

Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова

Химический факультет

Кафедра аналитической химии

Зачётная задача по аналитической химии

Выполнил:

студент 2XX группы XXXXXX X.X.

Преподаватель:

XXXXXXXXXX X.X.

Москва

200X год

Содержание

1.	Цель работы	3
2.	Качественный анализ	3
3.	Обзор литературы	7
3.1	Методы определения меди	7
3.1.1	Гравиметрические методы	7
3.1.1.1	Использование неорганических осадителей	7
3.1.1.2	Использование органических осадителей	7
3.1.2	Титриметрические методы	8
3.2	Методы определения алюминия	10
3.2.1	Гравиметрические методы	10
3.2.1.1	Осаждение алюминия в виде оксихинолина	10
3.2.1.2	Осаждение алюминия в виде гидроксида	10
3.2.1.3	Осаждение алюминия в виде бензоата	11
3.2.1.4	Осаждение алюминия в виде криолита	11
3.2.2	Титриметрические методы	11
3.3	Выбор методов анализа	13
4.	Количественный анализ	14
4.1	Определение меди	14
4.1.1	Расчёт массы навески	14
4.1.2	Взвешивание навески	14
4.1.3	Растворение навески	14
4.1.4	Стандартизация раствора тиосульфата	14
4.1.5	Определение меди	15
4.2	Определение алюминия	16
4.2.1	Расчет массы навески	16
4.2.2	Взвешивание навески	16
4.2.3	Растворение навески	17
4.2.4	Осаждение меди	17
4.2.5	Доведение тигля до постоянной массы	17
4.2.6	Определение алюминия	17
4.3	Вывод	18
5.	Список литературы	19

1. Цель работы

Качественный анализ образца и количественное определение в нём двух элементов из числа присутствующих методами гравиметрического и титриметрического анализов.

2. Качественный анализ

Полученное вещество представляло собой мелкую стружку золотисто-жёлтого цвета, с характерным металлическим блеском. При растворении в азотной кислоте исследуемый сплав даёт голубой раствор, что позволяет предположить наличие в нём меди, ввиду чего дальнейшее определение проводилось в соответствии со схемой анализа медных сплавов.

Согласно литературным данным, в таких сплавах могут быть обнаружены следующие металлы: Cu, Zn, Al, Ni, Fe, Sn, Mn, Pb [1].

Ход и результаты качественного анализа представлены в таблице.

№	Исследуемый объект	Реагент	Наблюдения	Вывод	Состав фаз после разделения	
					Осадок	Раствор
1	Часть сплава	Нагревание с конц. HNO_3	Голубое окрашивание раствора, интенсивное выделение NO_2	Возможно присутствие меди	<u>Осадок 1:</u> нерастворимые в HNO_3 неметаллы, содержащиеся в сплаве	<u>Раствор 1:</u> может содержать Cu^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Sn^{2+} , Mn^{2+} , Pb^{2+} .
2	<u>Раствор 1</u>	Добавление нескольких капель 25% NH_3	Раствор приобретает ярко-синюю окраску	Сплав содержит медь		
3	Часть сплава	Сначала растворяют часть стружек в 10 каплях 6М HNO_3 , а затем добавляют 20-25 капель конц. HNO_3 и нагревают до полного растворения сплава	Интенсивное голубое окрашивание раствора, образование небольшого количества черного мелкодисперсного осадка		<u>Осадок 1:</u> нерастворимые в HNO_3 неметаллы, содержащиеся в сплаве	<u>Раствор 2:</u> может содержать Cu^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Pb^{2+} , Sn^{2+}
4	<u>Раствор 2</u>	Предварительно выпарив азотнокислый раствор в фарфоровой чашке на песчаной бане, прибавляют несколько капель H_2SO_4 (1:1), выпаривают до	Выпадает белый осадок	Возможно, содержится свинец	<u>Осадок 2:</u> PbCl_2 , PbSO_4	<u>Раствор 3:</u> может содержать Cu^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Sn^{2+}

		появления белых паров, охлаждают и растворяют в 20-30 каплях H ₂ O и нескольких каплях HCl				
5	<u>Осадок 2</u>	Предварительно растворив осадок в NaOH, добавляют к образ. раствору K ₂ CrO ₄ , ацетатный буферный раствор	Образуется жёлтый осадок	Сплав содержит свинец	<u>Осадок:</u> PbCrO ₄	
6	<u>Раствор 3</u>	NH ₄ SCN, слабокислый раствор	Наблюдается интенсивное красное окрашивание раствора	Сплав содержит железо		
7	<u>Раствор 3</u>	NaBiO ₃ , HNO ₃ конц.	Малиновое окрашивание раствора	Сплав содержит марганец		
8	<u>Раствор 3</u>	NaOH	Выпадение осадка	Отделение Cu	<u>Раствор 4:</u> Zn ²⁺ , Al ³⁺	
9	<u>Раствор 4</u>	NH ₄ Cl до насыщения (до pH 5)	Выпадение осадка	Отделение Al	<u>Раствор 5:</u> Zn ²⁺	<u>Осадок 5:</u> Al(OH) ₃
10	<u>Раствор 5</u>	(NH ₄) ₂ Hg(SCN) ₄	Выпадает белый осадок	Сплав содержит цинк	<u>Осадок:</u> ZnHg(SCN) ₄	
11	<u>Осадок 5</u>	HCl	Растворение осадка		<u>Раствор 6:</u> Al ³⁺	
12	<u>Раствор 6</u>	Ализариновый красный S + ацетат натрия до слабокислой среды	Выпадает хлопьевидный осадок	Сплав содержит алюминий		
13	<u>Раствор 3</u>	На бумагу, пропитанную диметилглиоксимом, наносят каплю исследуемого раствора, каплю раствора тартрата натрия. Затем бумагу погружают в разбавленный раствор аммиака, где её осторожно приводят в движение	На бумаге остаётся красное пятно диметилглиоксимата никеля	Сплав содержит никель		
14	<u>Раствор 3</u>	К раствору добавляют одну каплю конц. HCl, Fe (опилки) и нагревают до появления пузырьков Hg(NO ₃) ₂	Появление белой мути	Сплав содержит олово		

Проведённый качественный анализ позволяет нам сделать вывод, что исследуемый сплав – сплав на основе меди, содержащий алюминий как второй компонент. Данный сплав также содержит следующие металлы: цинк, железо, свинец, олово, никель и марганец.

3. Обзор литературы

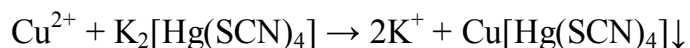
3.1. Методы определения меди

3.1.1. Гравиметрические методы

3.1.1.1. Использование неорганических осадителей.

Соль Рейнеке (тетрароданодиаминохромат аммония) является избирательным реагентом для определения меди в присутствии многих посторонних ионов. Осаждение проводят как в кислом, так и в аммиачном растворе в виде $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4][\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{SCN})_4]_2$ после предварительного восстановления меди до одновалентного состояния оловом (II). Осадок сушат при 110°C [1].

Метод определения меди в виде $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ (*тетрароданомеркура меди*) часто используется для определения последней в медных рудах. Он основан на протекании реакции:

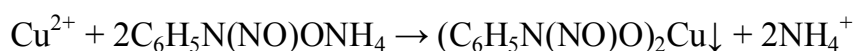


Медь осаждают из нагретого до кипения раствора, содержащего серную или азотную кислоту, действием $\text{K}_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$. Осадок высушивают при $100-110^\circ\text{C}$ и взвешивают. Определению меди не мешают равные количества железа (III), хрома (III), алюминия, нитрат-, сульфат- и фосфат-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

3.1.1.2. Использование органических осадителей.

8-Оксихинолин ($\text{C}_9\text{H}_7\text{NO}$) осаждает медь в уксуснокислом, аммиачном и щелочном растворах при pH 5,33 – 14,55 [1]. Осадок соответствует составу $\text{Cu}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, но он устойчив только до 60°C . Согласно методике, данный осадок высушивают при $105 - 110^\circ\text{C}$, после чего он начинает соответствовать составу $\text{Cu}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$. Данное соединение устойчиво уже до 300°C , а при нагревании выше 500°C разлагается до оксида меди

*Осаждение купфером (*N*-нитрозофенилгидроксиламина аммониевая соль)* проводят в сильноокислых, охлажденных льдом растворах. Выпадение осадка происходит сразу же после добавления реактива и описывается уравнением реакции:

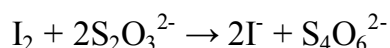
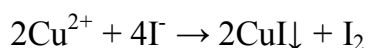


Осадок отфильтровывают и промывают разбавленной соляной или серной кислотой, содержащей небольшое количество купферона. После промывания, осадок прокаливают до весовой формы, которой является оксид меди.

Купферон не является селективным осадителем меди. Кроме последней, из раствора он может осаждать многие другие элементы. Его применяют для гравиметрического определения железа, цинка, сурьмы, титана, олово, вольфрама, гафния [2].

3.1.2 Титриметрические методы

Йодометрический метод [3] является одним из самых распространённых методов определения меди. Данный метод основан на взаимодействии Cu^{2+} с избытком иодида калия и титровании выделившегося йода тиосульфатом:



Йодометрическому определению меди мешают присутствие окислителей, которые выделяют йод из йодида калия (например, соли трёхвалентного железа). Влияние железа может быть устранено добавлением фторида аммония, который образует с ионом железа (III) устойчивый комплексный йон $[\text{FeF}_6]^{3-}$.

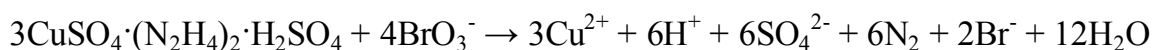
Основываясь на значении величин стандартных потенциалов пар $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+$ (+0.159В) и $\text{I}_2/2\text{I}^-$ (+0.536В) [4], следовало бы ожидать протекания реакции в обратном направлении. Однако в данной системе выпадает осадок CuI ($K_s=10^{-12}$). Поэтому необходимо сравнивать стандартный потенциал пары $\text{Cu}^{2+}/\text{CuI}$ (+0.86) [4] и стандартный потенциал пары $\text{I}_2/2\text{I}^-$.

Для того, чтобы обратимая реакция протекала достаточно полно в нужном направлении, необходимо добавление большого избытка йодида калия, так как чем больше его содержание в системе, тем меньше будет потенциал пары $\text{I}_2/2\text{I}^-$ и лучше растворяться образующийся йод [5].

Для протекания первой из приведённых выше реакций необходимо создать в растворе слабокислую среду для предотвращения образования гидроксокомплексов меди (II) (а тем самым для повышения потенциала системы $\text{Cu}^{2+}/\text{CuI}$).

Йодометрический метод определения меди является достаточно точным, так как крахмал является очень чувствительным индикатором с резким переходом окраски.

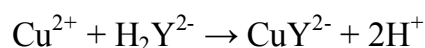
Броматометрическое определение меди основано на выделении её в виде очень малорастворимой соли $\text{CuSO}_4 \cdot (\text{N}_2\text{H}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$, которую после растворяют, а осадок титруют стандартным раствором бромата:



В качестве индикатора применяют фуксин (оранжево-жёлтый переход окраски), тимоловый синий (жёлто-синий переход окраски) [4] имеющие яркие переходы окраски

Комплексонометрическое титрование раствором ЭДТА позволяет определить медь в разнообразных по составу природных и промышленных объектах.

Определение основано на реакции:



Константа устойчивости образующегося комплекса CuY^{2-} равна $\beta = 6.31 \cdot 10^{-18}$.

ЭДТА образует комплексы со многими катионами, поэтому необходимо отделение меди, введение маскирующих агентов и регулирование кислотности среды.

Конец комплексонометрического титрования определяют визуально, с помощью различных металлохромных индикаторов. В присутствии мурексида, образующего с медью комплекс зеленовато-жёлтого цвета, когда вся медь оттитрована, раствор окрашивается в вишнёго-розовый или лиловый цвет; титрование можно проводить на холоду при рН 6. Титрование в присутствии ПАН (1-(2-пиридилазо)-2-нафтол) проводят при 70°C при рН 5. рН среды создаётся ацетатным буферным раствором. Окраска в конечной точке титрования изменяется из фиолетовой, что соответствует цвету комплекса меди с ПАН в зелёную – наложение жёлтой окраски ПАН и голубой окраски комплекса меди [1]

3.2 Методы определение алюминия

3.2.1. Гравиметрические методы

3.2.1.1. Осаждение алюминия в виде оксихинолината. 8-Оксихинолин с алюминием образует труднорастворимое внутрикомплексное соединение состава $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$. 8-Оксихинолин – не специфичный реагент для алюминия. Однако при отделении мешающих элементов алюминий определяется просто и сравнительно быстро в довольно сложных и различных по составу объектах.

Оксихинолилат алюминия можно осаждать в слабокислой и щелочной среде. Чаще применяют осаждение из уксуснокислых растворов [6].

3.2.1.2. Осаждение алюминия в виде гидроксида для отделения от других элементов или последующего гравиметрического определения – самый старый и распространённый метод. Значение его как гравиметрического метода сейчас невелико, так как имеются более точные методы, но он часто применяется для предварительного отделения алюминия от мешающих элементов. Гидроксид алюминия начинает осаждаться при pH несколько больше 4 [6]. Её выделяют аммиаком, слабыми органическими основаниями и соединениями, выделяющими при нагревании аммиак.

Гидроксид алюминия чаще всего осаждают *аммиаком*. Важнейшими условиями для получения правильных результатов являются осаждение в присутствии достаточно больших количеств аммонийных солей, введение очень незначительного избытка аммиака и осаждение при температуре кипения. Добавление аммонийных солей препятствует чрезмерному повышению pH раствора и способствует коагуляции осадка. В некоторых старых руководствах для устранения избытка аммиака рекомендовалось полностью удалять его кипячением после осаждения. Однако при таком кипячении незначительные количества $\text{Al}(\text{OH})_3$ остаются в растворе.

Растворимость $\text{Al}(\text{OH})_3$ зависит от pH. Минимальная растворимость наблюдается при pH 6,0 – 7,8. Многие методики рекомендуют регулировать добавление аммиака по изменению окраски метилового красного (pH 4.4 – 6.2), другие же предлагают использовать феноловый красный (pH 7.5) [6].

Осадок гидроксида алюминия нельзя промывать водой, так как при этом он легко переходит в коллоидную форму и, кроме того, частично растворяется.

Согласно методике осаждения, осадок промывают горячим 2%-ным раствором NH_4NO_3 , к которому добавляют аммиак до изменения окраски метилового красного; если аммиак не вводить, то часть $\text{Al}(\text{OH})_3$ переходит в раствор.

Для осаждения $\text{Al}(\text{OH})_3$ можно также использовать вещества, выделяющие при гидролизе аммиак: мочевины, уротропин.

3.2.1.3. Осаждение алюминия в виде бензоата. Бензонатный гравиметрический метод один из наиболее точных методов определения алюминия. При осаждении бензонатом образуется основной бензонат алюминия, который легче фильтруется и промывается, чем осадок, полученный при осаждении аммиаком; кроме того, сорбция посторонних ионов значительно меньше [6].

3.2.1.4. Осаждение алюминия в виде криолита. На образовании труднорастворимого комплекса алюминия – криолита Na_3AlF_6 – основаны очень важные методы определения алюминия. Комплекс состава Na_3AlF_6 образуется при избытке NaF , большем 1,4%; при меньшем избытке состав комплекса соответствует формуле $4\text{AlF}_3 \cdot 11\text{NaF}$. Криолит заметно растворим в воде, но в присутствии избытка NaF его растворимость резко уменьшается. При избытке 0,02 моль NaF /литр в фильтрате от криолита не обнаруживаются даже следы алюминия [6].

3.2.2. Титриметрические методы

Комплексонометрические методы титрования обладают высокой точностью, приближающейся к точности гравиметрических методов, и в то же время требуют значительно меньше времени для выполнения, чем последние. Благодаря этому комплексонометрические методы нашли широкое применение при определении алюминия в различных материалах.

Как трехвалентный металл с координационным 6, алюминий валентными связями присоединяется к карбонильным группам и координационно связывается с аминогруппами и с молекулой воды. Такие комплексы преобладают в слабокислой среде. При $\text{pH} > 8$ преобладают комплексонаты типа $[\text{Al}(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})\text{Y}]^{2-}$ и $[\text{Al}(\text{OH})_2\text{Y}]^{3-}$.

Комплексонат алюминия - довольно прочный комплекс. Однако, несмотря на это, процесс его образования протекает довольно медленно. Это объясняется склонностью алюминия к образованию гидратированного иона $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$.

Вследствие плотной упаковки молекул воды внутренней сферы гексааквоалюминиевого комплекса обменная реакция между ними и комплексоном III очень мала. При нагревании до кипения эта обменная реакция протекает быстро.

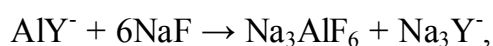
Из *прямых методов титрования* [6] лучшим является титрование с индикатором ПАН (1-(2-пиридилазо)-2-нафтол) в присутствии небольших количеств комплексоната меди. Алюминий титруют в растворах с pH 3 в горячих растворах. Алюминий вытесняет медь из комплексоната, выделившаяся медь с ПАН образует окрашенный в красный цвет комплекс. После связывания всего алюминия комплексон III в конечной точке титрования разрушает комплекс меди с ПАН и окраска раствора из красной переходит в жёлтую (комплексонат меди несколько прочнее комплексоната меди с ПАН).

Большое значение имеет способ нейтрализации анализируемых растворов. Лучше нейтрализовать кислые растворы ацетатом аммония до pH 4, а затем добавить уксусную кислоту до pH 3. Если кислый раствор нейтрализовать аммиаком до pH 3 и затем ввести ацетатный буферный раствор с pH 3, то получаются заниженные результаты. Причиной этого является местное повышение pH при нейтрализации аммиаком и образование полиядерных гидроксокомплексов алюминия, медленно реагирующих с комплексоном III.

Среди *методов определения алюминия обратным титрованием* наиболее точный – метод титрования с индикатором ксиленовым оранжевым. Метод характеризуется очень резким изменением окраски раствора в эквивалентной точке (из красно-фиолетовой в жёлтую).

Алюминий с ксиленоловым оранжевым при $\text{pH} > 3$ образует комплекс ярко-красного цвета, более прочный, чем комплексонат алюминия; поэтому прямое титрование с этим индикатором невозможно.

Одним из лучших методов обратного титрования алюминия является метод, согласно которому избыток комплексоната III оттитровывают раствором ацетата цинка, затем разрушают комплексонат алюминия нагреванием с фторидом и снова титруют раствором ацетата цинка:



данная реакция протекает в слабокислой среде, в которой комплексоны других металлов не реагируют с NaF. Расход титранта при втором титровании эквивалентен содержанию алюминия. Индикатор – ксиленоловый оранжевый.

Данный метод нашёл широкое применение в лабораториях [6].

3.3 Выбор методов анализа

На основании рассмотренных данных для определения содержания меди был выбран йодометрический метод. Данный метод является достаточно точным, простым и не требует редких реагентов.

Алюминий было решено определять методом осаждения в виде гидроксида аммиаком. Метод достаточно точен, а также легко доступны используемые реагенты.

Разделять элементы было решено, осаждая медь в виде CuI, так как метод нетрудоёмок и эффективен.

4. Количественный анализ

4.1 Определение меди

4.1.1 Расчёт массы навески

Для титриметрического определения меди приготовим 200 мл 0,05 М по меди раствора. Исходя из того, что в сплаве содержится примерно 80% меди, можно рассчитать массу навески:

В 200 мл 0,05 М раствора меди содержится 0,01 моль Cu.

$$M(\text{Cu}) = 0.01 \text{ моль} \cdot 63,55 \text{ г/моль} = 0,6355 \text{ г.}$$

$$m_{\text{навески}} = (m(\text{Cu}) \cdot 100 / \omega(\text{Cu})) = (0.6355 \cdot 100) / 80 = 0,7943 \text{ г.}$$

4.1.2 Взвешивание навески

Взвешивание (результаты):

$$m_{\text{стакана с веществом}} = 16,0742 \text{ г.}$$

$$m_{\text{пустого стакана (без вещества)}} = 15,1351 \text{ г.}$$

$$m_{\text{навески для растворения}} = 0,9391 \text{ г.}$$

4.1.3 Растворение навески

Точную навеску сплава перенесли в стакан ёмкостью 300 мл, добавили 20 мл 6 М азотной кислоты, закрыли стакан часовым стеклом и нагрели на песочной бане до полного растворения навески. Смыли часовое стекло дистиллированной водой и выпарили раствор досуха. Стакан охладили, добавили к сухому остатку 10 мл 1 М серной кислоты и выпарили на песчаной бане до прекращения выделения белых паров. Стакан сняли с песчаной бани и охладили на воздухе. Осадок растворили в 20 мл дистиллированной воды. Раствор количественно перенесли в мерную колбу 200 мл, довели объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешали.

4.1.4 Стандартизация раствора тиосульфата [3]

Стандартизация раствора проводилась по бихромату калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0.0502 \text{ М}$), приготовленному по точной навеске ($m = 0.4927 \text{ г.}$).

$$m_{\text{навески}} = 0,2\text{л} \cdot 294,18\text{г/моль} \cdot 0,05\text{моль/л} \cdot 1/6 = 0,4903 \text{ г}$$

$$m_{\text{стакана с веществом}} = 10,4208 \text{ г}$$

$$m_{\text{стакана без вещества}} = 10,9135 \text{ г}$$

$$m_{\text{навески}} = 0.4927 \text{ г}$$

Навеску переносим в мерную колбу на 200.0 мл и доводим до метки.

Концентрация полученного раствора равна:

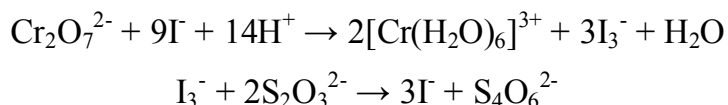
$$0,05 \text{ М} - 0,4903 \text{ г}$$

$$x \text{ М} - 0,4927 \text{ г}$$

$$x = 0,0502 \text{ М}$$

Методика стандартизации:

В бюретку вносят исследуемый раствор тиосульфата. В коническую колбу для титрования на 200-250 мл помещают 10 мл серной кислоты, 10 мл 5%-ного раствора йодида калия и аликвоту (10 мл) стандартного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Оставляют смесь на пять минут в тёмном месте, накрыв часовым стеклом. Затем прибавляют 100 мл дистиллированной воды и быстро титруют раствором тиосульфата натрия до бледно-жёлтой окраски, добавляют 1-2 капли свежеприготовленного крахмала и продолжают титровать при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски раствора.



Результаты титрования:

$$V_1 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,92 \text{ мл}$$

$$V_2 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,93 \text{ мл}$$

$$V_3 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,92 \text{ мл}$$

$$V_{\text{среднее}} (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 9,92 \text{ мл}$$

$$C (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 10,00 \cdot 0,0502 / 9,92 = 0,05060 \text{ М}$$

4.1.5 Определение меди

Реагенты:

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0.05 М раствор.

KI, 5%-ный раствор.

Крахмал (свежеприготовленный), 1%-ный раствор.

H_2SO_4 , 1 М раствор.

Выполнение определения: Заполнили бюретку стандартизованным раствором тиосульфата. В колбу для титрования ёмкостью 100 мл внесли пипеткой 10,00 мл

исследуемого раствора меди, 2 мл 1 М серной кислоты, 30 мл раствора йодида калия и титровали тиосульфатом до жёлтой окраски суспензии. Затем добавили 1-2 мл крахмала и продолжили титрование медленно, при перемешивании, до тех пор, пока суспензия не стала совершенно белой.

Результаты титрования:

$$V_1 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 12,50 \text{ мл}$$

$$V_2 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 12,52 \text{ мл}$$

$$V_3 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 12,52 \text{ мл}$$

$$V_{\text{среднее}} (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 12,51 \text{ мл}$$

$$C(\text{Cu}) = C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) / V(\text{Cu}) = 0,0506 \cdot 12,51 / 10,00 = 0,06330 \text{ М}$$

$$m(\text{Cu}) = C(\text{Cu}) \cdot 0,20 \cdot 63,546 = 0,8045 \text{ г.}$$

$$\omega(\text{Cu}) = m(\text{Cu}) / m_{\text{навески}} = (0,8045 / 0,9391) \cdot 100 = 85,67 \%$$

4.2 Определение алюминия

4.2.1 Расчёт массы навески

В образце содержится примерно 10% алюминия. Формула для расчета массы навески:

$$p = \frac{F \cdot m(\text{ос.})}{W} \approx \frac{0,5292 \cdot 0,1}{0,1} \approx 0,5292 \text{ г}$$

4.2.2 Взвешивание навески

$$m_{\text{стакана с веществом}} = 15,1079 \text{ г.}$$

$$m_{\text{пустого стакана (без вещества)}} = 14,5854 \text{ г.}$$

$$m_{\text{навески для растворения}} = 0,5225 \text{ г.}$$

4.2.3 Растворение навески

Точную навеску сплава перенесли в стакан ёмкостью 300 мл, добавили 20 мл 6 М азотной кислоты, закрыли стакан часовым стеклом и нагрели на песочной бане до полного растворения навески. Смыли часовое стекло дистиллированной водой и выпарили раствор досуха. Стакан охладили, добавили к сухому остатку 10 мл 1 М серной кислоты и выпарили на песчаной бане до прекращения выделения белых

паров. Стакан сняли с песчаной бани и охладили на воздухе. Осадок растворили в 20 мл дистиллированной воды.

4.2.4 Осаждение меди йодидом калия

Рассчитываем объём осадителя, исходя из соображений: в сплаве содержится 85% меди, осадитель необходимо брать в 20%-ном избытке.

К

После протекания реакции осаждения меди, горячий раствор фильтруем через ватный фильтр. Для промывания стакана используем горячую дистиллированную воду.

4.2.5 Доведение тигля до постоянной массы

Сухой тигель довели до постоянной массы в муфельной печи при температуре около 1000°C.

№ _{взвешивания}	m _{тигля}
1	12,7488 г
2	12,7486 г
3	12,7485 г

В итоге принимаем массу пустого тигля равной 12,7485 г.

4.2.6 Определение алюминия

Реагенты:

NH₄Cl, кристаллический.

HCl, конц.

NH₃, раствор 1:1.

AgNO₃, 1%-ный раствор.

NH₄NO₃, 2%-ный раствор.

HNO₃, 2 М раствор.

Индикатор метиловый красный, 0,1%-ный раствор в 60%-ном этаноле.

Выполнение определения: В исследуемый раствор вводят 4 – 5 г хлорида аммония, несколько капель метилового красного, раствор нагревают почти до кипения и прибавляют к нему по каплям из бюретки раствор аммиака (1:1) до изменения окраски раствора из красной в жёлтую. Во время прибавления аммиака

раствор непрерывно перемешивают. Нагревают раствор 1 – 2 мин, затем дают осадку отстояться в течение 5 минут и отфильтровывают на фильтр «красная лента». Осадок промывают 3 – 4 раза декантацией, переносят на фильтр и промывают осадок на фильтре горячим раствором нитрата аммония, предварительно нейтрализованным аммиаком по метиловому красному. Полноту промывания контролируют раствором нитрата серебра, подкисленным 2 М азотной кислотой. Воронку с фильтром помещают в сушильный шкаф и слегка подсушивают осадок. Затем фильтр с осадком помещают в доведённый до постоянной массы при температуре около 1000°С тигель, осторожно на горелке обугливают фильтр, после чего помещают тигель в муфельную печь и прокаливают осадок 1 час при температуре около 1000°С. Прокаливание оксида алюминия повторяют до получения постоянной массы.

№ _{взвешивания}	m _{тигля}
1	12,8056 г
2	12,8048 г
3	12,8047 г

В итоге принимаем массу тигля после прокаливания равной 12,8047 г.

Гравиметрический коэффициент для алюминия равен 0,5292.

$$M_{\text{осадка}} = m_{\text{тигля} + \text{осадка}} - m_{\text{тигля}} = 12,8047 - 12,7485 = 0,0562 \text{ г}$$

$$m_{\text{Al}} = m_{\text{осадка}} \cdot F = 0,0562 \cdot 0,5292 = 0,02974 \text{ г}$$

$$\omega_{\text{Al}} = \frac{m(\text{Al})}{m(\text{навески})} = \frac{0,02974}{0,5225} \cdot 100\% = 5,69\%$$

4.3 Вывод

В ходе работы был установлен качественный состав сплава, а также установлено количественное содержание основных компонентов: 85,67% меди и 5,69% алюминия.

5. Список литературы

1. Основы аналитической химии. Практическое руководство: Учеб. Пособие для вузов/ В.И. Фадеева, Т.Н. Шеховцова, В.М. Иванов и др.; Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высшая школа, 2001. – 463 с.
2. Химическая энциклопедия: В 5 т.: т. 2: Даффа – Меди/Редкол.: Кнунянц И.Л. (гл. ред.) и др. – М.: Советская энциклопедия, 1990 год. – 671 с.
3. Белявская Т.А., Практическое руководство по гравиметрии и титриметрии. М.: Ньюдиамед, 1996 год, 164 с.
4. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии: Справ. изд. М.: Химия, 1989 год. – 448 с.
5. Подчайнова В.Н., Симонова Л.Н. Аналитическая химия меди. М.: Наука, 1990 год. 280 с.
6. Тихонов В.Н. Аналитическая химия алюминия. Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского. Изд-во «Наука». 1971 год. 266 с.