

**Московский Государственный Университет
им. М. В. Ломоносова**
Химический Факультет

**ЗАЧЁТНАЯ ЗАДАЧА
ПО
АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

студента 201 группы
XXXXX X.X.

Преподаватель:
к.х.н., ст преп. XXXXXXXX X.X.

Москва, 1999

Содержание

Цель работы	3
Качественный анализ	4
<u>Выводы</u>	6
Литературный обзор	7
I. <u>Разделение меди и цинка</u>	7
1. Метод с тиосульфатом натрия	7
2. Метод с сероводородом	7
3. Метод с иодидом калия	7
4. Маскирование	8
II. <u>Количественное определение цинка</u>	8
1. Гравиметрические методы	8
а. Осаждение неорганическими реагентами	8
б. Осаждение органическими реагентами	10
2. Титриметрические методы	11
III. <u>Количественное определение меди</u>	13
1. Титриметрические методы	13
2. Гравиметрические методы	14
IV. <u>Вывод</u>	15
Экспериментальная Часть	16
I. <u>Определение меди</u>	16
1. Расчёт массы навески	16
2. Взятие навески	16
3. Растворение медной бронзы и определение меди	16
II. <u>Определение цинка</u>	18
1. Расчёт массы навески	18
2. Взятие навески	18
3. Растворение медной бронзы	18
4. Осаждение меди тиосульфатом натрия	18
5. Расчет количества осадителя для определения цинка	18
6. Гравиметрическое определение цинка	19
7. Результаты взвешивания	19
Выводы	20
Список литературы	21

Цель работы

Целью данной работы являлся качественный анализ образца сплава и количественное определение в нём двух элементов с помощью методов титриметрического и гравиметрического анализа.

Качественный анализ

Полученный образец – стружки желтого цвета с характерным металлическим блеском. В нем было доказано присутствие меди, ввиду чего дальнейшее определение проводилось в соответствии со схемой анализа медных сплавов.[1]

Практически при анализе медных сплавов производят определение содержания следующих металлов: Cu, Zn, Al, Ni, Sb, Sn, Mn, Fe, Pb, Cd.

Ход качественного анализа сплава, включая предварительные испытания, представлен в таблице 1.

Таблица 1

Исследуемый объект	Реагент, действия	Раствор	Осадок	Наблюдения	Выводы
Часть сплава	Нагревание с конц. HNO_3			<u>Раствор 1</u> сразу приобрёл голубую окраску, началось выделение бурого газа.	
Раствор 1	25% NH_3 , (1-2 капли)			Раствор приобрел ярко- синюю окраску	В сплаве содержится медь
Часть сплава	Сначала растворяют часть стружек в 10 каплях 6М HNO_3 , а затем добавляют 20-25 капель концентрированной. HNO_3 и нагревают до полного растворения сплава.	<u>Раствор 2</u> помимо ионов меди может содержать ионы Zn, Ni, Fe, Mn, Al, Pb, Cd.		Выпадения осадка не происходит	Сплав не содержит сурьму и олово.

Раствор 2	Предварительно выпарив азотнокислый раствор в фарфоровой чашке на песчаной бане, прибавляют 2-3 капли H ₂ SO ₄ (1:1), выпаривают до появления белых паров, охлаждают и растворяют в 20-30 каплях воды.	<u>Раствор 3</u> кроме ионов меди может содержать Zn, Ni, Fe, Mn, Al, Cd.		Белый осадок не выпадает	В сплаве не содержится свинец
Раствор 3					
Fe ³⁺	NH ₄ CNS			Смесь окрасилась в красный цвет	Доказано присутствие железа
Mn ²⁺	NaBiO ₃			Появилась малиновая окраска раствора	Доказано присутствие марганца
Раствор 3					
Раствор 3	NaOH, H ₂ O ₂	<u>Раствор 4</u> может содержать цинк и алюминий в виде гидроксо-комплексов	<u>Осадок 1</u> кроме Fe ₂ O ₃ *xH ₂ O, MnO(OH) ₂ и Cu(OH) ₂ может содержать Ni(OH) ₂ и Cd(OH) ₂	Выпадает смесь осадков, частично растворимая в избытке реагента.	
Раствор 4	NH ₄ Cl	<u>Раствор 5</u> может содержать аммиакат цинка	<u>Осадок 2</u> содержит гидроксид алюминия	Выпадает белый <u>осадок 2</u>	Доказано присутствие алюминия
Раствор 5	Дитизон, 2M NaOH			Образуется комплекс малинового цвета	Доказано присутствие цинка

Осадок 1	HNO_3	<u>Раствор 6</u> кроме ионов меди, железа и марганца может содержать ионы никеля и кадмия		Осадок растворился	
Раствор 6	$\text{NH}_3, \text{H}_2\text{O}_2$	<u>Раствор 7</u> кроме аммиаката меди может содержать аммиакаты никеля и кадмия	<u>Осадок 3</u> содержит гидроксиды железа и марганца	Раствор окрашивается в синий цвет (за счет аммиаката меди), выпадает осадок 3	
Раствор 7	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	<u>Раствор 8</u> может содержать ионы никеля и кадмия	<u>Осадок 4</u> представляет собой сульфид одновалентной меди	Выпадает осадок 4	
<u>Раствор 8</u>					
Ni^{2+}	Диметилглиоксим			Выпадения ало-красного осадка не происходит	Никель в сплаве отсутствует
Cd^{2+}	Дифенилкарбазид			Красно-фиолетовый осадок не выпадает	Кадмий в сплаве отсутствует

Выводы

В результате проведенного качественного анализа в сплаве были обнаружены медь, цинк, алюминий, железо, марганец. В частности, макрокомпонентами являются медь, алюминий и цинк,

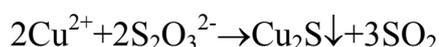
микрокомпонентами – железо и марганец. Таким образом, данный сплав представляет собой бронзу.

Литературный обзор

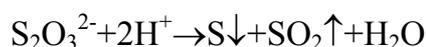
Разделение меди и цинка

1) Метод с тиосульфатом натрия.[3]

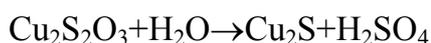
Реакция солей двухвалентной меди с тиосульфатом натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ протекает без промежуточных фаз по следующей схеме:



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



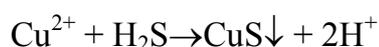
При добавлении тиосульфата к холодному сернокислому (или солянокислому) раствору солей двухвалентной меди выпадает двойная соль $3\text{Cu}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, которая при кипячении раствора разлагается следующим образом:



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

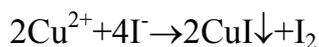
2) Метод с сероводородом.[3]

Медь осаждается сероводородом в кислой среде в виде сульфида, причём полного осаждения из горячего раствора (90°C) можно достигнуть при использовании 2М, а из тёплого раствора (40°C) - 4М соляной кислоты. При взаимодействии сероводорода и 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.

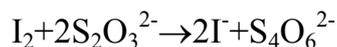


3) Метод с использованием раствора иодистого калия.[4]

При взаимодействии раствора КJ с раствором, содержащим ионы Cu^{2+} происходит осаждение практически нерастворимого осадка иодида меди (I) и молекулярного иода:



Выделившийся иод титруют раствором тиосульфата натрия:



4) 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 [2], а также тиомочевину, триэтанолламин, торон, 2,3-димеркаптопропанол, аскорбиновую кислоту, тартрат-ион и др.[7]

Количественное определение цинка

1) Гравиметрические методы.

Для гравиметрического определения цинка применяют осаждение неорганическими реагентами (в виде двойного цинкаммонийфосфата, роданомеркурата, 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).

а) Осаждение неорганическими реагентами.

Цинкаммонийфосфат ZnNH_4PO_4 осаждается количественно из сред, близких к нейтральным.[6] Последующее прокалывание выделенного осадка до весовой формы - пирофосфата цинка - является одним из лучших гравиметрических методов его определения.

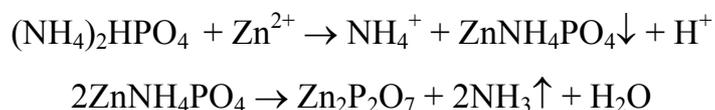
Анализируемый раствор перед осаждением не должен содержать значительных количеств солей щелочных металлов и быть слабокислым, так как фосфат цинка растворим в щелочах и сильных кислотах. Для

осаждения применяют 10%-ный раствор $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. При использовании Na_2HPO_4 или $\text{Na}_2\text{NH}_4\text{PO}_4$ из осадка ZnNH_4PO_4 трудно вымываются ионы Na^+ . При осаждении цинкаммоний-фосфата оптимальное значение $\text{pH}=6.6$.

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 $\pm 3\%$.

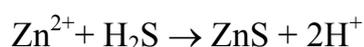
Разложение ZnNH_4PO_4 начинается при 350°C и полностью заканчивается при 520°C . Гравиметрическая форма при определении цинка - пирофосфат цинка $\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7$.



Роданомеркурат цинка $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ количественно осаждается из нейтральных или слабокислых растворов.[7] 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 [5] количественно осаждает ионы цинка в виде ZnS из сернокислых или муравьинокислых растворов при $\text{pH}=2-3$. 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 переосадить.

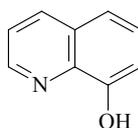
Ионы Tl^+ и Ga^{3+} образуют осадки вместе с Zn^{2+} . Двукратным осаждением при наличии муравьиной кислоты можно вести определение Zn^{2+} в присутствии большого количества Ni^{2+} , отделение от Co^{2+} происходит плохо.

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 тиоацетамидом из щелочных растворов. При этом выделяется хорошо фильтрующийся осадок ZnS .

б) Осаждение органическими реагентами.

Осаждение 8-оксихинолином.[2]



8-Оксихинолинат цинка осаждается при $\text{pH}=4.6-13.4$ в виде зеленовато-желтого кристаллического осадка, который при высушивании до 100°C имеет структуру $\text{Zn}(\text{C}_6\text{H}_7\text{ON})_2 \cdot 1,5\text{H}_2\text{O}$:

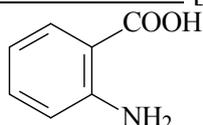


При температуре $130-140^\circ\text{C}$ происходит отщепление кристаллизационной воды и образование гравиметрической формы $\text{Zn}(\text{C}_6\text{H}_7\text{ON})_2$.

Осаждение цинка оксихинолином чаще ведут в слабокислых (минеральных) или 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 антраниловой кислотой.[8]



Антранилат 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.



Цинкантранилат 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.

2) Титриметрические методы.

а) Комплексонометрический метод.[9]

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 комплексом III (ЭДТА) в аммиачном буферном растворе с $pH \approx 10$ в присутствии индикатора эриохромового 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 эриохромового 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, триэтанолламин, торон, 2,3-димеркаптопропанол, тиосульфат натрия, аскорбиновую кислоту, тартрат-ион и др.[7]

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.

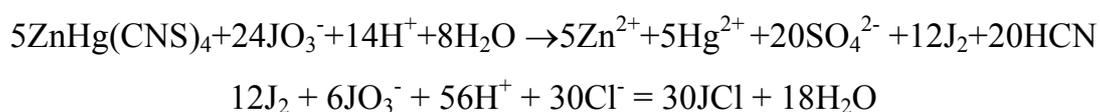
Количество цинка находят по разности. Ошибка определения составляет 0.2-1.5%. Ионы Cu^{2+} можно также маскировать

восстановлением аскорбиновой кислотой или КJ.[3]

б) Титрование оксихинолината цинка.[7] 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 вместе с оксихинолином цинка осаждаются и оксихинолинаты других металлов (меди, алюминия, магния и др.).

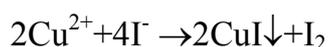
в) Титрование тетрароданомеркураата цинка.[5] Сначала получают нерастворимый $ZnHg(CNS)_4$ реакцией с роданомеркуратом аммония. Затем осадок отфильтровывают и титруют стандартным раствором иодата калия с добавлением хлороформа в качестве индикатора. Титрование проходит в две стадии. На первой стадии выделяется молекулярный иод и окрашивает органический слой. При дальнейшем титровании окраска исчезает, так как иод переходит в нерастворимый в хлороформе 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.



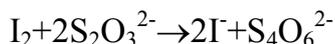
Количественное определение меди

1) Титриметрические методы.

а) Иодометрический метод [6] основан на реакции восстановления иодидом калия двухвалентной меди до одновалентной формы, при этом выпадает практически нерастворимый иодид меди и элементарный иод:

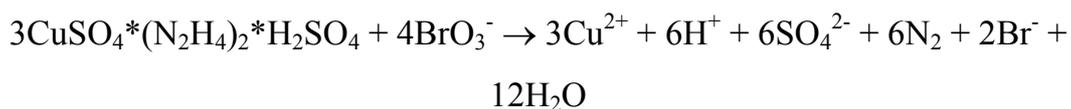


Выделившийся иод титруют раствором тиосульфата натрия:



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 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.

б) Титрование $\text{CuSO}_4 \cdot (\text{N}_2\text{H}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$. [7] Выделяют медь сернокислым гидразином в виде очень малорастворимой 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.

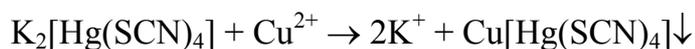
в) Комплексонометрический метод определения основан на способности меди образовывать прочное соединение с комплексоном III. Комплексонометрическое титрование меди можно проводить с разными индикаторами: ПАН; мурексидом; 7-(2-пиридилазо)-8-оксихинолином, и другими. [4]

Комплекс меди с мурексидом окрашивает раствор в желтый или желто-зеленый цвет. Когда вся медь оттитрована, раствор окрашен мурексидом в вишнево-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 четкий.

2) Гравиметрические методы.

а) Метод определения меди в виде тетрароданомеркурата $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$. [5] Медь осаждают, из нагретого до кипения раствора,

содержащего серную или азотную кислоту, действием $K_2[Hg(SCN)_4]$. 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.

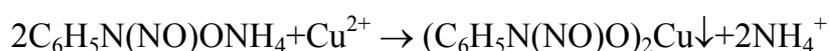


б) 8-Оксихинолин осаждает медь в уксуснокислом, аммиачном и щелочном растворах при pH=5.33 - 14.55.[3] Осадок, высушенный при 105-110°C, соответствует составу $Cu(C_9H_6ON)_2$ (F=0.1808). Показано, что оксихинолилат меди $Cu(C_9H_6ON)_2 \cdot 2H_2O$ разлагается выше 60°C, в то время как безводное соединение 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.

в) Осаждение купфероном. [7] 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. Далее прокаливают до весовой формы – оксида металла. Осаждение купфероном не дает полного осаждения, так как осаждаются многие другие элементы.



Вывод

На основании литературного обзора решено:

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

2) Цинк 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.

Экспериментальная часть

Определение содержания меди

1) Расчёт массы навески.

В образце $\approx 85\%$ меди. Формула для расчета массы навески:

$$p = \frac{C \times V(\text{титр.}) \times \mathcal{E} \times V(\kappa)}{V(\text{ал.}) \times W \times 1000} \approx \frac{0,05 \times 10 \times 63,54 \times 100}{10 \times 0,85 \times 1000} \approx 0,3 \text{ г.}$$

2) Взятие навески.

Масса бюкса с навеской = 11,6892 г.

Масса бюкса после перенесения навески в стакан = 11,3550 г.

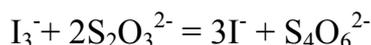
Масса навески = 11,6892 – 11,3550 = 0,3342 г.

3) Растворение медной бронзы и определение меди.

Предварительно была установлена концентрация тиосульфата стандартизацией по бихромату калия ($[K_2Cr_2O_7] = 0.0502 \text{ M}$). Раствор бихромата готовился по точной навеске ($m = 0.4927 \text{ г.}$)

Методика стандартизации раствора тиосульфата натрия.

В бюретку вносят исследуемый раствор тиосульфата. В коническую колбу для титрования на 200-250 мл помещают 10 мл H_2SO_4 , 10 мл 5% р-ра КJ, и пипеткой – 10 мл стандартного раствора $K_2Cr_2O_7$. Оставляют смесь на 5 мин. в темном месте, накрыв часовым стеклом. Затем прибавляют 100 мл дистиллированной воды и быстро титруют раствором $Na_2S_2O_3$ до бледно-желтой окраски, добавляют 1-2 капли крахмала и продолжают титровать при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски раствора. [6]



Результаты титрования:

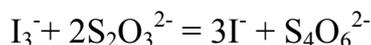
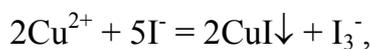
$$V_1 (Na_2S_2O_3) = 8,65 \text{ мл}$$

$$V_2 (Na_2S_2O_3) = 8,64 \text{ мл}$$

$$V_3 (Na_2S_2O_3) = 8,66 \text{ мл}$$

$$V_{\text{ср}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 8,65 \text{ мл}$$
$$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 10 \times 0.0502 / 8,65 = 0,0580 \text{ М}$$

Иодометрическое определение меди основано на реакциях:



$$E^\circ(\text{Cu}^{2+}/\text{CuI}) = 0.86 \text{ В.}$$

Для протекание первой реакции надо создавать кислую среду для предотвращения гидролиза Cu^{2+} (а тем самым повысить потенциал системы $\text{Cu}^{2+}/\text{CuI}$) и брать большой избыток йодида (для понижения потенциала системы $\text{I}_3^-/3\text{I}^-$ и растворения йода).[6]

Реагенты:

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0,0580М раствор,

KI, 5%-ный раствор,

H_2SO_4 , 1М раствор,

H_2SO_4 , $\rho=1.84$,

HNO_3 , $\rho=1.40$,

Крахмал, 1%-ный раствор.

Выполнение определения. Точную навеску сплава переносят во влажный стакан ёмкостью 300 мл, добавляют 20 мл 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 H_2SO_4 и 5 мл конц. H_2SO_4 и упаривают на песочной бане до окончания выделения белых паров. Остаток растворяют в воде (около 25 мл). Нерастворимый остаток (преимущественно 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 H₂SO₄, 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.[6]

Результаты титрования:

$$V_1 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 7,63 \text{ мл}$$

$$V_2 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 7,62 \text{ мл}$$

$$V_3 (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 7,63 \text{ мл}$$

$$V_{\text{cp}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 7,63 \text{ мл}$$

$$m(\text{Cu}) = 7,63 \times 0,0580 \times 63,54 / 100 = 0,2812 \text{ г}$$

Процентное содержание меди = $0,2812 \times 100 / 0,3342 = 84,14\%$.

Определение содержания цинка

1) Расчет массы навески.

В образце $\approx 2\%$ цинка. Формула для расчета массы навески:

$$p = \frac{F \times m(\text{ос.})}{W} \approx \frac{0,1849 \times 0,1}{0,02} \approx 0,4 \text{ г.}$$

2) Взятие навески.

Масса бюкса с навеской = 11,2369 г.

Масса бюкса после перенесения навески = 10,7848 г.

Масса навески = 11,2369 – 10,7848 = 0,4521 г.

3) Растворение навески - по аналогичной методике для меди.

4) Осаждение меди тиосульфатом натрия (C(Na₂S₂O₃)=0.05M)

проводят согласно методу, описанному в литературном обзоре. Степень осаждения определяется изменением окраски раствора. После полного обесцвечивания раствора осаждение меди можно считать полным.

5) Гравиметрическое определение цинка.

Реагенты:

8-оксихинолин, 3%-ный этанольный раствор,

NaOH, 2M раствор,

Винная кислота, $H_2C_4H_4O_6$, кристаллическая,

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

Определение цинка в щелочной среде. В исследуемый раствор (см. пункт 4) добавляют 5 г. винной кислоты, 5-7 капель фенолфталеина и при перемешивании прибавляют из бюретки по каплям раствор NaOH до бледно-розовой окраски. Вводят 10-15 мл раствора NaOH, разбавляют водой до 100 мл и осаждают на холоду раствором 8-оксихинолина. При содержании Zn до 10 мг осадок появляется только через несколько минут. Раствор с осадком нагревают на водяной бане 30-40 минут, полученный осадок отфильтровывают в стеклянный тигель с фильтрующим дном №3 и промывают на фильтре горячей водой до бесцветных промывных вод. Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при 130-140°C до постоянной массы.[2]

6) Расчет количества осадителя:

$$V = \frac{m(Zn) \times 2M(ox)}{M(Zn) \times W(ox) \times \rho(ox)} \approx \frac{0,009 \times 2 \times 144}{65,39 \times 0,05 \times 1} \approx 1 \text{ мл, берется небольшой}$$

избыток.

7) Результаты взвешивания:

а) Доведение тигля до постоянной массы:

$$m_1 = 10,1550 \text{ г,}$$

$$m_2 = 10,1551 \text{ г,}$$

$$m_3 = 10,1551 \text{ г.}$$

Масса тигля доведённого до постоянной массы = 10,1551 г.

б) Доведение тигля с осадком до постоянной массы:

$$m_1 = 10,2065 \text{ г,}$$

$$m_2 = 10,2060 \text{ г,}$$

$$m_3 = 10,2059 \text{ г,}$$

Масса тигля с осадком доведённого до постоянной массы = 10,2059 г.

Масса оксихинолината цинка = 10,2059 - 10,1551 = 0,0508 г.

Масса цинка = $0,0508 \times 0,1849 = 0,0094$ г.

Процентное содержание цинка в образце = $0,0094 \times 100 / 0,4521 = 2,08\%$.

Выводы

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

Содержание меди – 84,14%,

Содержание цинка – 2,08%.

Список литературы

- 1) Методы обнаружения и разделения элементов. Практическое руководство / под ред. акад. Алимарина И.П. М.: Изд. МГУ, 1984. 207 с.
- 2) Фадеева В.И., Иванов В.М. Методическое руководство по гравиметрическим и титриметрическим методам анализа. М.: Изд. МГУ, 1996. 26 с.
- 3) Подчайнова В.И., Симонова Л.Н. Аналитическая химия элементов. Медь. М.: Наука, 1990. 278 с.
- 4) Файнберг С.Ю., Филиппова Н.А. Анализ руд цветных металлов. М.: Metallurgizdat, 1963. 871с.
- 5) Живописцев В.П., Селезнёва Е.Н. Аналитическая химия цинка. М.: Наука, 1975. 197 с.
- 6) Белявская Т.А. Практическое руководство по гравиметрии и титриметрии. М.: Ньюдиамед, 1996. 163 с.
- 7) Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. М.: Госхимиздат, 1981. 1016 с.
- 8) Пилипенко А.Т., Пилипенко Л.А., Зубенко А.И. Органические реагенты в неорганическом анализе. Киев: Наукова Думка, 1994. 336 с.
- 9) Юрист И.М., Талмуд М.М. Селективное комплексонометрическое титрование. М.: Наука, 1993. 231 с.