

**Московский государственный университет  
им. М. В. Ломоносова**

**Химический Факультет**

**Зачетная задача по аналитической химии**

**Студента 207 группы XXXXXX Х.Х.**

**Преподаватель XXXXXX Х.Х.**

**Москва 2001**

## Оглавление.

### I. Цель работы.

### II. Качественный анализ.

Выводы.

### III. Литературный обзор.

#### 1. Разделение меди и цинка.

а) Метод с тиосульфатом натрия.

б) Метод с сероводородом.

в) Метод с иодидом калия.

г) Маскирование.

#### 2. Количественное определение цинка.

а) Гравиметрические методы.

Осаждение неорганическими реагентами.

Осаждение органическими реагентами.

б) Титриметрические методы.

#### 3. Количественное определение меди.

а. Титриметрические методы.

б. Гравиметрические методы.

#### 4. Вывод.

### IV. Экспериментальная часть.

а) Определение меди:

1. Расчёт массы навески.

2. Взятие навески.

3. Растворение медной латуни и определение меди.

б) Определение цинка:

1. Расчёт массы навески.

2. Взятие навески.

3. Растворение медной латуни.

4. Маскирование меди тиомочевинной, гравиметрическое определение цинка.

5. Результаты взвешивания.

### V. Выводы.

### VI. Список литературы.

**I.Цель работы:** Качественный анализ образца и количественное определение в нём двух элементов из числа присутствующих методами гравиметрического и титриметрического анализов.

## II. Качественный анализ.

Полученный образец - стружки золотисто-желтого цвета с металлическим блеском, при растворении в концентрированной азотной кислоте дающие голубой раствор. По всей видимости это сплав меди.

Ход качественного анализа сплава представлен в таблице 1.

Исследуемый объект	Реагент, действие	Раствор	Наблюдение	Выводы
<u>Часть сплава</u>	Нагревание с конц. $\text{HNO}_3$		<u>Раствор 1</u> сразу приобрёл зелёную окраску, которая перешла в голубую после охлаждения	Возможно присутствие меди
<u>Раствор 1</u>	25% $\text{NH}_3$ , Добавление 1-2 капли		Раствор приобрёл ярко синюю окраску	Сплав содержит медь
<u>Часть сплава</u>	Сначала растворяют часть стружек в 10 каплях 6M $\text{HNO}_3$ , а затем добавляют 20-25 капель конц. $\text{HNO}_3$ , нагревают до полного растворения сплава.	<u>Раствор 2</u> может содержать Cu, Zn, Ni, Cd, Fe, Mn, Al, Pb, Sn, Sb	Осадок не выпал	Отсутствуют Sn и Sb
<u>Раствор 2</u>				
$\text{Ni}^{2+}$	Диметилглиоксим		Осадок алого цвета не выпал	Никель в сплаве отсутствует
$\text{Fe}^{3+}$	$\text{NH}_4\text{CNS}$		Смесь окрасилась в красный цвет	Есть $\text{Fe}^{3+}$
$\text{Cd}^{2+}$	Дифенилкарбазид		Раствор не стал красным	Нет $\text{Cd}^{2+}$
$\text{Zn}^{2+}$	Дитизон		Фаза дитизона окрасилась в малиновый цвет	Есть $\text{Zn}^{2+}$
$\text{Mn}^{2+}$	$\text{NaBiO}_3$		Появилась малиновая окраска	Есть $\text{Mn}^{2+}$
$\text{Al}^{3+}$	Ализарин		Выпал красный	Есть $\text{Al}^{3+}$

			хлопьевидный осадок	
<u>Раствор 2</u>	I <sup>-</sup>		Выпал жёлтый осадок	Есть Pb <sup>2+</sup>
<u>Раствор 2</u>	HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<u>Раствор 3</u> возможно содержит Sb, Sn		
<u>Раствор 3</u>	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> и NaOH	<u>Раствор 4</u> может содержать Sn	Выпал зелёно-серый осадок (образовался <u>ос.1</u> и <u>р-р 4</u> )	
<u>Осадок 1</u>	HNO <sub>3</sub>	<u>Раствор 5</u>	Осадок растворился	Sb нет
<u>Раствор 4</u>	NH <sub>4</sub> Cl		Осадок не выпал	
<u>Раствор 5</u>	NH <sub>3</sub> , NH <sub>4</sub> Cl, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		Осадок не выпал	Sn нет

### **Выводы.**

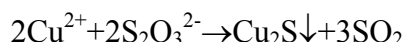
Проведённый качественный анализ даёт основания считать, что в сплаве содержится: медь, цинк, железо, свинец, марганец, алюминий. Макрокомпоненты - медь и цинк, микрокомпоненты – железо, свинец, марганец, алюминий. Таким образом этот сплав является латунию.

### **III. Литературный обзор.**

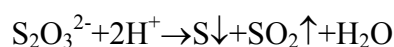
#### **1) Разделение меди и цинка.**

##### **а) Метод с тиосульфатом натрия.**

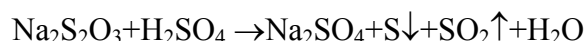
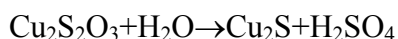
Реакция солей двухвалентной меди с тиосульфатом натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  протекает по следующей схеме:



Избыток тиосульфата разлагают присутствующими в растворе кислотами с выделением серы и сернистого газа:



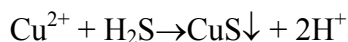
При прибавлении тиосульфата к холодному сернокислому (или солянокислому) раствору солей двухвалентной меди выпадает двойная соль  $3\text{Cu}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , которая при кипячении раствора разлагается следующим образом:



Металлы III и II аналитической групп (железо, цинк, никель, кальций и др.) в кислой среде тиосульфатом натрия не осаждаются.

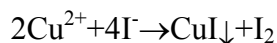
##### **б) Метод с сероводородом.**

Медь осаждается сероводородом в кислой среде в виде сульфида, причём полного осаждения из горячего раствора ( $90^\circ\text{C}$ ) можно достигнуть при использовании 2М, а из тёплого раствора ( $40^\circ\text{C}$ ) - 4М соляной кислоты. При взаимодействии сероводорода и  $\text{Zn}^{2+}$  сульфид цинка нерастворим только в слабокислой среде, а в сильнокислой - растворяется. В нашем случае осаждение необходимо проводить при высокой концентрации ионов водорода, и таким образом мы можем отделять медь от цинка.

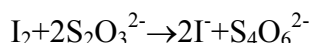


##### **в) Метод с использованием раствора иодида калия.**

При взаимодействии раствора КJ с раствором, содержащим ионы  $\text{Cu}^{2+}$  происходит осаждение практически не растворимого осадка иодида меди (I)



Выделившийся иод титруют раствором тиосульфата натрия:



### г) Маскирование.

Разделение меди и цинка можно осуществить и без непосредственного отделения одного из ионов из раствора, то есть методом маскирования. Для этого можно использовать такие реагенты, как тиосульфат натрия, а также тиомочевину, триэтаноламин, тирон, 2,3-димеркаптопропанол, аскорбиновую кислоту, тартрат-ион и др.

## 2) Количественное определение цинка

### а) Гравиметрические методы

Для гравиметрического определения цинка применяют осаждение неорганическими реагентами (в виде двойного цинкаммонийфосфата, роданомеркуриата, карбоната и сульфида цинка из слабокислых сред, из щелочных растворов - осаждение тиацетамидом), осаждение органическими реагентами (в виде 8-оксихинолината, антранилата в уксуснокислой среде, из щелочных растворов можно проводить осаждение оксихинолином).

### Осаждение неорганическими реагентами.

**Цинкаммонийфосфат**  $ZnNH_4PO_4$  осаждается количественно из сред, близких к нейтральным. Последующее прокаливание выделенного осадка до весовой формы - пирофосфата цинка - является одним из лучших гравиметрических методов его определения.

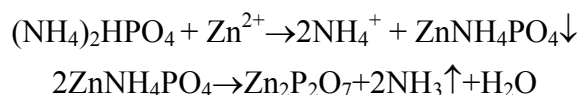
Анализируемый раствор перед осаждением не должен содержать значительных количеств солей щелочных металлов и быть слабокислым, так как фосфат цинка растворим в щелочах и сильных кислотах. Для осаждения применяют 10%-ный раствор  $(NH_4)_2HPO_4$ . При использовании  $Na_2HPO_4$  или  $Na_2NH_4PO_4$  из осадка  $ZnNH_4PO_4$  трудно вымываются ионы  $Na^+$ . При осаждении цинкаммоний-фосфата оптимальное значение  $pH=6.6$ .

Исследуемый раствор должен быть свободен от ионов, образующих нерастворимые фосфаты, например  $Cd^{2+}$  или  $Bi^{3+}$ , и от легко гидролизующихся ионов.

При комнатной температуре фосфорно-амонийная соль цинка осаждается в виде пластинок или призм. Для промывания осадка лучше всего применять горячий 1%-ный раствор двузамещенного фосфата аммония,

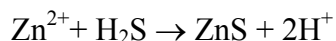
предварительно нейтрализованный. Потеря  $Zn^{2+}$  в фильтрате и промывных водах не превышает 0.1—0.2 мг. При содержании цинка 20-200 мг ошибка определения изменяется в пределах  $\pm 3\%$ .

Разложение  $ZnNH_4PO_4$  начинается при  $350^\circ C$  и полностью заканчивается при  $520^\circ C$ . Гравиметрическая форма при определении цинка - пирофосфат цинка  $Zn_2P_2O_7$ .



**Роданомеркурат цинка**  $Zn[Hg(SCN)_4]$  количественно осаждается из нейтральных или слабокислых растворов. Осадок роданомеркурата цинка слегка растворим в воде, спирте и эфире. Применению этого метода мешают ионы  $Cu^{2+}$ , которые также полностью осаждаются при использовании данного реагента, а  $Fe^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$  и  $Cd^{2+}$  осаждающиеся частично. Ионы  $Ag^+$  и  $Hg^{2+}$  осаждаются в виде роданидов и мешают определению. Мешающее влияние  $Hg^{2+}$  можно устранить, если прибавить роданид-ионы в избытке, этим же способом можно уменьшить мешающее влияние  $Mn^{2+}$ .

**Сероводород** количественно осаждает ионы цинка в виде  $ZnS$  из сернокислых или муравьинокислых растворов при  $pH=2-3$ . В более кислых растворах возможно неполное осаждение, а в щелочных - образование гелеобразных осадков.



При осаждении сульфида цинка из сернокислых растворов ( $0,01M H_2SO_4$ ) необходимо учитывать возможность загрязнения осадка  $Fe$ ,  $Ni$  и  $Co$ , если они присутствуют в растворе, поэтому осадок необходимо 2-3 раза переосаждать.

Ионы  $Tl^+$  и  $Ga^{3+}$  образуют осадки вместе с  $Zn^{2+}$ . Двукратным осаждением при наличии муравьиной кислоты можно вести определение  $Zn^{2+}$  в присутствии большого количества  $Ni^{2+}$ , отделение от  $Co^{2+}$  происходит плохо.

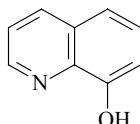
Осадок сульфида цинка  $ZnS$ , полученный тем или иным методом, прокаливанием переводят в окись цинка или превращают в сульфат, реже прокаливают и взвешивают в виде сульфида. Гравиметрический метод с осаждением  $Zn^{2+}$  в виде сульфида в настоящее время утратил свое первостепенное значение.

Предпочтительнее вести осаждение тиацетамидом из щелочных растворов. При этом выделяется хорошо фильтрующийся осадок  $ZnS$ .

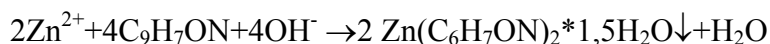


## Осаждение органическими реагентами.

### Осаждение 8-оксихинолином



8-Оксихинолинат цинка осаждается при pH 4.6-13.4 в виде зеленовато-желтого кристаллического осадка, который при высушивании до 100°C имеет формулу  $Zn(C_6H_7ON)_2 \cdot 1,5H_2O$ :

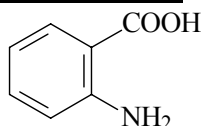


При температуре 130-140°C происходит отщепление кристаллизационной воды и образование гравиметрической формы  $Zn(C_6H_7ON)_2$ .

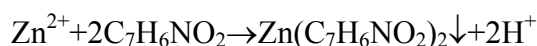
Осаждение цинка оксихинолином чаще ведут в слабнокислых (минеральных) или в уксуснокислых растворах, реже - в щелочных растворах.

Осаждение оксихинолином в растворе NaOH позволяет отделить  $Zn^{2+}$  от  $Al^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Sb^{5+}$  и  $Bi^{3+}$ , если общая их концентрация не превышает 200 мг в 100 мл раствора. Этим методом можно осадить оксихинолинат цинка даже в присутствии  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ , если их концентрация не более 50 мг в 100 мл раствора, в противном случае необходимо переосаждение.

### Осаждение антралиновой кислотой.



Антралинат цинка осаждается в присутствии ионов щелочных и щелочноземельных металлов в уксуснокислой среде. Другие ионы должны отсутствовать, pH среды - не менее 3.76, наибольшая полнота осаждения достигается при pH 4.72.



Цинкантралинат выделяется в виде белого кристаллического порошка, из разбавленных растворов - в виде шестигранных пластинок состава  $Zn(C_7H_6NO_2)_2$ . Возможно осаждение от 10 до 100 мг Zn.

## б) Титриметрические методы.

### Комплексометрический метод.

Методы анализа с применением комплексонов являются не только наиболее распространенными методами определения макроколичеств ионов

цинка, но и надежными, дающими вполне удовлетворительные результаты даже в присутствии ряда посторонних элементов. Согласно методике,  $Zn^{2+}$  титруют комплексоном III (ЭДТА) в аммиачном буферном растворе с pH 10 в присутствии индикатора эриохрома чёрного Т, с очень резким изменением окраски в точке эквивалентности.

1 мл 0,05 М раствора комплексона III соответствует 3.269 мг Zn. В качестве металлоиндикаторов при комплексонометрическом определении  $Zn^{2+}$  можно применять различные красители - производные эриохрома чёрного Т, также используемые как индикаторы на  $Mg^{2+}$ . При титровании в щелочных растворах пригоден пирокатехиновый фиолетовый.

#### **Определение цинка с использованием маскирующих средств.**

Для маскирования посторонних ионов в настоящее время используют такие вещества, как цианид и иодид калия, триэтаноламин, торон, 2,3-димеркаптопропанол, тиосульфат, аскорбиновую кислоту, тартрат-ион и др.

В качестве маскирующего реагента при определении  $Zn^{2+}$  часто применяют  $Na_2S_2O_3$ . Возможно определение  $Zn^{2+}$  в присутствии  $Cu^{2+}$ , маскируя последнюю определенным количеством тиосульфат-ионов. В противном случае маскируется и сам цинк. В качестве индикатора в этом случае используют ПАН.

Предложено определение ионов  $Zn^{2+}$  и  $Cu^{2+}$  в одной пробе при совместном присутствии.

Сначала определяют сумму ионов обратным титрованием первоначально взятого избытка комплексона III раствором  $ZnSO_4$  по ксиленоловому оранжевому, затем в оттитрованный раствор вводят определенное количество сухого  $Na_2S_2O_3$  и выделившийся комплексон III титруют раствором  $ZnSO_4$ , при pH=5.7-6, определив тем самым содержание меди.

Количество цинка находят по разности. Ошибка определения составляет 0.2-1.5%. Ионы  $Cu^{2+}$  можно также маскировать восстановлением аскорбиновой кислотой или КJ.

#### **Титрование оксихинолината цинка.**

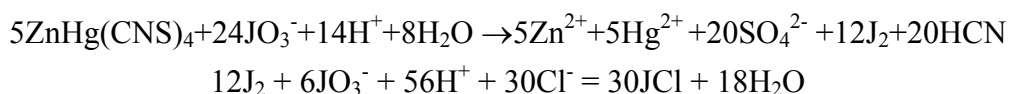
Первоначально исследуемый раствор обрабатывают раствором 8-оксихинолина до полного осаждения соли. Затем ее отфильтровывают и обрабатывают раствором бромата калия.

Избыток бромат ионов оттитровывают стандартным раствором иода до появления светло-желтой окраски. Метод не очень удобен так как в месте с оксихинолинатом цинка осаждаются и оксихинолинаты других металлов (меди, алюминия, магния и др.).

#### **Титрование роданомеркурата цинка.**

Сначала получают нерастворимый  $ZnHg(CNS)_4$  реакцией с

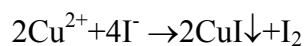
роданомеркуратом аммония. Затем осадок отфильтровывают и титруют стандартным раствором иодата калия с добавлением хлороформа в качестве индикатора. Титрование проходит в две стадии. На первой стадии выделяется молекулярный иод и окрашивает органический слой. При дальнейшем титровании окраска исчезает, так как иод переходит в нерастворимый в хлороформе  $\text{JCl}$ . Таким образом, по началу исчезновения окраски органического слоя определяется конечная точка титрования. Концентрация соляной кислоты должна быть не ниже 12%, в противном случае хлористый иод будет разлагаться до реакции иода с иодатом. Медь отделяют предварительно в виде роданида.



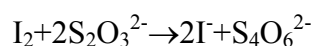
### 3) Количественное определение меди

#### а) Титриметрические методы

**Иодометрический метод** основан на реакции восстановления иодидом калия двухвалентной меди до одновалентной формы, при этом выпадает практически нерастворимый иодид меди и элементарный иод:



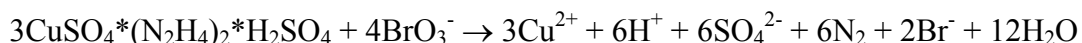
Выделившийся иод титруют раствором тиосульфата натрия:



Иодометрическому определению меди мешает присутствие окислителей, которые выделяют иод из иодида калия (например, соли трёхвалентного железа). В нашем случае этим можно пренебречь, т.к. концентрация  $\text{Fe}^{3+}$  очень мала. Никель, кобальт, кадмий, цинк, железо, и многие другие металлы, которые не осаждаются тиосульфатом в кислой среде также не мешают определению меди.

#### **Титрование $\text{CuSO}_4 \cdot (\text{N}_2\text{H}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$**

Выделяют медь серноокислым гидразином в виде очень мало растворимой соли  $\text{CuSO}_4 \cdot (\text{N}_2\text{H}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ . Осадок титруют стандартным раствором бромата.



В качестве индикатора применяют тропеолин 00, фуксин, или тимоловый синий. Переход окраски индикатора очень четкий.

**Комплексонометрический метод** определения основан на способности меди образовывать прочный комплекс с комплексоном III.

Комплексонометрическое титрование меди можно проводить с разными

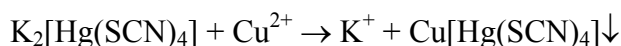
индикаторами: ПАН; мурексид; 7-(2-пиридилазо)-8-оксихинолин, и другие .

Комплекс меди с мурексидом окрашивает раствор в жёлтый или жёлто-зелёный цвет. Когда вся медь оттитрована, раствор окрашен мурексидом в вишнёво-розовый или лиловый цвет. На оттенок окраски раствора влияет цвет комплексоната меди с комплексоном III, и тем сильнее, чем выше концентрация меди. Переход окраски в эквивалентной точке очень чёткий.

## б) Гравиметрические методы.

### Метод определения меди в виде тетрароданомеркурата меди $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ .

Медь осаждают, из нагретого до кипения раствора содержащего серную или азотную кислоту, действием  $\text{K}_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ . Осадок высушивают при 100-110°C и взвешивают. Определению меди не мешают равные количества железа (III), алюминия, хрома (III), нитрат-, сульфат-, и фосфат- ионов. Метод используется для определения меди в медных рудах.



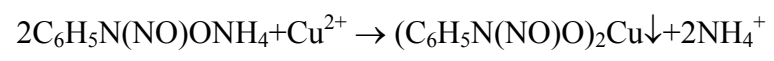
**8-Оксихинолин** осаждает медь в уксуснокислом, аммиачном и щелочном растворах при pH 5.33 - 14.55. Осадок, высушенный при 105-110°C, соответствует составу  $\text{Cu}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$  (F=0.1808). Показано, что оксихинолинат меди  $\text{Cu}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  разлагается выше 60°C, в то время как безводное соединение устойчиво до 300°C.



Оксихинолиновый метод даёт возможность определения меди 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 проводить определения в присутствии алюминия, свинца, олова (IV), мышьяка (V), олова (V), висмута, хрома (III) и железа.

### Осаждение купфером.

Осаждение проводят в сильноокислых, охлажденных льдом растворах, содержащих свободную минеральную или органическую кислоту. Применяют холодный раствор купферона. Выпадение происходит сразу же после добавления реактива. Осадок отфильтровывают и промывают осадок разбавленной соляной или серной кислотой, содержащей немного купферона. После чего осадок прокаливают до весовой формы – оксида металла. Осаждение купфером не даёт полного осаждения, так как осаждаются многие другие элементы.



4) **Вывод:** На основании литературного обзора решено:

1) Определять медь титриметрически, используя йодометрический метод, так как это наиболее простой, хорошо воспроизводимый и высокоточный метод определения содержания меди в исследуемом образце.

2) Цинк было решено определять гравиметрически используя метод осаждения в виде 8-оксихинолината цинка  $Zn(C_6H_7ON)_2$ , так как это один из наиболее надежных и удобных методов определения цинка.

## IV. Экспериментальная часть

а) Определение содержания меди:

### 1) Расчёт массы навески

В образце  $\approx 70\%$  меди. Для определения меди нужно получить 0,05M раствор в колбе на 100 мл. Растворяем  $\approx 0,45$  г сплава.

Формула для расчета массы навески:

$$p = \frac{C * V(\text{титр.}) * \text{Э} * V(\kappa)}{V(\text{ал.}) * W * 1000} \approx 0,45 \text{ г}$$

### 2) Взятие навески:

Масса бюкса = 6,9441 г

Масса бюкса с навеской = 7,3908 г

Масса бюкса после перенесения навески в стакан = 6,9444 г

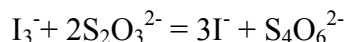
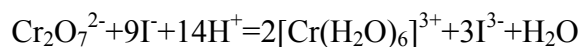
Масса навески = 7,3908 – 6,9444 = 0,4464 г

### 3) Растворение медной латуни и определение меди.

Предварительно была установлена концентрация тиосульфата стандартизацией по бихромату калия ( $[\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7] = 0.0502 \text{ M}$ ) :

#### Методика стандартизации раствора тиосульфата натрия.

В бюретку вносят исследуемый раствор тиосульфата. В коническую колбу для титрования на 200-250 мл помещают 10 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 10 мл 5% р-ра KJ, и пипеткой – 10 мл стандартного раствора  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Оставляют смесь на 5 мин. в темном месте, накрыв часовым стеклом. Затем прибавляют 100 мл дистиллированной воды и быстро титруют раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  до бледно-желтой окраски, добавляют 1-2 капли крахмала и продолжают титровать при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски раствора.



Результаты титрования:

$$V_1 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,90 \text{ мл}$$

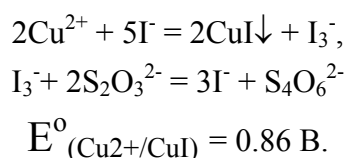
$$V_2 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,85 \text{ мл}$$

$$V_3 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,83 \text{ мл}$$

$$V_{\text{cp}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,86 \text{ мл}$$

$$C_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = 10 * 0,0502 / 9,86 \approx 0,0509 \text{ M}$$

**Йодометрическое определение меди** основано на реакциях:



Для протекания первой реакции надо создавать кислую среду для предотвращения гидролиза  $\text{Cu}^{2+}$  (а тем самым повысить потенциал системы  $\text{Cu}^{2+}/\text{CuI}$ ) и брать большой избыток иодида (для понижения потенциала системы  $\text{I}_3^-/3\text{I}^-$  и растворения йода).

**Реагенты:**

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , 0,0509 М раствор.

KI, 5%-ный раствор.

$\text{H}_2\text{SO}_4$ , 1 М раствор.

$\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\rho=1.84$ .

$\text{HNO}_3$ ,  $\rho=1.40$ .

Крахмал, 1%-ный раствор.

**Выполнение определения.**

Точную навеску сплава переносят во влажный стакан ёмкостью 300 мл, добавляют 20 мл  $\text{HNO}_3$ , накрывают стакан часовым стеклом и нагревают стакан на песочной бане до полного растворения навески, Промывают стекло дистиллированной водой и выпаривают раствор до влажных солей. Стакан снимают с песочной бани и охлаждают на воздухе. Добавляют 5 мл 2М  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и 5 мл конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и упаривают на песочной бане до окончания выделения белых паров. Остаток растворяют в воде (около 25 мл). Нерастворимый остаток (преимущественно  $\text{PbSO}_4$ ) отфильтровывают. Раствор количественно переносят в мерную колбу ёмкостью 200 мл, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают. Заполняют бюретку титрованным раствором тиосульфата натрия. В колбу для титрования ёмкостью 100 мл вносят пипеткой 10 мл исследуемого раствора меди, 2мл 1М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 30 мл раствора йодида калия и титруют тиосульфатом до светло-жёлтой окраски суспензии. Затем добавляют 1-2 мл раствора крахмала и продолжают титрование медленно, при перемешивании, до тех пор, пока суспензия не станет совершенно белой. Рассчитывают процентное содержание меди.

**Результаты титрования:**

$$V_1 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,68 \text{ мл}$$

$$V_2 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,72 \text{ мл}$$

$$V_3 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,65 \text{ мл}$$



$$V_{\text{cp}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,68 \text{ мл}$$

$$m_{\text{Cu}} = 9,68 * 0,0509 * 63,54 / 100 = 0,3128 \text{ г}$$

Процентное содержание меди =  $0,3128 * 100 / 0,4464 \approx 70,07\%$ .

### б) Определение содержания цинка:

#### 1) Расчет массы навески;

В образце  $\approx 30\%$  цинка.

$$p = \frac{F \times m(\text{ос.})}{W} \approx 0,13 \text{ г}$$

2)

#### 3) Маскирование ионов меди, гравиметрическое определение цинка.

В стакан емкостью 300 мл с помощью бюретки вносят 25 мл 0,05М по меди раствора образца. Вносится 30 мл KJ и 20 мл  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  для полного осаждения меди и превращения  $\text{J}_2$  в  $\text{J}$ . Далее действуют по следующей методике:

Осаждение в щелочном растворе:

4)

#### 5) Расчёт количества осадителя:

$$V = \frac{m(\text{Zn}) \times 2M(\text{ос})}{M(\text{Zn}) \times W(\text{ос})} \approx 12 \text{ мл (144 - молекулярная масса } \text{C}_9\text{H}_7\text{ON}), \text{ берётся}$$

полуторный избыток.

#### 6) Результаты взвешивания:

а) Доведение тигля до постоянной массы:

$$m\text{I} = 12,1854 \text{ г}$$

$$m\text{II} = 12,1683 \text{ г}$$

$$m\text{III} = 12,1681 \text{ г}$$

$$m\text{IV} = 12,1679 \text{ г}$$

Масса тигля доведённого до постоянной массы = 12,1679 г

б) Доведение тигля с осадком до постоянной массы:

$$m\text{I} = 12,3498 \text{ г}$$

$$m_{II} = 12,3495 \text{ г}$$

$$m_{III} = 12,3491 \text{ г}$$

$$m_{IV} = 12,3490 \text{ г}$$

Масса тигля с осадком доведённого до постоянной массы = 12,3490 г

Масса оксихинолината цинка =  $12,3490 - 12,1679 = 0,1811 \text{ г}$

Масса цинка =  $0,1811 * 0,1850 = 0,0335 \text{ г}$

Процентное содержание цинка в образце =  $0,0335 * 100 / 0,1116 = 30,02\%$

## **V. Выводы:**

- 1) Проведён качественный анализ образца.
- 2) Проведено количественное определение в образце меди и цинка.

Содержание меди – 70.07%

Содержание цинка – 30.02%

## **VI. Список литературы:**

- 1) Подчайнова И. Г., Симонова Э. Н. Аналитическая химия меди. М.: Наука, 1990.
- 2) Файнберг О. А. Анализ руд цветных металлов. М.: Metallurgizdat, 1953.
- 3) Живописцев В. П., Селезнёва Е. Н. Аналитическая химия цинка. М.: Наука, 1975.
- 4) Белявская Т. А. Практическое руководство по гравиметрии и титриметрии. М.: Ньюдиамед, 1996.
- 5) Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт , Практическое руководство по неорганическому анализу. М.: Госхимиздат, 1981.