значение pH 3,2 – 4,0.

Конец иодометрического титрования в большинстве случаев устанавливают с помощью крахмала, применяемого в качестве индикатора. Предложено проводить иодометрическое определение меди в присутствии поливинилпирролидона, предотвращающего выпадение осадка Cu_2I_2 и устраняющего тем самым ошибки, связанные с адсорбцией иода на этом осадке и снижающего летучесть.

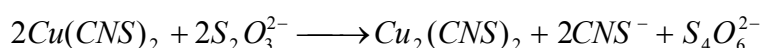
С целью удешевления иодометрического метода определения меди было предложено заменить иодид калия смесью иодида калия и роданида аммония. Их смесь готовят в пропорции 50 г NH_4CNS и 6 г KI на 1 л воды и добавляют к анализируемому раствору, в котором протекают реакции



в результате которых медь переходит в очень малорастворимое соединение $Cu_2(CNS)_2$ и на каждый атом меди выделяется атом свободного иода, который и оттитровывается тиосульфатом натрия



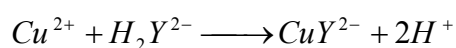
Если в растворе частично образуется роданид меди (II) $Cu(CNS)_2$, то он будет также оттитрован тиосульфатом натрия. И в этом случае на каждый атом меди будет расходоваться одна молекула тиосульфата натрия



а, следовательно, расход тиосульфата натрия будет одинаков.

3.2.2.2. Комплексометрическое титрование

Ионы меди образуют с ЭДТА комплексы голубого цвета с константой устойчивости $6,3 \cdot 10^{18}$ (ионная сила 0,1; 20° С).



Условия прямого титрования меди определяются выбранным металлоиндикатором. В присутствии мурексида, образующего комплекс с медью зеленовато-желтого цвета, титрование можно проводить на холоду при рН 6 (условная константа устойчивости комплексоната меди при этом рН равна $1,4 \cdot 10^{14}$). Определению мешают никель, кобальт, цинк, кадмий и марганец. Также определению не мешают небольшие количества щелочноземельных металлов.

Титрование в присутствии 1-(2-пиридилазо)-2-нафтола (ПАН) проводят в горячем растворе (70°C) при рН 5. Окраска раствора в конечной точке титрования изменяется из фиолетовой (цвет комплекса меди с ПАН) в зеленую (наложение желтой окраски ПАН и голубой окраски комплексоната меди). При рН 5 условная константа устойчивости комплексоната меди равна $2,2 \cdot 10^{12}$. Комплексометрическое определение меди с ПАН возможно в присутствии никеля, железа, цинка, серебра.

Пирокахетиновый фиолетовый применяют при прямом комплексометрическом титровании меди в уксуснокислом растворе рН 5,5 – 6,6; в конечной точке титрования наблюдается переход окраски из синей в чисто желтую.

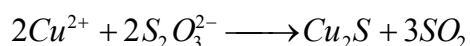
В щелочной среде при рН 10 медь можно титровать с использованием индикатора эриохромцианина R; в конечной точке титрования наблюдается переход окраски из фиолетовой в желтую.

3.3. Методы разделения меди и цинка

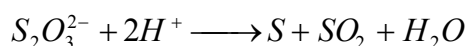
3.3.1. Методы выделения меди

3.3.1.1. Выделение меди тиосульфатом натрия

Реакция солей двухвалентной меди с тиосульфатом натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ протекает (без промежуточных фаз) по следующей схеме:

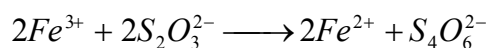


Избыточный тиосульфат разлагается присутствующей в растворе кислотой с выделением серы и сернистого газа:



Обычно восстановление проводят в сернокислых растворах, содержащих 3-4% (объем) H_2SO_4 . Можно также выделить медь тиосульфатом натрия из солянокислого раствора, содержащего около 5% (объем) HCl . Важно, чтобы в растворе отсутствовала азотная кислота, которая как окислитель препятствует восстановлению двухвалентной меди.

Тиосульфат восстанавливает присутствующее в растворе трехвалентное железо до двухвалентной формы:

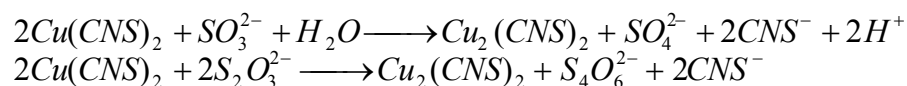


Железо восстанавливается раньше, чем начинается осаждение меди. Поэтому применяемое количество тиосульфата натрия должно быть достаточным как для восстановления всего содержащегося в растворе трехвалентного железа, так для осаждения всей меди. Но большого избытка тиосульфата следует избегать, чтобы в осадке не накопилось много серы, образующейся в процессе разложения тиосульфата.

Медь осаждают из кипящего раствора, что способствует быстрой коагуляции осадка сульфида одновалентной меди и серы. Кроме меди, тиосульфат осаждают серебро и висмут, а также мышьяк и сурьма. Металлы III и II аналитических групп (железо, цинк, никель, кальций и др.) в кислой среде тиосульфатом не осаждаются. Но железо при высоком содержании его частично адсорбируется осадком одновалентной меди, что необходимо учесть при последующем иодометрическом определении меди. Цинк также может частично осесть вместе с осадком, если осаждение проводится при более низкой концентрации кислоты, чем указано в методике.

3.3.1.2. Выделение меди роданидом аммония или калия

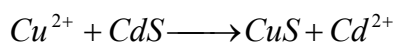
Роданиды щелочных металлов являются весьма специфическим реактивом для меди. В результате обменной реакции между солями двухвалентной меди и роданидом щелочного металла выпадает черный осадок роданида двухвалентной меди. Это легко разлагающаяся соль, значительно растворимая в разбавленных кислотах и воде. При действии восстановителя (например, сернистой кислоты или тиосульфата натрия) роданид двухвалентной меди переходит в роданид одновалентной меди:



Роданид одновалентной меди нерастворим в разбавленных кислотах. Этим методом медь количественно отделяется от цинка, никеля, кобальта, железа, марганца, мышьяка, кадмия, висмута, щелочных и щелочноземельных металлов. Серебро и ртуть осаждаются вместе с медью в виде соответствующих роданидов. Золото, селен и теллур под действием применяемого восстановителя выделяются в элементарном виде вместе с роданидом одновалентной меди.

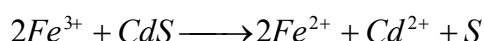
3.3.1.3. Выделение меди сульфидом кадмия

При добавлении к раствору двухвалентной меди суспензии сульфида кадмия выделяется сульфид меди:

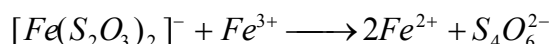


Эта реакция количественно протекает слева направо вследствие того, что растворимость сульфида меди ($K_s = 4,0 \cdot 10^{-38}$) несравненно меньше растворимости сульфида кадмия ($K_s = 7,1 \cdot 10^{-28}$).

Присутствующее в растворе трехвалентное железо восстанавливается сульфидом кадмия до двухвалентной формы:



Выделяющаяся при этом сера обволакивает частицы сульфида кадмия и препятствует их взаимодействию с ионами меди. Трехвалентное железо поэтому предварительно восстанавливают раствором тиосульфата натрия. К раствору соли меди добавляют раствор аммиака до появления исчезающей при перемешивании мути, которую растворяют, добавляя по каплям разбавленную серную или соляную кислоту. К слабокислоте раствору приливают по каплям 10 – 20%-ный раствор тиосульфата натрия, пока не перестанет появляться исчезающее при перемешивании фиолетовое окрашивание раствора. Появление фиолетового окрашивания объясняется образованием комплексного аниона $[Fe(S_2O_3)_2]^-$, который реагирует с ионами трехвалентного железа:

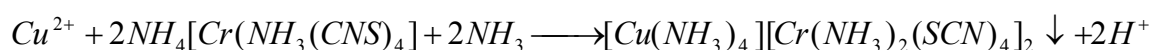


Когда все железо восстановлено, появление окрашивания при добавлении тиосульфата прекращается.

Сульфид кадмия отделяет медь от цинка, никеля, кобальта и других металлов I, II, III аналитических групп, но не от металлов V аналитической группы (мышьяка, сурьмы, олова, висмута, серебра и др.).

3.3.1.4. Выделение меди солью Рейнеке.

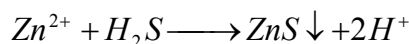
Соль Рейнеке – аммонийная соль диаминотетраароданохромиата $NH_4[Cr(NH_3)_2(CNS)_4] \cdot 2H_2O$ – такой же специфический реактив для меди, как диметилглиоксим для никеля. Эта соль выделяет медь в присутствии всех металлов, за исключением серебра и ртути.



3.3.2. Методы выделения цинка

3.3.2.1. Выделение цинка сероводородом

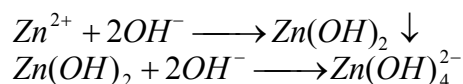
Осаждение цинка сероводородом можно производить из слабосернокислой среды, а также из уксусно- или муравьинокислой среды (по опыту, сульфид цинка лучше фильтруется, если выделен из минеральнокислой среды):



Медь, висмут, кадмий и другие металлы, осаждаемые сероводородом в кислой среде, должны быть предварительно выделены тиосульфатов натрия, роданидом калия или аммония, если содержится только медь, или сероводородом из кислой среды, когда анализируемый раствор содержит и другие металлы этой группы.

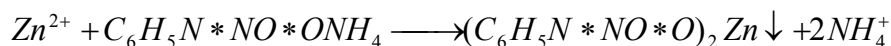
3.3.2.2. Выделение цинка едким натром

Прибавляя едкий натр, можно отделить ионы элементов, гидроокиси которых растворимы в сильнощелочной среде, в том числе и гидроксид цинка. К недостатку метода относится необходимость переосаждения, т. к. осадки гидроокисей захватывают большие количества Zn^{2+} . Используя этот метод можно отделить ионы Cu^{2+} от ионов Zn^{2+} , т. к. $\text{Cu}(\text{OH})_2$ не растворяется в растворах щелочей.

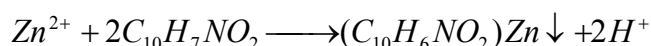


3.3.2.3. Выделение некоторыми органическими реагентами

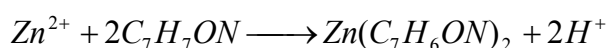
Отделение купфероном ведется из кислых растворов. При этом осаждаются ионы трехвалентного железа, олова. В менее кислых средах осаждаются Cu^{2+} , Mo^{6+} , Bi^{3+} . Цинк при этом остается в растворе.



При осаждении хинальдиновой кислотой ионы Cu^{2+} можно осадить при pH 0,72, отделить осадок и при повышении pH до 1,2 осадить хинальдинат цинка.



При использовании в качестве осадителя сальцилальдоксима из слабокислой среды в присутствии индикатора метилового оранжевого реагентом осаждаются ионы меди, увеличивая pH до 7,1 – 8, осаждаются ионы цинка:

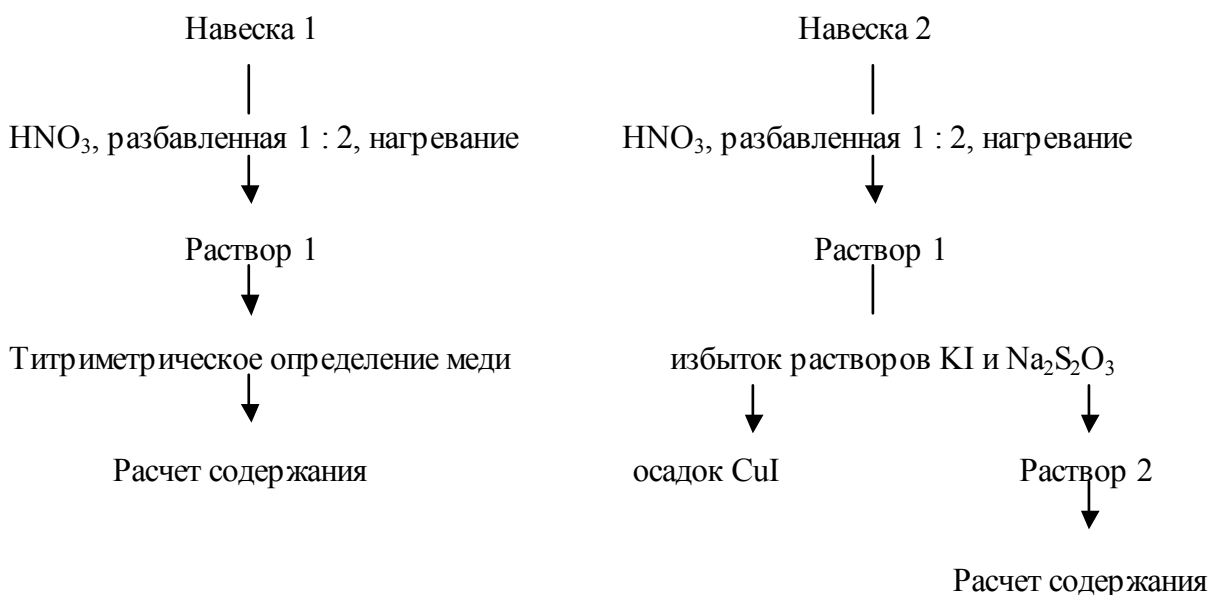


3.4. Выводы

На основе данных литературного обзора было решено проводить титриметрическое определение меди и гравиметрическое определение цинка. Для определения меди будем использовать иодометрическое титрование, т. к. это наиболее простой и достаточно точный метод. Для осаждения цинка выбран 8-оксихинолин, т. к. в данном случае осадок легко отделяется от примесей промыванием, осаждаемая форма легко переходит в гравиметрическую и значение гравиметрического фактора достаточно мало.

4. Количественный анализ

4.1. Схема количественного анализа



4.2. Расчет и результаты взвешивания навески образца

Согласно паспортным данным, анализируемый сплав содержит приблизительно 50% меди, 45% алюминия и 5% цинка.

Массу навески 1 для титриметрического определения меди берут из расчета, что концентрация меди в 200 мл полученного раствора будет составлять приблизительно 0,05М.

$$m_{\text{навески}1} = \frac{V_{\text{раствора}} \cdot C_{\text{Cu}} \cdot M_{\text{Cu}}}{\omega_{\text{Cu}}} = \frac{200,00\text{мл} \cdot 0,05\text{М} \cdot 63,54\text{г} / \text{моль}}{1000 \cdot 0,5} = 1,2708\text{г}$$

Масса бюкса со сплавом = 11,6802г

Масса пустого бюкса = 10,4797г

Масса навески 1 = Масса бюкса со сплавом – Масса бюкса = 11,6802г – 10,4797г = 1,2005г

Массу навески 2 для гравиметрического определения цинка берут из расчета, что масса полученной после прокаливании гравиметрической формы $Zn(C_9H_6NO)_2$ будет составлять приблизительно 0,1 г.

$$m_{\text{навески}2} = \frac{m_{Zn(C_9H_6NO)_2} \cdot F}{\omega_{Zn}} = \frac{0,12 \cdot 0,1861}{0,05} = 0,37222$$

Масса пустого бюкса = 10,4468 г

Масса навески 2 = Масса бюкса со сплавом – Масса бюкса = 10,8194г – 10,4468г = 0,3726г

4.3. Растворение образца

Реагенты

Азотная кислота, HNO_3 , разбавленная 1 : 2.

Растворение

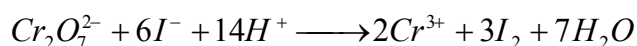
Точную навеску сплава переносят во влажный стакан вместимостью 300 мл, добавляют 60 мл HNO_3 , закрывают стакан часовым стеклом и нагревают на песочной бане до полного растворения сплава. Ополаскивают стекло из промывалки и выпаривают раствор досуха. Стакан охлаждают, добавляют к сухому остатку 30 мл 2 М H_2SO_4 и 4 – 5 мл концентрированной H_2SO_4 и выпаривают на песочной бане до прекращения выделения белых паров. Стакан снимают с песочной бани и охлаждают на воздухе. Остаток растворяют в воде (около 20 мл). Если остается нерастворимый остаток, его отфильтровывают. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200,00 мл, разбавляют до метки водой и хорошо перемешивают.

4.4. Титриметрическое определение меди в сплаве

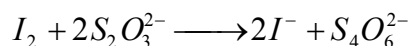
4.4.1. Стандартизация раствора тиосульфата натрия по дихромату калия

Титровать тиосульфат непосредственно дихроматом калия нельзя, так как он реагирует со всеми сильными окислителями нестехиометрично. Поэтому применяют

метод замещения, вначале используя стехиометрическую реакцию между дихроматом и иодидом:



Иод, выделившийся в эквивалентном дихромату количестве, оттитровывают стандартным раствором тиосульфата:



0,0359 М (1/6 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) стандартный раствор дихромата калия приготовлен по точной навеске.

Реагенты

Дихромат калия, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 0,0359 М (1/6 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) стандартный раствор.

Серная кислота, H_2SO_4 , 1 М раствор.

Иодид калия, KI , 5%-ный раствор.

Крахмал, свежеприготовленный 1%-ный раствор.

Тиосульфат натрия, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0,05 М раствор.

Выполнение определения

В бюретку наливают раствор тиосульфата, и закрывают бюретку трубкой с натронной известью. В коническую колбу для титрования вместимостью 200 – 250 мл вносят мерным цилиндром 10 мл серной кислоты, 10 мл раствора иодида калия (раствор должен оставаться бесцветным) и пипеткой 10,00 мл раствора дихромата калия. Оставляют стоять 3 – 5 мин в темном месте, покрыв часовым стеклом. Затем в колбу добавляют 100 мл воды и быстро титруют раствором тиосульфата до бледно-желтой окраски раствора. Добавляют 1 – 2 мл раствора крахмала и продолжают титрование при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски раствора.

Результаты титрования

V раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, мл

7,10

7,15

7,15

ср: 7,13

$$C_{\text{раствораNa}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{C_{\text{раствораK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{раствораK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{раствораNa}_2\text{S}_2\text{O}_3}} = \frac{0,0359\text{M} \cdot 10\text{мл}}{7,13\text{мл}} = 0,0504\text{M}$$

4.4.2. Определение меди в сплаве

Реагенты

Серная кислота, H_2SO_4 , 2 М раствор, концентрированная с плотностью 1,84.

Тиосульфат натрия, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, 0,0504 М стандартный раствор.

Иодид калия, KI, 5%-ный раствор.

Крахмал, свежеприготовленный 1%-ный раствор.

Выполнение определения

Заполняют бюретку раствором тиосульфата и закрывают трубкой с натронной известью. В колбу для титрования вместимостью 100 мл вносят пипеткой 10,00 раствора сплава, 2 мл 2 М H_2SO_4 , 30 мл раствора KI и титруют раствором тиосульфата до желтой окраски суспензии. Затем добавляют несколько капель крахмала и продолжают медленно титровать до белого цвета суспензии. Рассчитывают содержание меди в сплаве в процентах.

Результаты титрования

V раствора $Na_2S_2O_3$, мл

9,50

9,55

9,55

ср: 9,53

$$C_{\text{раствора } Cu^{2+}} = \frac{V_{\text{раствора } Na_2S_2O_3} \cdot V_{\text{раствора } Na_2S_2O_3}}{V_{\text{раствора } Cu^{2+}}} = \frac{0,0504 M \cdot 9,53 \text{ мл}}{10 \text{ мл}} = 0,0480 M$$

$$\omega_{Cu} = \frac{M_{Cu} \cdot C_{\text{раствора } Cu^{2+}}}{5 M_{\text{навески}}} \cdot 100\% = \frac{63,54 \text{ г/моль} \cdot 0,0480 M}{5 \cdot 1,2005 \text{ г}} \cdot 100\% = 50,81\%$$

4.5. Гравиметрическое определение цинка

4.5.1. Отделение меди

Раствор помещают в стакан емкостью 200 мл; к раствору прибавляют 4 мл 1 М H_2SO_4 , 60 мл иодида калия и избыток $Na_2S_2O_3$ (\approx 16 мл 0,05 М раствора). Выпавший CuI отфильтровывают через воронку, в горлышко которой вложен клочок ваты, а сверху находился мелко нарезанный фильтр; фильтруют горячий раствор, фильтрат охлаждают до комнатной температуры и используют для гравиметрического определения цинка.

4.5.2. Определение цинка

Доведение тигля до постоянной массы

Масса тигля: 11,5255г

11,5253г

11,5252г

Расчет количества осадителя

$$m_{\text{НОx}} = 2 \cdot \frac{m_{\text{навески}} \cdot \omega_{\text{Zn}}}{M_{\text{Zn}}} \cdot M_{\text{НОx}} = 2 \cdot \frac{0,3726 \text{ г} \cdot 0,05}{65,37 \text{ г/моль}} \cdot 145,17 \text{ г/моль} = 0,0827 \text{ г}$$

$$V_{\text{раствораНОx}} = \frac{m_{\text{НОx}}}{\omega_{\text{НОx}} \cdot \rho_{\text{раствораНОx}}} = \frac{0,0827 \text{ г}}{0,05 \cdot 1 \text{ г/мл}} = 1,6549 \text{ мл}$$

Для полного осаждения берем двукратный избыток осадителя ≈ 3 мл.

Реагенты

8-оксихинолин, 5%-ный спиртовой раствор.

Аммиачный раствор, NH_4OH , 25%-ный раствор.

Индикатор метиловый красный, 0,1%-ный раствор.

Винная кислота, $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$, крист.

Выполнение определения

В исследуемый раствор добавляют 5 г винной кислоты, 5 – 7 капель индикатора и добавляют раствор аммиака до желтой окраски раствора. Затем разбавляют водой до 100 мл и осаждают на холоду раствором 8-оксихинолина. Раствор с осадком нагревают 30 – 40 мин, полученный осадок отфильтровывают в стеклянный тигель с фильтрующим дном и промывают на фильтре горячей водой до бесцветных промывных вод. Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при 130 - 140° С до постоянной массы.

Результаты взвешивания

Масса тигля с $\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2$, г

11,6386

11,6311

11,6305

11,6302

11,6301

$$\begin{aligned} \text{Масса } \text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2 &= \text{Масса тигля с } \text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2 - \text{Масса тигля} = 11,6301 \text{ г} - 11,5252 \text{ г} = \\ &= 0,1049 \text{ г} \end{aligned}$$

$$\omega_{\text{Zn}} = \frac{m_{\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2} \cdot F}{m_{\text{навески}}} = \frac{0,1049 \text{ г} \cdot 0,1861}{0,3726 \text{ г}} \cdot 100\% = 5,24\%$$

5. Выводы

На основе проведенного качественного и количественного анализа исследуемого объекта можно сделать следующие выводы:

- исследуемый объект представляет собой сплав на основе меди и алюминия, содержащий также цинк;
- содержание в сплаве меди и цинка составляет соответственно 50,81% и 5,24%.

6. Список используемой литературы

1. Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. М.: Госхимиздат, 1957, 1016 с.
2. Подчайнова В.И., Симонова Л.Н. Аналитическая химия элементов. Медь. М.: Наука, 1990. 278 с.
3. Живописцев В.П., Селезнева Е.А. Аналитическая химия цинка. М.: Наука, 1975. 197 с.
4. Файнберг С.Ю., Филиппова Н.А. Анализ руд цветных металлов. М.: Металлуриздат, 1963. 871 с.
5. Кольтгоф И.М., Сендел Е.Б. Количественный анализ. М.-Л.: Госхимиздат, 1948. 824 с.