

Министерство образования Республики Беларусь

Учреждение образования
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра аналитической химии

Химический анализ МОДЕЛЬНЫХ и реальных объектов

Методические указания к выполнению зачетных
индивидуальных работ по дисциплине
«Аналитическая химия и физико-химические
методы анализа» для студентов
химико-технологических специальностей

Минск 2003

УДК 543

Рассмотрены и рекомендованы к изданию редакционно-издательским советом университета.

Составители: Е. В. Радион,
А. Е. Соколовский, Н. А. Коваленко,
Н. Ф. Поповская, И. В. Юрьева

Под редакцией канд. хим. наук, доцента Е. В. Радион

Рецензент доцент кафедры общей и неорганической химии, канд. хим. наук, доцент Т. Л. Залевская

По тематическому плану изданий учебно-методической литературы университета на 2002 год. Поз. 4.

Для студентов химико-технологических специальностей.

© Учреждение образования
«Белорусский государственный
технологический университет»,
2003

© Коллектив авторов,
составление, 2003

ВВЕДЕНИЕ

Высокий уровень развития современных технологических процессов требует от специалистов глубокой теоретической подготовки и навыков практической работы. Одной из важнейших задач подготовки будущего инженера-химика-технолога является обучение студентов теоретическим основам аналитической химии и различным методам химического анализа. Возможность самостоятельного выбора метода анализа и его проведения предоставляется студентам при выполнении зачетной работы, завершающей лабораторный практикум по аналитической химии.

Зачетная работа – это заключительная, самостоятельная, более сложная и интересная лабораторная работа по анализу какого-либо модельного или реального объекта. Обычно студенты сами выбирают тему из предложенного кафедрой списка работ. Советуем Вам выбрать тему, которая наиболее интересна и связана с Вашей будущей профессиональной деятельностью.

Сразу же после того, как Вы выбрали тему работы, у Вас возникнет множество вопросов: «С чего начать?», «Как выбрать метод?», «Где найти нужную информацию?» и др. Еще больше вопросов будет возникать по мере выполнения работы. Методические указания помогут Вам найти ответ на многие из них, помогут преодолеть типичные трудности, возникающие при получении нужной аналитической информации о химическом составе выбранного объекта. В рамках этих указаний мы вместе с Вами на типовых примерах шаг за шагом пройдем все стадии аналитического процесса от постановки задачи до обработки результатов анализа. Если Вы внимательно прочитаете указания, то сможете многое почерпнуть из рассмотренных примеров и, самое главное, постигнуть логику рассуждений химика-аналитика. Тогда Вы справитесь с любой поставленной перед Вами аналитической задачей.

1. ОРГАНИЗАЦИЯ И ПЛАНИРОВАНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ПО АНАЛИЗУ МОДЕЛЬНЫХ И РЕАЛЬНЫХ ОБЪЕКТОВ

1.1. Общая схема аналитического процесса

На рис. 1 представлена схема аналитического процесса (анализа). Независимо от метода анализа все стадии процесса являются обязательными и выполняются в указанной последовательности.

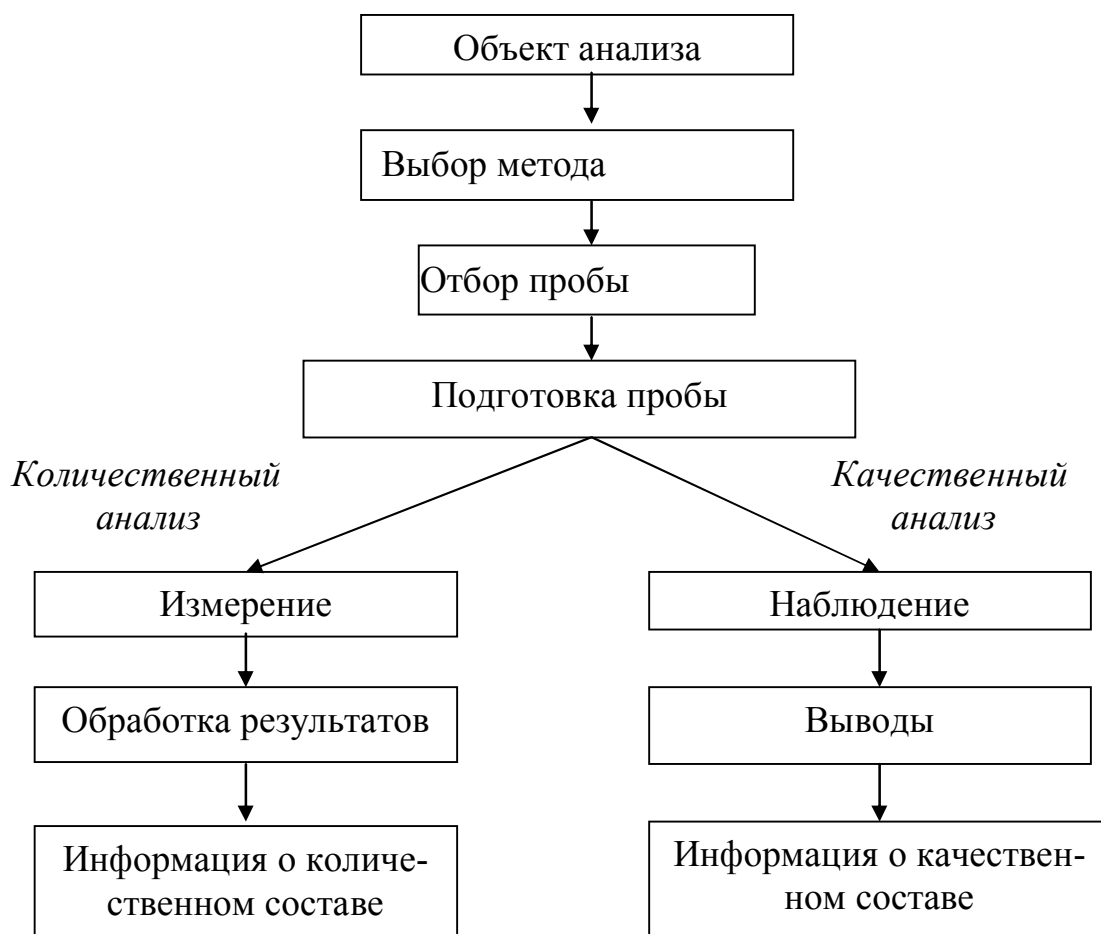


Рис. 1. Общая схема аналитического процесса

Объект анализа может быть любым. В зависимости от объекта различают следующие методы анализа: анализ металлов, сплавов, природных и сточных вод, почв, силикатов, минералов, газовый анализ и т. д., которым посвящены специальные руководства по анализу

[см. раздел 5.5]. В разделе 2.1 методических указаний даны общие рекомендации по составлению химико-аналитической характеристики объекта анализа, а в разделе 4 приведены соответствующие типовые примеры.

Выбор метода анализа зависит от содержания вещества в пробе, мешающих примесей, скорости выполнения анализа, наличия реактивов, оборудования и т. д. В подразделах 2.3 и 2.4 указано, на что следует обратить особое внимание при выборе метода и методики анализа. В разделе 4 на конкретных примерах приведен ход рассуждений химика-аналитика при выборе метода. **Необходимо внимательно изучить эти разделы, т. к. при выполнении заданий лабораторного практикума Вам не приходилось выбирать метод самостоятельно.**

Стадия отбора пробы включает в себя отбор пробы, усреднение ее и взятие навески. Эта операция является иногда даже более важной, чем выполнение анализа. В ГОСТах по техническому анализу обязательно указывается, как правильно отобрать пробу для проведения анализа. В методических указаниях этой стадии посвящен подраздел 2.6. Примеры Вы найдете в разделе 4.

Подготовка пробы включает в себя растворение пробы, а также разделение компонентов, если метод не селективен. Необходимые сведения и ссылки на литературу приведены в подразделе 2.7, а примеры – в разделе 4. **Обратите особое внимание на стадии пробоотбора и пробоподготовки, поскольку в лабораторном практикуме Вы с ними не сталкивались.**

Измерение величины аналитического сигнала проводят с целью количественного определения (см. подраздел 2.8), а наблюдение аналитического эффекта – с целью качественного определения (обнаружения).

Заключительный этап – это расчет результатов анализа (количественный анализ) или выводы о составе пробы (качественный анализ). Именно на этом этапе аналитик получает нужную информацию. Обработке результатов количественного анализа посвящен подраздел 2.9.

Поскольку последние этапы выполняются по-разному в зависимости от цели анализа, то необходимые сведения содержатся в разных разделах методических указаний – 2 и 3.

1.2. Основные этапы планирования и выполнения зачетной работы

1.2.1. Этапы планирования работы

К реализации этих этапов необходимо приступить заблаговременно, когда Вы получили тему зачетной работы. В этом случае у Вас есть достаточно времени для библиографического поиска и работы с литературой.

1. Формулировка аналитической задачи и ее научно-техническое обоснование.

Формулировка аналитической задачи включает в себя:

– определение конечной цели анализа (*основное правило здесь – не определив цель, не начинай анализ*). «Информация» о цели работы для всех вариантов помещена на стендах в учебных лабораториях.

– характеристики пробы анализируемого вещества (количество, агрегатное состояние, происхождение материала, технологию получения, некоторые физические свойства, определяемые в лаборатории или известные из научно-технической литературы). В указанной выше «Информации» узнайте, какой именно объект анализа Вам будет выдан. Некоторые характеристики пробы (количество, происхождение) можно уточнить при беседе с преподавателем, другие – найти самостоятельно в литературе (см. подраздел 1.5). Если Вам дана задача из области аналитического контроля производственного процесса, полезно ознакомиться со схемой этого процесса, чтобы представлять, какие вещества и факторы могут оказать влияние на результаты анализа;

– характеристики задачи анализа (определяемые элементы, вид анализа – качественный, количественный, время анализа, диапазон определяемых концентраций, допустимые погрешности анализа). Первые две характеристики обычно фигурируют в названии и цели работы, а остальные надо продумать самостоятельно.

2. Выбор и оценка метода анализа (см. подраздел 2.3).

3. Выбор и оценка методики анализа (см. подраздел 2.4).

4. Проведение необходимых теоретических расчетов (см. подраздел 2.5).

1.2.2. Этапы подготовки эксперимента

5. Подготовка приборов, посуды, реактивов.

6. Приготовление и стандартизация рабочих растворов.

Эти этапы можно выполнить за 1–2 недели до выполнения основного эксперимента, что значительно сократит время выполнения работы. Для этого следует заранее продумать и согласовать с преподавателем вопрос, какое оборудование, посуда и реактивы Вам могут понадобиться. Вы можете рассчитывать на то, что у лаборантов можно будет получить (*дополнительно к имеющейся посуде и оборудованию*):

- фарфоровые ступки для измельчения пробы;
- водяные бани;
- колонки с ионитами;
- сита с различным размером ячеек;
- др. необходимое оборудование и посуду по предварительной заявке, согласованной с преподавателем.

Кроме того, заранее можно проверить расчеты, связанные с приготовлением и стандартизацией рабочих растворов. Рабочие и вспомогательные растворы, которые используются в лабораторном практикуме, можно будет получить у лаборантов. При этом **стандартизацию титрантов Вам надо провести самостоятельно**. Рабочие и вспомогательные растворы, которые не используются в лабораторном практикуме, Вам следует **приготовить и стандартизировать самостоятельно**. Заявку на все реактивы, которые не используются в практикуме, необходимо подать лаборантам за 2–3 недели до выполнения работы. Заявка должна быть согласована с преподавателем и подписана им.

1.2.3. Выполнение и защита работы

7. Допуск к выполнению работы.

Допуск проводится в виде собеседования с преподавателем по пунктам 1–6 «Плана отчета», который приведен в подразделе 1.3. Кроме того, в ходе собеседования Вам надо продемонстрировать знание правил техники безопасности при работе с веществами и приборами, используемыми в работе.

8. Выполнение эксперимента (см. подраздел 2.6).

После получения допуска к работе лаборанты выдадут Вам образец для анализа. Не забудьте записать в свой лабораторный журнал номер склянки, из которой Вы отобрали пробу для проведения анализа! Данные эксперимента Вам необходимо занести в лабораторный журнал.

9. Обработка результатов анализа (см. подраздел 2.9).

Проводится с применением микрокалькуляторов и/или ЭВМ.

10. Составление отчета (см. подраздел 1.3).

11. Защита работы и обсуждение результатов.

При защите завершенной работы Вам необходимо ответить на ряд типовых вопросов, приведенных в подразделе 1.4. Это создает логическую последовательность и позволяет осуществить взаимосвязь между различными лабораторными работами и в целом теоретически и экспериментально осмыслить аналитическое исследование по теме зачетной работы.

1.3. План отчета о выполнении зачетной работы

Важным моментом является составление отчетной документации о проведенной работе и оценка полученных результатов, поэтому Вам надо составить письменный отчет о выполнении зачетной работы в соответствии с планом, приведенным ниже.

1.3.1. Количественный анализ вещества

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Краткая химико-аналитическая характеристика объекта анализа и определяемого компонента.
4. Обоснование выбора метода анализа применительно к конкретному объекту анализа (*обзор методов анализа, позволяющих решить поставленную задачу; обоснование выбора предложенного метода, его сущность и аналитическая характеристика; в случае необходимости – расчет кривой титрования, выбор индикатора и оценка индикаторной погрешности титрования*).
5. Химические реакции, лежащие в основе определения. Условия их проведения. Для титриметрического определения – факторы эквивалентности веществ.
6. Отбор пробы (*включая усреднение пробы, взятие и расчет навески*) и ее подготовка к анализу (*выбор растворителя, оценка необходимости проведения разделения, концентрирования или маскирования*).
7. Ход выполнения работы (*включая приготовление и стандартизацию рабочих растворов*).
8. Экспериментальные данные.

9. Обработка результатов анализа.
10. Оценка погрешности определения.
11. Список использованной литературы.

1.3.2. Качественный анализ вещества

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Краткая химико-аналитическая характеристика объекта анализа и предполагаемых компонентов (*если возможно*).
4. Схема анализа применительно к конкретному объекту анализа (*если анализ будет проводиться систематически*) или обоснование возможности дробного обнаружения компонентов.
5. Отбор пробы и ее подготовка к анализу (*выбор растворителя, оценка необходимости проведения разделения или маскирования*).
6. Предварительные испытания (*с уравнениями реакций и выводами*).
7. Ход выполнения работы (*с указанием аналитических реагентов, условий проведения аналитических реакций, уравнений реакций и наблюдаемых аналитических эффектов*).
8. Выводы о качественном составе образца.
9. Список использованной литературы.

1.4. Защита выполненной работы

Для защиты работы Вам следует продумать ответы на следующие типовые вопросы:

1. Какова цель аналитической работы?
2. К какому разделу курса относится данная работа?
3. Какова сущность выбранного метода (обоснование, химические реакции и законы, лежащие в его основе, избирательность, чувствительность, допустимые погрешности и их расчет, преимущества и недостатки)?
4. Какова характеристика избранной методики анализа (условия и способы выполнения анализа)?
5. Какие выводы можно сделать из проведенного аналитического исследования?
6. Какова связь завершенной работы с остальными разделами изучаемого курса и другими дисциплинами, в т. ч. технологическими?

1.5. Основы библиографического поиска информации по аналитической химии

1.5.1. Краткие сведения о поиске информации по аналитической химии с помощью библиотечных каталогов

В справочно-библиографическом отделе библиотеки БГТУ есть несколько каталогов, позволяющих найти нужную информацию по ключевым словам. В роли этих слов может выступать название объекта анализа, определяемого компонента или метода анализа, фамилия автора и т.д. Для успешного поиска необходимо знать принцип составления и возможности каждого каталога (см. табл. 1), а также продумать, по каким ключевым словам можно вести поиск.

Кроме указанных библиотечных каталогов, Вы можете вести поиск необходимой информации в Internet (по ключевым словам).

Путь библиографического поиска показан на рис. 2.

Использование АК. Каталог используют в двух случаях:

- известна фамилия автора книги;
- известно название сборника, который написан большим коллективом авторов.

Таблица 1

Названия каталогов и принцип их составления

Название каталога	По какому принципу расставлены карточки
Алфавитный каталог (АК)	В алфавитном порядке по <u>фамилиям авторов</u> или <u>названиям книг</u> (если сборник, журнал)
Систематический каталог (СК) с алфавитно-предметным узателем (АПУ)	В СК карточки сгруппированы по <u>отраслям знаний</u> и расположены в логической последовательности от общих вопросов к частным. В АПУ к СК карточки расставлены в алфавитном порядке по <u>ключевым словам</u> .
Электронный каталог (ЭК)	<u>Позволяет вести поиск</u> : – по фамилии автора или названию сборника (аналогично АК) – по ключевым словам (аналогично СК).

Использование СК. Вы получили тему работы, например «*Определение кадмия (II) в сточных водах*». Этого недостаточно для работы с СК. Чтобы найти нужную информацию, Вам надо:

- 1) исходя из темы, установить объект анализа, определяемое вещество и цель работы (*сточные воды, кадмий, определение* – это ключевые слова);
- 2) теперь можно обратиться к АПУ и найти в нем карточки с соответствующими ключевыми словами;
- 3) на карточках АПУ будут указаны номера разделов СК, куда следует обратиться;
- 4) найдя свой раздел каталога, например 543 «*Аналитическая химия*», 543.3 «*Анализ воды*», необходимо стремиться наиболее четко и точно подобрать в нем раздел и подраздел, соответствующий объекту, определяемому веществу и цели анализа (*сточные воды, кадмий, определение*). Переходя от нужного раздела к нужному подразделу, Вы постепенно сужаете круг поиска и в конечном итоге просматриваете карточки с названиями изданий внутри подраздела.

Дежурный библиограф по Вашей просьбе всегда окажет Вам необходимую помощь. Тематический список литературы, рекомендуемой для подготовки к выполнению зачетных работ и имеющейся в библиотеке БГТУ, приведен в разделе 5.

1.5.2. Краткие сведения о поиске методик определения в ГОСТах

Государственные стандарты (ГОСТы) – это нормативные документы, содержащие те или иные сведения по определенным отраслям промышленности. В них можно найти информацию о требованиях к качеству и составу многих реальных промышленных объектов анализа, а также описание методик анализа.

Чтобы найти ГОСТ, изданный до 2001 г., используют:

- сборники ГОСТов;
- указатели ГОСТов, в которых стандарты распределены по разделам (отраслям промышленности). Каждый раздел поделен на классы. Каждый класс поделен на подклассы. Нужный ГОСТ с методикой анализа следует искать в подклассе «Методы испытаний».

Чтобы найти ГОСТ, изданный после 2001 г., используют Каталог нормативных документов по стандартизации. В нем есть 3 указателя:

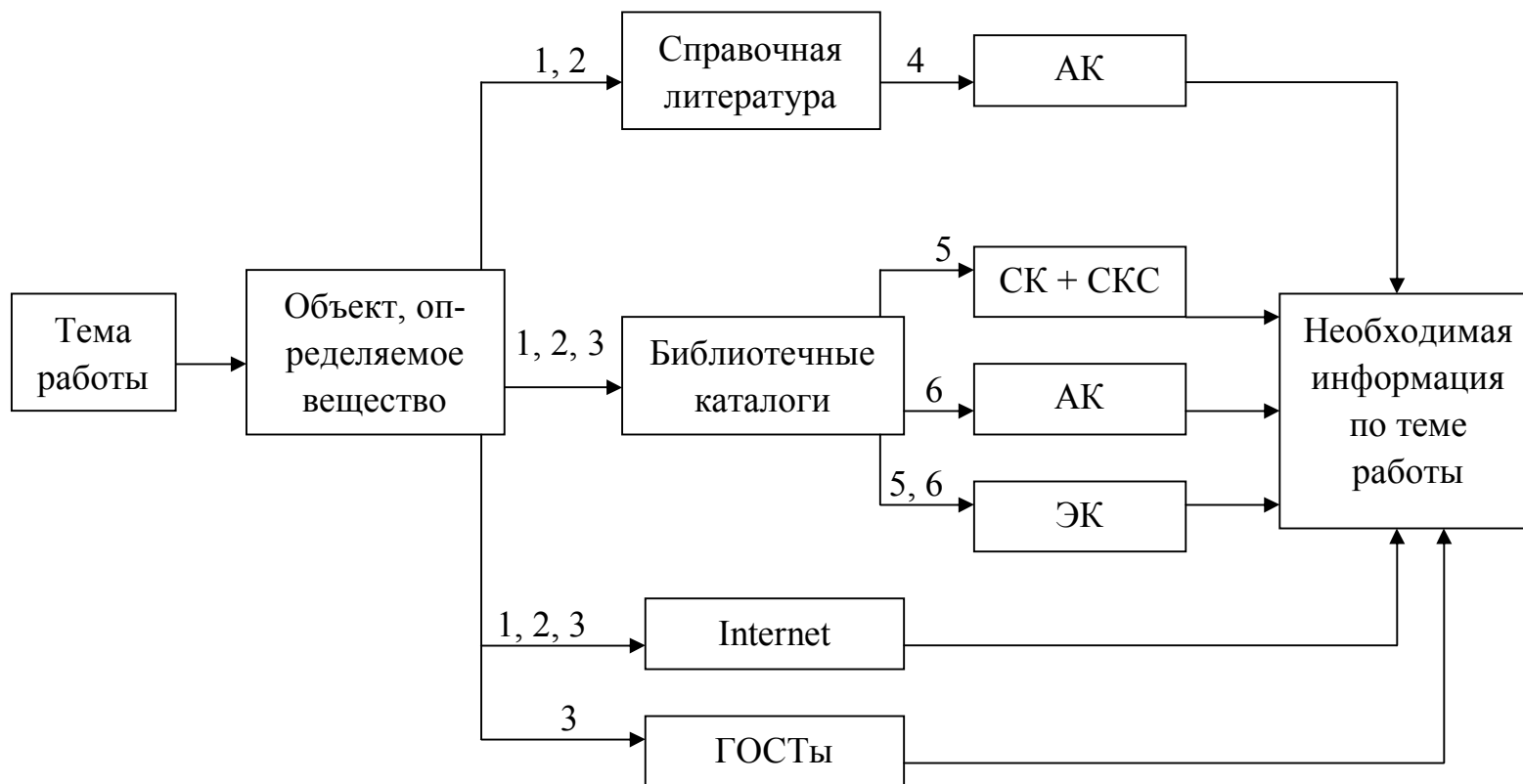


Рис.2. Путь библиографического поиска:

1 – нужна информация об объекте; 2 – нужна информация о веществе; 3 – нужна информация о методах анализа;
 4 – есть ссылка на книгу; 5 – есть тема; 6 – есть автор и название книги

- тематический (поиск ведется по отраслям промышленности аналогично СК);
- предметный (поиск ведется по ключевым словам аналогично АПУ к СК);
- нумерационный (им пользуются, если известен номер нужного ГОСТа).

Дежурный библиотекарь читального зала по Вашей просьбе всегда окажет Вам необходимую помощь в поиске нужного ГОСТа.

1.5.3. Краткие сведения о поиске информации по аналитической химии в периодических изданиях

Самые последние данные, полученные в области аналитической химии, следует искать в периодических изданиях:

- «Журнал аналитической химии» (ЖАХ);
- журнал «Заводская лаборатория» (Зав. лаб.).

В справочно-библиографическом отделе библиотеки БГТУ есть систематическая картотека статей с алфавитно-предметным указателем (СКС с АПУ). Пользуются ей так же, как СК с АПУ (см. подраздел 1.5.1).

1.5.4. Виды источников информации. Поиск информации об объекте анализа и определяемом компоненте

Приступая к выполнению зачетной работы по аналитической химии, необходимо в первую очередь просмотреть литературные источники, касающиеся объекта анализа, с помощью которых можно получить сведения о его происхождении, химическом составе, свойствах и т. д. Кроме того, в качестве источника информации можно использовать Internet.

Модельные объекты анализа являются искусственно приготовленными смесями неорганических либо органических веществ, следовательно, основной источник информации о компонентах этих смесей – учебники и справочники по неорганической, органической и аналитической химии [см. подраздел 5.1].

Информацию о реальных технологических и природных объектах анализа лучше всего искать в специальных отраслевых справоч-

никах и руководствах по анализу, причем заглавие такого издания обычно содержит название интересующего объекта.

В подразделе 2.1, табл. 2 приведен перечень рекомендуемой литературы по всем объектам анализа, которые предлагаются для выполнения зачетных работ. Это всего лишь примерный перечень, и Вы всегда сможете найти и другие источники, помимо указанных в нем.

Свойства определяемого компонента можно найти в учебниках и справочниках по неорганической, органической и аналитической химии [см. подраздел 5.1].

1.5.5. Поиск информации о методах и методиках анализа

Для выбора оптимального метода анализа можно использовать:

- 1) учебники и учебные пособия, в которых описаны лабораторные работы;
- 2) общие руководства по химическому анализу;
- 3) руководства по отраслевому анализу;
- 4) руководства по анализу отдельных объектов, например анализу минерального сырья, анализу металлов и сплавов, анализу вод и почв, анализу технологических материалов, анализу пищевых продуктов;
- 5) книги из серии «Аналитическая химия элементов»;
- 6) сборники, посвященные отдельным методам аналитической химии;
- 7) Internet.

Если Вы заранее тщательно проработали вопрос «Химико-аналитическая характеристика объекта анализа и определяемого компонента», то это позволит Вам значительно сузить круг поиска метода и методики анализа. Дело в том, что на основании изучения свойств вещества можно сделать выводы, какие методы, в принципе, можно применить. Тогда дальнейший поиск метода значительно упрощается. Например, для определяемого иона кадмия (II) характерны реакции осаждения и комплексообразования, следовательно, можно просмотреть литературу по гравиметрическому и комплексонометрическому методам анализа или соответствующие разделы в учебных пособиях и руководствах по анализу.

2. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ МОДЕЛЬНЫХ И РЕАЛЬНЫХ ОБЪЕКТОВ

В зависимости от объекта химический анализ делится на лабораторный и технический. Все лабораторные работы, которые Вы выполнили в общем практикуме, относятся к лабораторному анализу модельных объектов. Эти работы адаптированы для учебных целей: в растворе, как правило, находилось одно вещество, методика анализа была подробно описана в методических указаниях или учебнике, и Вам оставалось лишь выполнить все в соответствии с прописью и грамотно провести расчет результатов.

При выполнении зачетных работ многие из вас познакомятся с элементами технического анализа реальных объектов соответствующих отраслей химической технологии. Технический анализ нужен для контроля качества сырья, готовой продукции и контроля за ходом технологического процесса. В отличие от лабораторного анализа модельных объектов технический анализ часто более трудоемок за счет более сложного состава реальных объектов. **Тем не менее мы советуем Вам не бояться трудностей и при выборе темы, учитывая свою будущую специальность, обратить особое внимание на зачетные работы, связанные с:**

- химическим контролем в производстве неорганических веществ (анализ аммиачных вод, анализ смеси H_2SO_4 и H_3PO_4 и др.);
- аналитическим контролем в производстве удобрений (определение содержания аммонийного азота и P_2O_5 в фосфорном удобрении и др.);
- анализом продуктов производства основного органического синтеза (определение содержания муравьиной кислоты, формальдегида и т. д.);
- химическим анализом сырьевых материалов производства стекла (определение содержания CaO и MgO в доломите, B_2O_3 в борной кислоте, анализ медного купороса, анализ технического хромпика на содержание $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и др.);
- химическим контролем в электрохимическом производстве (определение содержания Fe(II) , Cu(II) , Ni(II) , Co(II) , Zn(II) , CrO_3 и т. д. в электролитах для гальванических покрытий);
- анализом объектов окружающей среды (производственных сточных вод на содержание Cu(II) , Ni(II) , Co(II) , Zn(II) , Ca(II) , NH_4^+ , формальдегида и др.).

Если Вы выберете такую тему, то в отчете желательно показать необходимость проведения анализа конкретного вещества в своей отрасли, указать технологические процессы, для контроля которых используется этот анализ, в некоторых случаях – даже указать конкретные предприятия Беларуси, где необходимо контролировать качество сырья и готовой продукции с использованием данной методики анализа. Многие реальные объекты для выполнения зачетных работ Вам предоставили выпускающие кафедры и предприятия соответствующих отраслей промышленности.

2.1. Химико-аналитическая характеристика объекта анализа

Химико-аналитическая характеристика объекта анализа должна содержать набор сведений, необходимых для правильного выбора метода анализа. По результатам библиографического поиска Вам необходимо собрать сведения о качественном и, если это окажется возможным, количественном составе объекта. Содержание соответствующего раздела отчета может быть различным в зависимости от поставленной аналитической задачи.

Если качественный состав объекта анализа известен, то Вам надо сделать выводы: по каким компонентам смеси целесообразно вести количественный анализ, какие компоненты могут помешать определению.

Необходимые сведения можно найти в соответствующих учебниках, справочниках по специальным дисциплинам, руководствах по отдельным видам анализа (табл. 2).

Таблица 2

Поиск информации о химическом составе объекта анализа

Объекты анализа	Рекомендуемая литература
1	2
Технические образцы веществ	1, 3–7, 10, 77, 85
Технологические растворы	1, 43, 52, 53, 62, 81, 98, 100
Минеральное сырье для химического производства	1, 3–7, 10, 71, 77, 85, 86, ГОСТы
Органическое сырье для химического производства	62, 65–67, 69, 95, ГОСТы

1	2
Отходы производства	1, 3–7, 10, 43, 65, 67, 70, 71, 77
Минералы	1, 3, 91, 92
Силикатные материалы	85, 86, 91, 92, 94, ГОСТы
Сплавы	1, 3, ГОСТы
Катализаторы	1, 3–7, 10, 77–79
Электролиты	1, 3–7, 10, 81, 82, 84
Полиграфические и фотоматериалы	96–102
Удобрения	70–73, ГОСТы
Сточные воды	43, 49, 51–53
Природные воды	49, 51, 53
Продукты питания	56–58, ГОСТы

Типовые примеры химико-аналитической характеристики объекта анализа приведены в разделе 4.

2.2. Химико-аналитическая характеристика определяемого компонента

Химико-аналитическая характеристика определяемого компонента должна включать сведения, необходимые для выбора оптимального метода анализа. Основными литературными источниками являются справочники по аналитической, общей и неорганической химии [см. подраздел 5.1]. Если объект анализа – органическое соединение, то нужно использовать учебники и справочники по органической химии [62]. В зависимости от химической природы определяемого компонента и цели анализа Вам могут потребоваться различные данные, но прежде всего надо задать себе главный вопрос:

«Характерны ли для определяемого компонента следующие реакции:

- I. Кислотно-основного взаимодействия** (решается на основании данных таблицы значений K_a и K_b).
- II. Окисления-восстановления** (решается на основании данных таблицы значений E^o).

III. Осаждения (решается на основании данных таблицы значений PP).

IV. Комплексообразования (решается на основании данных таблицы значений $K_{уст}$)?».

Прежде всего надо обратиться к справочникам по аналитической химии [7, 8, 10], где есть таблицы значений констант диссоциации слабых кислот и оснований, произведений растворимости малорастворимых веществ, констант устойчивости комплексных соединений, стандартных окислительно-восстановительных потенциалов сопряженных пар. Кроме того, можно использовать учебники по неорганической химии элементов или учебники по органической химии, причем в последних Вас должны интересовать только те реакции, которые проводятся в растворе (именно такие реакции используются чаще всего в аналитической химии).

Кроме главного вопроса, касающегося основных химических свойств компонента, могут возникнуть вопросы относительно его особых химических свойств, например поведения при термическом воздействии. Сведения о температурах разложения веществ приводятся в справочниках по общей и неорганической химии [1–6].

Необходимый минимум свойств и констант определяемого компонента в зависимости от его природы перечислен в табл. 3.

Если анализируемый объект имеет сложный состав, то полезно точно так же рассмотреть свойства мешающих компонентов пробы с тем, чтобы найти различия в химических свойствах определяемого и мешающих компонентов. Это позволит Вам оценить необходимость разделения или маскирования и выбрать наиболее подходящий для этого метод. Примеры химико-аналитической характеристики определяемого компонента приведены в разделе 4.

2.3. Выбор метода анализа

В образовательных стандартах всех химико-технологических специальностей указано, что «в области аналитической химии **будущий специалист должен иметь навыки выбора оптимальных методов анализа применительно к конкретным системам** при получении, очистке и утилизации веществ». Следовательно, эта стадия аналитического процесса для Вас является исключительно важной.

Таблица 3

Свойства и константы веществ, необходимые для составления химико-аналитической характеристики определяемого компонента

<i>Природа определяемого компонента</i>	<i>Табличные значения</i>	<i>Свойства веществ</i>	<i>Какие выводы необходимо сделать</i>
1	2	3	4
Неорганическое вещество			
1. Сильная кислота или сильное основание	Для аниона кислоты или катиона основания: ПР малорастворимых солей, окислительно-восстановительные потенциалы, константы устойчивости комплексных соединений	Агрегатное состояние, растворимость в воде	Для кислоты или основания наиболее характерны реакции I типа. Характерны ли для аниона кислоты или катиона основания химические реакции II–IV типов?
2. Соль сильной кислоты и сильного основания	Свойства катиона и аниона соли, как в п. 1	Агрегатное состояние, растворимость в воде	Характерны ли для аниона кислоты и катиона основания химические ре-

			акции II–IV типов?
3. Слабая кислота или слабое основание	Константа диссоциации слабой кислоты или слабого основания и все константы по п. 1	Агрегатное состояние, растворимость в воде	См. п. 1
4. Соль слабой кислоты или слабого основания	Константа диссоциации слабой кислоты или слабого основания и все константы по п. 1	Агрегатное состояние, растворимость в воде	Характерны ли для аниона кислоты или катиона основания химические реакции I–IV типов?
5. Ион	Свойства катиона или аниона, как в п. 1. Константа диссоциации слабой кислоты или слабого основания – если необходимо	–	Характерны ли для иона химические реакции I–IV типов?

6. Кристаллогидрат соли	Константы для катиона и аниона соли аналогично п. 2 и п. 4	Растворимость в воде, температура потери кристаллизационной воды и/или фазового перехода	В какой среде (нейтральной, кислой, щелочной) растворяется соль? Далее см. п. 2 или п. 4
7. Оксид	Константы, как в п. 5 для катиона или аниона, которые образуются при растворении оксида	Агрегатное состояние и характер оксида	В какой среде (нейтральной, кислой, щелочной) растворяется оксид и какое соединение при этом образуется? Далее см. п.п. 1–4 в зависимости от продукта реакции
8. Объект для определения потерь при прокаливании (п. п. п.)	–	Общие сведения об определении п. п. п. согласно учебникам по аналитической химии и техническому анализу	При какой температуре и каком времени выдержки необходимо вести прокаливание?

9. Другое неорганическое вещество	Константы, как в п. 3	Агрегатное состояние. В чем растворяется? Химические свойства	Как перевести вещество в раствор? Что при этом образуется в растворе? Далее см. п. 3
Органическое вещество			
10. Слабая органическая кислота	См. п. 3	См. п. 3 и п. 11	См. п. 3 и п. 11

<p>11. Органические вещества разных классов</p>	<p>–</p>	<p>Агрегатное состояние. В чем растворяется? Химические свойства</p>	<p>Способно ли вещество стехиометрически окисляться в мягких условиях, реагировать в растворе с галогенами, органическими и неорганическими реактивами? Какие реакции можно использовать для аналитических целей?</p>
---	----------	--	---

Выбор метода анализа зависит от поставленной задачи и свойств исследуемого вещества. Предварительно надо составить краткий обзор возможных методов определения данного компонента, исходя из химико-аналитической характеристики вещества, а затем обосновать выбор оптимального, на Ваш взгляд, метода анализа объекта, исходя из примерного содержания элемента в образце, химической формы его соединений, наличия примесей и т. д. Каждый из возможных методов оценивается по избирательности и чувствительности в отношении определяемого компонента; по времени, затрачиваемому на выполнение анализа; по воспроизводимости и точности (см. рис. 3). Примеры рассуждений химика-аналитика при выборе метода анализа приведены в разделе 4.

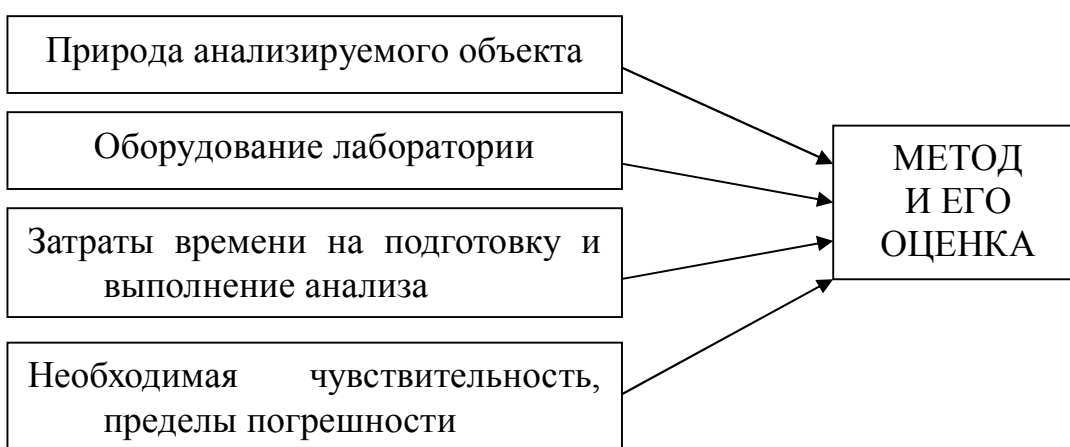


Рис. 3. Выбор и оценка метода анализа

2.4. Выбор методики

Выбор методики анализа заключается в подборе условий и способов выполнения анализа. Рассматриваемые методики сравнивают и оценивают, исходя из условий последовательного выполнения операций анализа (см. рис. 4).

На основе оценки выбранной методики полезно повторно обсудить метод анализа и по возможности максимально упростить его схему.

Примеры рассуждений химика-аналитика при выборе методики анализа приведены в разделе 4.

Главное – не превращайте отчет о выполненной работе в «сборник методик анализа»! Основную информацию о найденных

методиках анализа лучше всего свести в таблицу (см. табл. 4), что поможет Вам выбрать наиболее подходящую методику с учетом возможностей лаборатории, запаса времени и т. п.



Рис. 4. Выбор и оценка методики анализа

Таблица 4

Информация о методиках анализа

Метод и способ проведения анализа	Применяемый аналитический реагент	Условия проведения аналитической реакции	Фиксирование к. т. т. (для титриметрических методик), гравиметрическая форма (для гравиметрических методик)

Если даже Вам не удалось найти конкретную методику определения, но Вы знаете, какой метод применим, то методику анализа можно составить самостоятельно по аналогии с известными. Например, кадмий (II) осаждается в виде оксалата, следовательно, можно оттитровать его перманганатометрически. Готовая методика в руководствах не описана, но широко известны аналогичные методики определения кальция (II), которыми можно воспользоваться, учитывая общее свойство обоих ионов осаждаться в виде оксалатов.

2.5. Предварительные теоретические расчеты

При модификации методики анализа, и особенно при разработке новой оригинальной методики, большую помощь могут оказать предварительные теоретические расчеты. К ним относятся расчеты равновесий, построение теоретических моделей процесса (например, кривых титрования), расчеты для выбора оптимальных условий анализа (рН, концентраций реагентов, температуры).

Табл. 5 поможет Вам сориентироваться в необходимости проведения предварительных теоретических расчетов.

Кроме того, на основании проведенного расчета констант равновесия можно из нескольких аналитических реакций выбрать наиболее подходящую.

Таблица 5

Теоретические расчеты, которые необходимо провести при подготовке к выполнению зачетной работы

Что надо рассчитать?	В каких случаях требуется выполнить расчет?	Какие выводы надо сделать?
1	2	3
1. Кривую кислотно-основного титрования	Если необходимо выбрать кислотно-основной индикатор и можно выполнить расчет по приближенным формулам	Можно ли провести прямое титрование? Если да – то почему и с каким индикатором? Если нет – то почему и какой способ титрования надо применить?
2. Индикаторную погрешность кислотно-основного титрования	Если рассчитана кривая по п. 1 и выбран индикатор	Правильно ли выбран индикатор с учетом требуемой точности определения?
3. Кривую окислительно-восстановительного титрования	Если необходимо выбрать окислительно-восстановительный индикатор	Надо ли увеличивать скачок титрования?

1	2	3
4. Константу окислительно-восстановительной реакции	Во всех случаях использования окислительно-восстановительных реакций	Каково направление реакции? Можно ли сместить равновесие в требуемом направлении? Можно ли использовать реакцию для титрования?
5. Растворимость осадка в промывной жидкости	Если проводится гравиметрическое определение по методу осаждения	Можно ли использовать данную промывную жидкость для промывания осадка? Если да – то почему? Если нет – то чем ее можно заменить?

Все остальные расчеты, которые не относятся к теоретическим, рассмотрены в разделе 4 и подразделах 2.6, 2.9.

2.6. Отбор пробы

Отбор пробы играет существенную роль в химическом анализе, т. к. ошибки, допущенные на стадии отбора пробы, могут привести к значительному искажению результатов самого анализа. Способы отбора пробы зависят от агрегатного состояния анализируемого объекта (они различны для газов, жидкостей и твердых веществ), неоднородности анализируемого материала, изменения свойств и состава объекта во времени и т. д.

Однако, в любом случае способ отбора пробы должен обеспечить ее представительность – соответствие состава и свойств пробы среднему составу и свойствам анализируемого объекта.

Для выполнения зачетных работ по анализу сточных вод, электролитов различной природы, технологических растворов и т. п. Вам предлагают образцы гомогенных жидкостей, поэтому перед отбором пробы достаточно тщательно перемешать содержимое склянки.

При анализе твердых объектов (минералов, технических образцов, катализаторов и т. п.) образцы измельчают в фарфоровых ступ-

ках, перемешивают и берут рассчитанную навеску на аналитических весах.

По ГОСТу отбор пробы при анализе сплавов и металлов в слитках осуществляют в виде стружки, взятой в различных участках и на разной глубине. Поскольку зачетные работы, предлагаемые Вам, носят учебный характер, образец сплава в виде небольшого куса достаточно растворить, подобрав соответствующий растворитель.

Анализируемый объект может содержать определенное количество воды в виде влаги, содержание которой изменяется в зависимости от температуры и влажности окружающей среды, способа отбора и хранения пробы. Гигроскопичные и летучие вещества требуют специальных условий при отборе пробы и ее взвешивании. Эти условия указаны в аналитических прописях. При работе с негигроскопичными объектами не требуется предпринимать каких-либо особых мер. Более подробно с вопросами пробоотбора Вы можете познакомиться в соответствующих разделах учебников [см. подраздел 5.4.1].

Для получения правильных результатов анализа необходимо подобрать величину навески пробы или объем анализируемого раствора. Эти величины зависят от содержания определяемого компонента и методики определения.

2.6.1. Расчет навески пробы для последующего гравиметрического определения

В гравиметрическом методе анализа надо взять такую навеску анализируемого вещества, чтобы, в зависимости от структуры осадка, масса гравиметрической формы составляла:

- | | |
|-------------------------------|--------|
| – для аморфных осадков | 0,1– |
| | 0,2 г; |
| – для кристаллических осадков | 0,2– |
| | 0,5 г. |

Поскольку при анализе реальных объектов количественный состав анализируемого материала неизвестен, рекомендуется рассчитанную навеску увеличить, например, в 1,5–2 раза.

2.6.2. Расчет навески пробы для последующего титриметрического определения

В титриметрических методах анализа величина навески анализируемого вещества, помимо перечисленных выше факторов, зависит также от концентрации применяемых рабочих растворов (титрантов). В этом случае необходимо взять такую навеску, чтобы на титрование методом пипетирования или отдельных навесок расходовалось 10–20 мл титранта. Следует помнить, что минимальная навеска должна составлять 0,2 г. В том случае, если рассчитанная навеска меньше 0,2 г, ее увеличивают и после растворения в мерной колбе берут аликвоту полученного раствора.

Если содержание определяемого компонента в твердом объекте неизвестно даже приблизительно, рассчитанную навеску пробы несколько увеличивают, например в 1,5–2 раза, и растворяют в подходящем растворителе.

2.6.3. Подбор оптимальной аликвоты анализируемого раствора

Для получения правильных результатов анализа необходимо использовать оптимальные объемы растворов. Объем растворов в титриметрии измеряют с помощью мерной посуды (бюреток, пипеток, мерных колб). Точность измерения объемов составляет 0,01–0,02 мл. В большинстве случаев концентрация титрантов не должна превышать 0,1 моль экв/л.

Оптимальный объем титранта, пошедший на титрование аликвоты, составляет 10–20 мл. Если на титрование будет расходоваться большее количество титранта, то снижается точность анализа за счет повторного наполнения бюретки, увеличивается расход реактивов и время выполнения анализа. Если же на титрование пойдет меньшее количество рабочего раствора, то точность анализа также снизится. Поэтому минимальный рекомендуемый объем аликвоты обычно составляет 5,0 мл.

Например, если на титрование аликвоты 10,0 мл было затрачено 10,0 мл титранта, то при точности титрования 0,02 мл (± 1 капля) ошибка опыта составляет:

$$10,0 \text{ мл} - 100 \%$$

$$0,02 \text{ мл} - x \%$$

$$x = 0,2 \%$$

Если на титрование той же аликвоты затрачено 2,0 мл титранта, то ошибка составит 1 % (расчет аналогичен приведенному выше), т. е. в 5 раз больше, чем в первом случае.

При анализе растворов с высокой концентрацией определяемого компонента (например, технологических растворов) рекомендуется предварительно оттитровать пробную аликвоту (например, 1 мл) и, с учетом полученных данных, скорректировать последующее разбавление исходного раствора. Если на титрование аликвоты разбавленного раствора пойдет больше, чем 20 мл титранта, следует повторно разбавить его либо уменьшить объем аликвоты.

При анализе разбавленных растворов (например, сточные воды) для получения правильных результатов необходимо отбирать бóльшие аликвоты либо использовать методы концентрирования.

2.7. Подготовка пробы к анализу

2.7.1. Переведение пробы в раствор

Выбор способа разложения пробы и перевода ее в раствор зависит от природы анализируемого материала (органическое или неорганическое вещество), его химического состава и свойств определяемого компонента.

Разложение пробы – одна из важнейших операций при выполнении анализа. Необходимо стремиться к тому, чтобы проба была разложена целиком. При этом реагенты, разлагающие пробу, не должны приводить к улетучиванию определяемого компонента или мешать его дальнейшему определению.

Способы разложения пробы делятся на «сухие» и «мокрые». К первым относят термическое разложение, сплавление и спекание с различными веществами – плавнями. К «мокрым» способам относится растворение анализируемой пробы в различных растворителях, преимущественно в воде, минеральных кислотах и их смесях. Подбор растворителя значительно упрощается, если из предварительных данных известны основные компоненты пробы. В том случае, когда полный анализ объекта не выполняется, следует выбрать такой способ разложения пробы, при котором в раствор полностью перешел бы определяемый компонент.

Более подробно со способами разложения пробы Вы можете познакомиться в учебниках [см. подраздел 5.4.1], где этим вопросам посвящены отдельные разделы.

При выполнении зачетных работ Вам следует руководствоваться следующим. В большинстве работ предлагаются неорганические соли, хорошо растворимые в воде. Поэтому перед началом работы определите, растворяется ли анализируемое вещество в воде. Растворение обычно ведут в термостойких стаканах при перемешивании стеклянной палочкой. Если объект анализа не растворяется в холодной воде либо растворяется не полностью, попробуйте нагреть содержимое стакана на водяной или песчаной бане, накрыв стакан часовым стеклом. Не кипятите! Данные о растворимости многих веществ в воде можно взять в справочнике [см. подраздел 5.1]. Иногда в воду необходимо добавить немного кислоты для предотвращения гидролиза.

Если объект анализа не растворяется в воде, используют различные кислоты и их смеси. Кислоты в зависимости от природы и концентрации могут проявлять окислительные (HNO_3 и конц. H_2SO_4) и комплексообразующие (HCl , H_2SO_4 , H_3PO_4 , HF) свойства. Поэтому выбор кислот, используемых для разложения пробы, зависит от природы растворяемого вещества. Это легко сделать, если составлена химико-аналитическая характеристика определяемого вещества (см. табл. 3).

2.7.2. Маскирование, разделение и концентрирование компонентов пробы

При выполнении анализа реальных объектов часто приходится сталкиваться с необходимостью маскирования и разделения, что обусловлено присутствием в пробе компонентов, мешающих определению.

Выбор метода **разделения** зависит от свойств определяемого компонента и мешающих ионов. При выполнении зачетных работ по химическим методам анализа Вам доступны такие методы разделения, как осаждение и ионный обмен.

Устранить влияние мешающих компонентов можно также маскированием – переводом мешающих ионов с помощью маскирующих агентов в такую форму, в которой реакции с участием мешающих компонентов заторможены или подавлены. Подбор маскирующих реагентов обусловлен природой определяемого компонента и мешающих ионов. В аналитических прописях обычно указываются рекомендуемые маскирующие агенты. Перечень маскирующих агентов для комплексонометрических определений приведен в [7].

Если содержание определяемого компонента в объекте анализа ниже предела его определения выбранным методом, то используют концентрирование – повышение концентрации определяемого компонента. Например, при анализе сточных вод часто применяют такой метод концентрирования, как упаривание.

2.8. Измерение

При проведении количественного анализа обычно измеряют или определяют расчетным путем на основании проведенных измерений различные физические величины: массу вещества, концентрацию раствора, объем жидкости и другие аналитические сигналы.

Все без исключения физические величины измеряются с некоторой ошибкой (погрешностью). Точность измерения и записи величин приведена в табл. 6.

Таблица 6

Точность измерения и записи величин

Изменяемая величина	Средство измерения	Пример записи	Точность измерения
V, мл	Точная мерная посуда (пипетка, бюретка, мерная колба)	25,00 мл 12,45 мл	$\pm 0,05$ мл
	Неточная мерная посуда (мерный стакан, мерный цилиндр)	25 мл	± 1 мл
m, г	Аналитические весы:		
	– ВЛР, АДВ	0,1200 г	$\pm 0,0001$
	– ВЛА	0,12000 г	$\pm 0,00005$
	Технические весы	0,10 г	$\pm 0,01$ г

Если при проведении количественного анализа допущены существенные отступления от методики или явные ее нарушения, то анализ необходимо повторить заново, отбросив явно неправильные результаты. **Повторить некорректно проведенный анализ — это неременное правило.**

Один из основателей химического анализа Карл Ремигиус Фрезениус (1818–1897) писал: «Каждый аналитик всегда сомневается в точности полученных результатов, а иногда и заведомо знает, что они

неверны. Он может пролить несколько капель раствора или сделать какую-либо другую ошибку. Единственное, что должен сделать аналитик в такой ситуации, — это повторить анализ; оценивать потерю на глаз или вносить поправку недопустимо. Тот, у кого на это не хватит силы воли, не годится в аналитики, даже если он хорошо владеет техникой анализа и обладает достаточными знаниями. Химик, который не может поклясться, что результаты его работ надежны и достоверны, не должен их публиковать, ибо если он все же сделает это, то причинит вред не только себе, но и всей науке».

2.9. Обработка результатов анализа

При проведении химического анализа необходимо очень внимательно выполнять вычисления. Математическая ошибка, допущенная в числовых значениях, равносильна ошибке в анализе.

Числовые значения можно разделить на точные и приближенные. К точным можно отнести, например, число выполненных определений, порядковый номер элемента в Периодической системе, а к приближенным – массу вещества или объем раствора. Точность приближенного числа и воспроизводимость анализа определяется количеством значащих цифр. Значащими цифрами приближенного числа являются все достоверно известные цифры плюс первая из недостоверных. Нуль в числах может быть значащим и незначащим. Нули, стоящие в начале числа, всегда незначащие и служат лишь для указания места запятой в десятичной дроби. Например, число 0,01 содержит одну значащую цифру. Нули, стоящие между цифрами, всегда значащие. Например, в числе 0,508 три значащие цифры. Нули в конце числа могут быть значащими и незначащими. Нули, стоящие после запятой в десятичной дроби, считаются значащими. Например, в числе 200,0 четыре значащие цифры.

В числовом значении результата анализа оставляют определенное количество значащих цифр так, чтобы только последняя цифра была сомнительной, а предпоследняя – достоверной. Сохранение большого числа значащих цифр характеризует не высокую точность, а только недостаточное представление исполнителя анализа о воспроизводимости и правильности измерений. Если числа для выполнения расчета известны с большей степенью точности,

а результат расчета требуется получить с меньшей степенью точности, тогда все данные округляют так, чтобы в них осталось на одну значащую цифру больше, чем их требуется получить в результате расчета.

Приближенные числа округляются по правилу: если последняя цифра меньше 5, то ее отбрасывают, если же она равна или больше 5, то предпоследнюю цифру увеличивают на единицу. Рекомендуется округлять конечный результат после выполнения всех арифметических действий.

Точность записи рассчитываемых величин приведена в табл. 7.

При проведении химического анализа, как бы тщательно ни выполнялись определенные операции, почти всегда получается некоторая ошибка, сказывающаяся на результате анализа. Классификация ошибок (погрешностей) и причины их возникновения приведены в [42].

Математическая обработка результатов анализа проводится с применением микрокалькуляторов и/или ЭВМ. В пособии [42] приведены основные формулы и примеры расчета.

Таблица 7

Точность расчета величин

Рассчитываемая величина	Точность расчета	Пример записи
m, г	Должна соответствовать точности взвешивания на аналитических весах	0,1200 г 0,12000 г
V, мл	Должна соответствовать точности измерения объема	25,00 мл 12,45 мл
ω, % ω, доля единицы	± 0,01 %	8,65 % 0,0865
Атомная масса, молярная масса, г/моль	С точностью, указанной в табл. Д. И. Менделеева или приводимой в справочнике [7]	
C, моль/л	4 значащие цифры	0,1025
ρ*, г/л		0,09168
T, T(A/B), г/мл		0,005286
pH	2 знака после запятой	6,50

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВЕННОГО СОСТАВА НЕИЗВЕСТНОГО ВЕЩЕСТВА

Зачетная работа по качественному анализу выполняется в соответствии с планом, представленным в подразделе 1.3.2. Начальные этапы работы (см. рис. 1) выполняются, как описано в подразделах 2.1 и 2.2. В зависимости от конкретного объекта анализа поиск литературы и подготовка к выполнению работы будут различаться:

1. Если качественный состав объекта анализа точно не известен, то надо сделать попытку найти литературные данные о его возможном составе. Например, составы многих минералов приведены в энциклопедиях и справочниках (см. подраздел 5.1). Получив такую информацию, надо составить химико-аналитическую характеристику объекта анализа (в чем растворяется, какие катионы и анионы может содержать, классифицировать ионы по аналитическим группам).

2. Если же это окажется невозможным, то в п. 3 плана надо отметить, что Вы будете проводить качественный анализ неизвестного вещества. Следовательно, в образце не исключено содержание любого катиона и аниона.

В обоих случаях обязательно составляется схема анализа (п. 4 плана), исходя из химико-аналитической характеристики объекта. Она оформляется заранее в виде блок-схемы (см. пример в лабораторной работе № 4 из [117]). Если у Вас имеется возможность провести детальное обнаружение компонентов, то надо обязательно обосновать ее. При этом необходимо учитывать следующее:

- дробный анализ применяется при анализе простых образцов (< 5 ионов) и в тех случаях, когда состав ориентировочно известен;
- систематический анализ (система последовательных операций по разделению ионов на группы, отделению мешающих ионов внутри групп и обнаружению каждого иона с помощью характерной реакции) применяется при полном качественном анализе объектов, включающих большое количество ионов.

Подготовка исследуемого вещества к анализу – это очень важная операция. Способы подготовки зависят от характера вещества и целей исследования, поэтому Вам надо продумать этот вопрос, исходя из химико-аналитической характеристики объекта анализа и схемы анализа. Самое главное – нужно так отобрать пробу для анализа, чтобы ее состав отвечал среднему составу всей массы вещества (см. подраздел 2.6).

Качественный анализ неизвестного вещества всегда начинают с предварительных испытаний. Если Вы правильно их проведете и сделаете верные выводы, то это значительно облегчит дальнейший анализ. Не забывайте фиксировать в рабочем журнале все наблюдаемые аналитические эффекты!

3.1. Предварительные испытания

В зависимости от физического состояния вещества проводят разные предварительные испытания. Пробу сухого твердого вещества сначала следует рассмотреть невооруженным глазом, отмечая однородность, характер и цвет кристаллов. Если проба дана в виде крупных кристаллов, ее измельчают в фарфоровой ступке. Отбрасывать труднорастираемые кристаллы совершенно недопустимо. Для равномерного измельчения образец просеивают через сито, а остаток продолжают растирать.

1. Микрокристаллоскопические исследования и определение цвета. Пробу распределяют на предметном стекле тонким слоем и исследуют под микроскопом. Эти исследования позволяют установить неоднородность образца, при этом получают информацию о вероятном числе компонентов, входящих в его состав. Необходимо обратить внимание на цвет: соли Cr (III) окрашены в зеленый цвет, соли Co (II) и Mn (II) – в розовый, многие соли Cu (II) – в синий или сине-зеленый цвет, соли Fe (III) – в бурый или желтый, соли Fe (II) и Ni (II) – в зеленый, хроматы – в желтый, дихроматы – в оранжевый. **Бесцветные или белые кристаллы свидетельствуют об отсутствии солей окрашенных катионов и анионов.**

2. Запах – важный признак некоторых солей слабых оснований или слабых кислот. Например, твердый $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ пахнет аммиаком, NaHSO_3 – сернистым газом и т.д.

3. Определение растворимости вещества проводят в отдельных пробах с малыми количествами исследуемого вещества (~ 0,01 г).

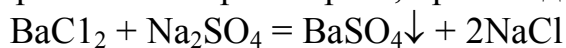
Последовательность испытаний на растворимость:

- проверить растворимость образца в воде при комнатной температуре;
- если предыдущая проба отрицательна – проверить то же при нагревании;

- проверить растворимость в кислотах и щелочах, постепенно переходя от разбавленных растворов к более концентрированным и от обычных кислот к кислотам-окислителям (HNO₃ и концентрированная H₂SO₄);
- если предыдущая проба отрицательна – можно попытаться растворить образец в смеси кислот или смеси кислота+окислитель;
- если проба не растворяется, то ее сплавляют с плавнями, а затем растворяют сплав.

3.1. Растворимость вещества в воде. Если проба не растворяется на холоде, следует нагреть содержимое пробирки на водяной бане.

Если дана смесь солей, то может случиться, что каждая соль в отдельности в воде растворяется, а, когда эти соли будут растворяться, произойдет их взаимодействие, в результате чего образуется осадок. Например, BaCl₂ и Na₂SO₄ в отдельности растворяются в воде, а, когда их будут растирать и затем растворять, произойдет реакция



Осадок BaSO₄ в воде не растворяется.

Если заметного растворения вещества в воде не наблюдается, необходимо выяснить возможность частичного растворения. Для этого не растворившийся в воде остаток отделяют центрифугированием и несколько капель прозрачного центрифугата выпаривают на предметном стекле. Появление налета на стекле подтверждает частичную растворимость вещества в воде. Об этом же свидетельствует возможное изменение окраски водной вытяжки и изменение среды раствора (рН).

3.2. Если проба не растворяется в воде даже при нагревании, ее пробуют растворить в кислотах и щелочах, причем в следующем порядке:

- 1) в CH₃COOH (2 н.);
- 2) в HCl (2 н.) на холоде и при нагревании;
- 3) в HCl (конц.);
- 4) в HNO₃ (2 н.) без нагревания и при нагревании;
- 5) в HNO₃ (конц.);
- 6) в H₂SO₄ (2 н.) без нагревания и при нагревании;
- 7) в H₂SO₄ (конц.) (*осторожно! разбрызгивание!*);
- 8) в царской водке (смеси трех объемов конц. HCl и одного объема конц. HNO₃);
- 9) NH₄OH (2 н.);
- 10) NH₄OH (конц.);

- 11) NaOH (2 н.);
 12) NaOH (конц.).

По исследованию растворимости вещества в разных кислотах и щелочах также можно сделать некоторые предварительные выводы о составе анализируемого объекта. Если при добавлении кислот к анализируемой пробе выделяются газы, то по характеру газа можно определить анион, входящий в состав вещества (табл. 8).

Таблица 8

Характеристика газов или паров, выделяющихся из пробы при добавлении кислот

Наблюдаемый эффект	Газ или пар	Предполагаемые анионы
Газ без запаха, вызывающий помутнение известковой воды	CO ₂	Карбонаты (CO ₃ ²⁻ , HCO ₃ ⁻), оксалаты
1. Запах горящей серы; 2. Запах горящей серы с выделением осадка свободной серы	SO ₂	1. Сульфиты (SO ₃ ²⁻) 2. Тиосульфаты (S ₂ O ₃ ²⁻)
Запах уксуса	CH ₃ COOH	Ацетаты (CH ₃ COO ⁻)
Запах тухлых яиц	H ₂ S	Сульфиды (S ²⁻), тиосульфаты (S ₂ O ₃ ²⁻), сульфиты (SO ₃ ²⁻)
Красно-бурые или бурые пары	NO ₂	Нитриты (NO ₂ ⁻)
Зеленоватый газ с характерным резким запахом (удушливый газ)	Cl ₂	Гипохлориты (ClO ⁻)
Помутнение раствора AgNO ₃	HCl, HBr	Хлориды (Cl ⁻), бромиды (Br ⁻)
Красно-бурые пары (при действии окислителя)	Br ₂	Бромиды (Br ⁻)
Фиолетовые пары (при действии окислителя)	I ₂	Иодиды (I ⁻)
Газ желтого цвета	ClO ₂	Хлораты (ClO ₃ ⁻)

3.3. Органические растворители большей частью применяются для растворения органических соединений, нерастворимых в воде, кислотах и основаниях.

3.4. Если анализируемое вещество нерастворимо в воде, кислотах и щелочах, то для перевода его в растворимое состояние прово-

дят сплавление с Na_2CO_3 , KHSO_4 или другими подходящими плавнями.

При анализе смеси веществ может оказаться, что часть пробы растворима в воде, часть – в кислоте, часть – в растворе аммиака и т.д. В этом случае целесообразно провести дробное растворение пробы и получить ряд фракций – «вытяжек» – растворов, содержащих различные катионы и анионы смеси. Следует при этом добиваться, чтобы та часть пробы, которая растворяется в данном растворителе, была полностью извлечена из смеси и переведена в соответствующую фракцию. Каждую фракцию анализируют отдельно, т.к. при этом достигается дополнительное разделение сложной смеси и устраняется мешающее действие некоторых ионов. Если соль может быть растворена в нескольких кислотах, то предпочтение отдают уксусной, далее – азотной и серной. Растворимость веществ в воде приведена в [7].

При использовании кислот в качестве растворителя необходимо избегать их избытка. Для удаления избытка кислоты полученный раствор кипятят в фарфоровой чашке или тигле, выпаривая почти досуха, до мокрых солей (избегая прокаливаний!). Затем прибавляют 25–30 капель воды, перемешивают и переносят раствор в пробирку.

При анализе пробы на содержание анионов использование кислот в качестве растворителя нежелательно, т.к. при этом могут быть потеряны анионы летучих или неустойчивых кислот.

В процессе растворения необходимо делать запись визуальных наблюдений о том, как растворяется анализируемое вещество, отмечать цвет получаемого раствора и изменения, которые могут происходить с ним (например, выпадение осадка или помутнение раствора вследствие гидролиза). В случае гидролиза необходимо его предотвратить. **Предварительное заключение о возможном присутствии тех или иных катионов можно сделать также по окраске их растворов.**

Желательно подобрать такой растворитель, в котором анализируемое вещество растворяется без остатка.

4. Определение рН (если вещество растворимо в воде или анализируемый объект – жидкость). Стеклой палочкой берут одну каплю полученного раствора и помещают ее на полоску универсальной индикаторной бумаги. Отмечают, какую реакцию имеет раствор. Делают заключение о возможном составе исследуемого вещества (табл. 9).

Таблица 9

Возможный состав исследуемого вещества в зависимости от pH раствора

pH	Внешний вид	Могут присутствовать	Отсутствуют
1	2	3	4
7	Раствор с осадком	Катионы и анионы всех групп	–
	Раствор без осадка	Катионы и анионы, не образующие осадков при их совместном присутствии	Катионы и анионы, образующие осадки при их совместном присутствии
<7	Раствор с осадком	Соединения, нерастворимые в кислотах	Соли, в состав которых входят анионы легко разлагаемых кислот
	Раствор без осадка	Соединения, растворимые в кислотах	Нерастворимые в кислотах соединения
	Осадок образуется при разбавлении раствора водой	Все катионы и анионы, не образующие осадков при совместном присутствии. Соли, легко гидролизующиеся при разбавлении	Нерастворимые в кислотах соединения
>7	Раствор с осадком; нет запаха аммиака	Катионы всех групп и соединения, нерастворимые в избытке щелочей	Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{IV} , Sb^{III} , Sb^V
	Раствор без осадка; нет запаха аммиака	K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} и катионы, образующие растворимые в избытке щелочи соединения	Все соединения, нерастворимые в избытке щелочи

1	2	3	4
>7	Раствор с осадком; пахнет аммиаком	Соединения, нерастворимые в избытке водного раствора аммиака	–
	Раствор без осадка; пахнет аммиаком	Соединения, растворимые в избытке водного раствора аммиака	Все соединения, нерастворимые в избытке водного раствора аммиака

Если реакция раствора кислая ($\text{pH} < 7$), это значит, что вещество может являться кислой солью (например, KHSO_4) или солью сильной кислоты и слабого основания (например, FeCl_3). В кислом растворе при низких значениях pH не могут содержаться соли летучих кислот (угольной, тиосульфидной, сероводородной), не могут совместно присутствовать окислители и восстановители, а также соли, образованные щелочными и щелочноземельными металлами и слабыми кислотами: уксусной, фосфорной и др.

Если реакция раствора щелочная ($\text{pH} > 7$), то растворена соль сильного основания и слабой кислоты (K_2CO_3) и не могут присутствовать соли слабых оснований и сильных кислот.

Нейтральную реакцию имеют растворы солей сильных оснований и сильных кислот (NaCl) или же солей слабых оснований и слабых кислот ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$).

5. Обнаружение окислителей и восстановителей. Так как в процессе анализа окислители и восстановители могут претерпевать изменения, то необходимо предварительно провести их определение: окислители определяют с помощью $\text{KI} + \text{H}_2\text{SO}_4$, восстановители – с помощью $\text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$, $\text{I}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4$.

3.2. Систематический анализ

Образец (~ 0,1–0,2 г) растворяют в выбранном растворителе. Полученный раствор делят на две части:

- 1 – для проведения анализа,
- 2 – для проведения повторных определений.

Первая часть, в свою очередь, делится на две неравные части. Одну часть раствора (около 2/3) применяют для обнаружения катионов, а вторую – для обнаружения анионов. Анализ проводят так, как описано в лабораторной работе № 4 [117].

Обычно анализ начинают с обнаружения катионов. Сначала проводят предварительные испытания, а затем – испытания на действие групповых реактивов, начиная с группы с бóльшим порядковым номером. Анализируемую смесь с помощью групповых реактивов разделяют на аналитические группы, и каждая группа катионов анализируется по схемам, изученным ранее [117].

Обнаружение анионов.

1) Присутствие некоторых анионов (S^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-} , NO_2^-) обычно устанавливают одновременно с обнаружением катионов, т. к. при подкислении исследуемого раствора могут выделяться газы (H_2S , CO_2 , NO_2 , SO_2), а в присутствии $S_2O_3^{2-}$ выделяется сера (см. табл. 8).

2) По растворимости солей катионов, обнаруженных в исследуемом образце, судят об отсутствии тех или иных анионов. Так, если в исследуемом образце обнаружены катионы, образующие малорастворимые соли с анионами S^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} и т. д., и сам образец растворим в воде, то эти анионы в нем присутствовать не могут. При наличии в исследуемом образце Ag^+ делают вывод об отсутствии анионов II группы и т. д.

Когда обнаружены катионы и анионы, входящие в состав вещества, делают заключение о его молекулярном составе, т.е. представляет ли оно собой основание, кислоту, соль, смесь солей и т. д. При этом объединяют всю информацию, полученную из результатов предварительных испытаний и химического анализа.

4. ПРИМЕРЫ СОСТАВЛЕНИЯ ОТЧЕТА О ВЫПОЛНЕНИИ ЗАЧЕТНОЙ РАБОТЫ

4.1. Определение содержания кадмия в солях (смеси $CdSO_4 \cdot 8/3H_2O$ с K_2SO_4)

Цель работы – определить $\omega(CdSO_4 \cdot 8/3H_2O)$ в образце.

Химико-аналитическая характеристика объекта анализа. Объект анализа – модельная смесь солей $CdSO_4 \cdot 8/3H_2O$ и K_2SO_4 . Она состоит из двух солей и не содержит примесей. Обе соли хорошо растворимы

в воде [7]. При растворении образуются ионы Cd^{2+} , K^+ и SO_4^{2-} . В соли $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ содержится кристаллизационная вода.

Таким образом, определить $\omega(\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O})$ в образце можно двумя путями – или вести анализ по этой соли, или провести его по соли K_2SO_4 , а затем найти содержание $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ по разности, т. к. в объекте других веществ нет. При прочих равных условиях первый способ предпочтительнее.

Анализ $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ можно вести либо по иону Cd^{2+} , либо по кристаллизационной воде, т. к. ионы SO_4^{2-} входят в состав обеих солей. (Далее приведены примеры для каждого варианта анализа)*.

4.1.1. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ по иону Cd^{2+}

Химико-аналитическая характеристика определяемого компонента. Для иона Cd^{2+} характерны реакции осаждения. Cd^{2+} образует малорастворимые соли с анионами многих слабых кислот, а также малорастворимый гидроксид. Например, CdCO_3 ($\text{IP}=5,1 \cdot 10^{-12}$), CdC_2O_4 ($\text{IP}=1,5 \cdot 10^{-8}$), $\text{Cd}(\text{OH})_2$ ($\text{IP}=0,6 \cdot 10^{-14}$) и др. [7]. Значение рН полного осаждения гидроксида кадмия составляет 9,7. Гидроксид кадмия не амфотерен [7]. Реакции окисления-восстановления в водных растворах для Cd^{2+} не характерны. Во всех своих соединениях он имеет постоянную степень окисления +2 [1 – 6, 9]. Ион Cd^{2+} , как и другие ионы переходных металлов, является хорошим комплексообразователем и образует комплексы различной устойчивости со многими неорганическими и органическими лигандами [7], в т. ч. с ЭДТА. Константа устойчивости комплексоната кадмия составляет $10^{16,59}$ [7].

Обоснование выбора метода и методики анализа. Поскольку для иона Cd^{2+} характерны реакции осаждения, то анализ можно провести с помощью методов, в которых используются такие реакции:

- гравиметрия (например осаждение в виде CdCO_3 или CdC_2O_4);
- перманганатометрия (определение после осаждения Cd^{2+} в виде CdC_2O_4).

Кроме того, возможно комплексонометрическое определение Cd^{2+} , т. к. он образует устойчивые комплексы с ЭДТА.

* – Здесь и далее курсивом выделены комментарии и пояснения для Вас. Их не следует включать в отчет!

Основная информация о найденных в литературе методиках представлена в табл. 10. Из этих методов оптимальным является комплексонометрический. Его преимущества:

- высокая чувствительность и избирательность;
- реакции идут быстро и стехиометрично;
- со всеми ионами образуются устойчивые хелатные комплексы состава 1:1.

Таблица 10

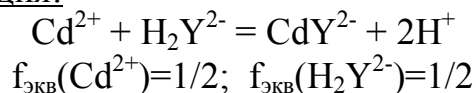
Информация о методиках анализа

Метод и способ проведения анализа	Применяемый аналитический реагент	Условия проведения аналитической реакции	Фиксирование к.т.т., гравиметрическая форма
Гравиметрический метод осаждения	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	$\text{pH} > 7$	CdO
	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	$\text{pH} > 7$	CdO
Перманганатометрия (обратное титрование)	KMnO_4 и $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	Сильнокислая среда, при нагревании	Безиндикаторное титрование
Перманганатометрия (титрование заместителя)	KMnO_4 и $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	Сильнокислая среда, при нагревании	Безиндикаторное титрование
Комплексонометрия (прямое титрование)	ЭДТА	$\text{pH}=10$, аммиачный буфер	Эриохром черный Т

Гравиметрический метод – очень точный и надежный, но имеет ряд недостатков: трудоемкость; длительность; меньшая избирательность, чем у других методов химического анализа.

Перманганатометрический метод определения катионов, не обладающих окислительно-восстановительными свойствами, имеет те же недостатки, что и гравиметрический, т. к. включает стадии получения, промывания и фильтрования осадка.

Химическая реакция:



Реакция проводится в аммиачном буферном растворе при $\text{pH}=10$.

Отбор пробы и ее подготовка к анализу. Получена склянка № 4.1.1 с анализируемым образцом. Вещество в склянке тщательно

перемешали, затем небольшую часть его растерли до однородности в фарфоровой ступке.

Рассчитаем массу навески для выполнения анализа методом пипетирования. Поскольку рабочий раствор ЭДТА имеет концентрацию 0,05 н., то анализируемый раствор должен иметь примерно такую же концентрацию по Cd^{2+} . Раствор готовим в мерной колбе вместимостью 100,00 мл. Расчет навески проводим по формуле $m(\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}) = C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot V(\text{Cd}^{2+}) \cdot M(1/2 \text{ CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}) = 0,05 \cdot 0,1 \cdot (256,515/2) = 0,6413 \text{ г}$

Поскольку анализируемый объект представляет собой смесь двух солей, содержание каждой из которых неизвестно, то рассчитанную массу навески несколько увеличиваем (до 1,0 – 1,2 г).

Необходимость предварительного разделения и маскирования компонентов пробы отсутствует, т. к. ионы калия и сульфат-ионы не мешают комплексометрическому определению. Концентрировать Cd^{2+} в пробе не требуется, т. к. он является основным компонентом. Исходя из химико-аналитической характеристики объекта анализа в качестве растворителя выбрана вода.

Ход выполнения работы и экспериментальные данные. Взвесили на технических весах пустой тигель:

$$m(\text{тигля}) = 21,2 \text{ г},$$

затем – тигель с навеской:

$$m(\text{тигля с навеской}) = 22,3 \text{ г}.$$

Взвесили на аналитических весах тигель с навеской:

$$m(\text{тигля с навеской}) = 22,3783 \text{ г}.$$

Навеску перенесли в мерную колбу вместимостью 100,00 мл, растворили в небольшом количестве дистиллированной воды. На аналитических весах взвесили тигель с остатками вещества:

$$m(\text{тигля}) = 21,2035 \text{ г}.$$

По разности определили массу вещества в мерной колбе:

$$m(\text{тигля с навеской}) - m(\text{тигля}) = 22,3783 - 21,2035 = 1,1748 \text{ г}.$$

Стандартизацию раствора ЭДТА провели по стандартному раствору сульфата цинка аналогично лабораторной работе № 10 [38]: $C(1/2 \text{ ЭДТА}) = 0,04865$ моль экв/л.

В колбу для титрования отобрали пипеткой аликвоту 10,00 мл анализируемого раствора, добавили 20 мл аммиачного буферного раствора для поддержания $\text{pH} = 10$, индикатор эриохром черный Т на кон-

чике шпателя и оттитровали стандартным раствором ЭДТА. На титрование затрачены следующие объемы раствора ЭДТА:

$$V_1(\text{ЭДТА})=12,30 \text{ мл}; V_2(\text{ЭДТА})=12,35 \text{ мл};$$

$$V_3(\text{ЭДТА})=12,50 \text{ мл}; V_4(\text{ЭДТА})=12,25 \text{ мл}.$$

Третий результат отличается от остальных более чем на 0,10 мл, поэтому его отбрасываем и проводим усреднение оставшихся данных:

$$V_{\text{ср}}(\text{ЭДТА})=(V_1+V_2+V_3)/3=(12,30+12,35+12,25)/3=12,30 \text{ мл}.$$

Расчет результатов анализа. По закону эквивалентов рассчитаем концентрацию Cd^{2+} в анализируемом растворе:

$$C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot V(\text{Cd}^{2+})=C(1/2 \text{ ЭДТА}) \cdot V(\text{ЭДТА});$$

$$C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot 10,00=0,04865 \cdot 12,3;$$

$$C(1/2 \text{ Cd}^{2+})=0,05984 \text{ моль экв/л}.$$

Рассчитаем массу $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ в мерной колбе:

$$m(\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O})=C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot V(\text{Cd}^{2+}) \cdot M(1/2 \text{ CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O})= \\ =0,05984 \cdot 0,1 \cdot (256,515/2)=0,7676 \text{ г}.$$

Такая же масса соли содержалась и в навеске. Тогда массовая доля соли в образце составляет

$$\omega(\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O})=m(\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O})/m(\text{навески})=$$

$$=0,7676/1,1748=0,6534, \text{ или } 65,34 \text{ \%}.$$

Оценка погрешности определения. Истинное значение $\omega(\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O})=65,00 \text{ \%}$, следовательно, анализ выполнен с относительной погрешностью

$$\varepsilon=[(65,34-65,00)/65,00] 100 \text{ \%}=0,52 \text{ \%}.$$

Список использованной литературы: *приводится список.*

4.1.2. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ по кристаллизационной воде

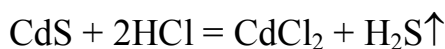
Аналогично подразделу 4.6 (начиная с химико-аналитической характеристики определяемого компонента) и подразделу 4.6.2.

4.2. Определение содержания кадмия в минеральных пигментах

Цель работы – определить $\omega(\text{CdS})$ в образце.

Химико-аналитическая характеристика объекта анализа. Объект анализа – реальный пигмент (технический CdS). Сульфид кадмия используется для производства художественных красок. В зависимости от условий получения он может иметь желтую, оранже-

вую и красную окраску. Сульфид кадмия нерастворим в воде [7]. Поскольку CdS – соль слабой кислоты, то он растворяется в более сильных кислотах, например соляной, с выделением сероводорода:



Сероводород из раствора удаляется, поэтому в качестве определяемого компонента может выступать только ион Cd^{2+} .

Техника безопасности: растворение навески в концентрированной соляной кислоте необходимо проводить под тягой!

Далее все пункты плана – аналогично подразделу 4.1.1.

4.3. Определение содержания кадмия в сплаве

Цель работы – определить $\omega(\text{Cd})$ в сплаве.

Химико-аналитическая характеристика объекта анализа. Объект анализа – реальный кадмиевый сплав. Обычно кадмий входит в состав легкоплавких сплавов в сравнительно небольших количествах. Среди сплавов с высоким содержанием кадмия можно отметить сплав со ртутью (до 25% Cd), который используется для пломбирования зубов, и сплав с никелем (99 % Cd), который используется для заливки подшипников. Оба сплава нерастворимы в воде, но растворяются в кислотах. После растворения в растворе будут присутствовать ионы Cd^{2+} и Hg^{2+} или Cd^{2+} и Ni^{2+} . В качестве определяемого компонента при анализе таких бинарных сплавов можно выбрать любой из металлов, однако целесообразнее вести анализ по иону Cd^{2+} , т. к. нет сведений о содержании примесей. Ионы Hg^{2+} или Ni^{2+} могут мешать определению иона Cd^{2+} , следовательно, при выборе методики анализа надо обратить внимание на этот вопрос.

Химико-аналитическая характеристика определяемого компонента. Аналогично соответствующему пункту подраздела 4.1.1.

Обоснование выбора метода и методики анализа. Аналогично соответствующему пункту подраздела 4.1.1. Однако объект анализа – реальный, поэтому ионы Hg^{2+} и Ni^{2+} могут мешать определению иона Cd^{2+} . Так, Ni^{2+} тоже осаждается в виде карбоната и оксалата [7]. Hg^{2+} и Ni^{2+} образуют с ЭДТА еще более устойчивые комплексы, чем Cd^{2+} [7]. Значит, надо применить наиболее селективный из методов или предусмотреть предварительное разделение компонентов либо маскировку мешающего компонента.

Разделение кадмия и ртути возможно на стадии растворения навески, т. к. кадмий будет растворяться в неокисляющих кислотах (например, HCl), а ртуть – не будет согласно значениям стандартных окислительно-восстановительных потенциалов [7].

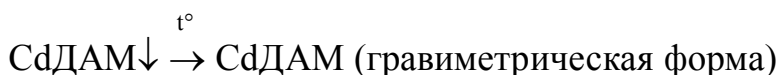
Отделение иона Hg^{2+} от иона Cd^{2+} в растворе возможно также на основании различия в значениях pH осаждения их гидроксидов. Оксид ртути (II) полностью осаждается при pH=5, а образование гидроксида кадмия (II) только начинается при pH=7,2 [7].

Ионы Cd^{2+} и Ni^{2+} имеют более близкие химические свойства, чем ионы Cd^{2+} и Hg^{2+} , поэтому для определения Cd^{2+} в присутствии Ni^{2+} надо:

- либо разделить Cd^{2+} и Ni^{2+} ;
- либо замаскировать ионы Ni^{2+} ;
- либо использовать специфическую аналитическую реакцию для определения Cd^{2+} .

Согласно [7], органический осадитель диантипирилметан (ДАМ) специфически взаимодействует с Cd^{2+} и не вступает в реакции с Hg^{2+} и Ni^{2+} . В таком случае отпадает необходимость разделения и маскирования мешающих ионов Hg^{2+} и Ni^{2+} , поэтому оптимальным методом для решения поставленной задачи является гравиметрический.

Химические реакции:



(формула органического реагента написана условно)

Осаждение проводится из разбавленного раствора разбавленным раствором осадителя. Созревание осадка проводят на водяной бане.

Отбор пробы и ее подготовка к анализу. Рассчитаем навеску сплава.

CdДАМ представляет собой мелкокристаллический осадок, внешне напоминающий аморфный, поэтому масса гравиметрической формы должна составлять не менее 0,1 г. Значение гравиметрического фактора $F=0,0928$ [7]. Тогда масса чистого кадмия, соответствующая 0,1 г CdДАМ, будет равна

$$m(\text{Cd})=m(\text{CdДАМ}) \cdot F=0,1 \cdot 0,0928=0,0093 \text{ г.}$$

Допустим, что содержание Cd в сплаве составляет $\approx 10\%$ ($\omega(\text{Cd})=0,1$), тогда

$$m(\text{сплава})=m(\text{Cd})/\omega(\text{Cd})=0,0093/0,1=0,0930 \text{ г.}$$

Отбор пробы сплава – как описано в подразделе 2.6.

Исходя из химико-аналитической характеристики объекта анализа в качестве растворителя выбрана кислота HCl.

Ход выполнения работы и экспериментальные данные. Взвесили пустой тигель:

$m(\text{тигля})=15,8$ г (на технических весах);

$m(\text{тигля})=15,8125$ г (на аналитических весах).

Взвесили тигель с кусочком сплава:

$m(\text{тигля с навеской})=15,9$ г (на технических весах);

$m(\text{тигля с навеской})=15,9131$ г (на аналитических весах).

Масса навески сплава

$m(\text{тигля с навеской})-m(\text{тигля})=15,9131-15,8125=0,1006$ г.

Навеску сплава перенесли в стакан и растворили в кислоте. При этом навеска полностью растворилась, следовательно, образец представляет собой сплав кадмия с никелем.

Выполнение анализа провели в соответствии с методикой.

В результате получено гравиметрической формы

$m(\text{CdДАМ})=0,1375$ г.

Расчет результатов анализа:

Масса кадмия в навеске составляет

$m(\text{Cd})=m(\text{CdДАМ}) \cdot F=0,1375 \cdot 0,0928=0,0128$ г.

Тогда массовая доля кадмия в сплаве

$\omega(\text{Cd})=m(\text{Cd})/m(\text{навески})=0,0128/0,1006=0,1272$ или 12,72 %.

Список использованной литературы: *приводится список.*

4.4. Определение содержания кадмия в электролите кадмирования

Цель работы – определить $\rho^*(\text{CdSO}_4)$, г/л и $\rho^*(\text{Cd}^{2+})$, г/л.

Химико-аналитическая характеристика объекта анализа. Объект анализа – электролит кадмирования. Согласно [83], реальные электролиты кадмирования могут содержать, кроме иона Cd^{2+} , катионы Na^+ и NH_4^+ , анионы SO_4^{2-} , CN^- , BF_4^- , SO_3NH_2^- , Cl^- , CO_3^{2-} и BO_3^{3-} , а также некоторые другие компоненты: этилендиамин, этаноламин, столярный клей, флюоресцеин и касторовое масло. Поскольку для анализа предложен модельный электролит на основе сульфата кадмия, то задача намного упрощается и сводится к определению Cd^{2+} в отсутствие мешающих веществ.

Химико-аналитическая характеристика определяемого компонента. Обоснование выбора метода и методики анализа. Химические реакции. Аналогично соответствующим пунктам подраздела 4.1.1.

Отбор пробы и ее подготовка к анализу. Для анализа получен раствор в склянке № 4.4.1. Содержимое склянки тщательно перемешали. Согласно [81], массовая концентрация кадмия (II) в электролитах кадмирования составляет 160 – 220 кг/м³ (160 – 220 г/л). Рассчитаем примерную молярную концентрацию эквивалентов Cd²⁺ в электролите:

$$C(1/2Cd^{2+}) = \rho \cdot (Cd^{2+}) / M(1/2Cd^{2+}) = 160 / 56,2 = 2,85 \text{ моль экв/л.}$$

Рассчитаем, во сколько раз надо разбавить исходный раствор электролита, чтобы после разбавления он имел концентрацию, близкую к концентрации ЭДТА (0,05 н.):

$$n = C_{\text{исх}}(1/2Cd^{2+}) / C_{\text{конеч}}(1/2Cd^{2+}) = 2,85 / 0,05 = 57 \text{ раз, т. е. раствор необходимо разбавить как минимум в 50 раз.}$$

Поскольку в распоряжении имелась мерная колба вместимостью 100,00 мл, то надо было взять аликвоту исходного раствора 2,00 мл. Однако использование небольших аликвот нежелательно из-за снижения точности анализа, поэтому надо сделать промежуточное разбавление.

Для этого аликвоту исходного раствора 20,00 мл поместили в колбу вместимостью 100,00 мл и довели до метки дистиллированной водой. При этом концентрация понизилась в 5 раз. Затем 10,00 мл полученного раствора разбавили в мерной колбе до 100,00 мл. При этом концентрация понизилась в 10 раз по сравнению с концентрацией предыдущего раствора и в 50 раз – по сравнению с исходным раствором электролита.

Ход выполнения работы и экспериментальные данные. Стандартизацию раствора ЭДТА провели по стандартному раствору сульфата цинка аналогично лабораторной работе № 10 [38]:
 $C(1/2 \text{ ЭДТА}) = 0,05810 \text{ моль экв/л.}$

В колбу для титрования отобрали пипеткой аликвоту 10,00 мл дважды разбавленного раствора электролита, добавили 20 мл аммиачного буферного раствора для поддержания pH=10, индикатор эриохром черный Т на кончике шпателя и оттитровали стандартным раствором ЭДТА. На титрование затрачены следующие объемы раствора ЭДТА:

$$V_1(\text{ЭДТА}) = 10,50 \text{ мл; } V_2(\text{ЭДТА}) = 10,30 \text{ мл;}$$

$$V_3(\text{ЭДТА}) = 10,25 \text{ мл; } V_4(\text{ЭДТА}) = 10,35 \text{ мл.}$$

Первый результат отличается от остальных более чем на 0,10 мл, поэтому его отбрасываем и проводим усреднение оставшихся данных:

$$V_{\text{ср}}(\text{ЭДТА}) = (V_1 + V_2 + V_3) / 3 = (10,30 + 10,25 + 10,35) / 3 = 10,30 \text{ мл.}$$

Расчет результатов анализа. По закону эквивалентов рассчитаем концентрацию Cd^{2+} в титруемом растворе:

$$C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot V(\text{Cd}^{2+}) = C(1/2 \text{ ЭДТА}) \cdot V(\text{ЭДТА});$$

$$C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot 10,00 = 0,05810 \cdot 10,3;$$

$$C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) = 0,05984 \text{ моль экв/л.}$$

С учетом предварительно сделанных разбавлений концентрация Cd^{2+} в исходном растворе составляет

$$C_{\text{исх}}(1/2 \text{ Cd}^{2+}) = C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot n = 0,05984 \cdot 50 = 2,992 \text{ моль экв/л.}$$

Перейдем к массовой концентрации Cd^{2+} и CdSO_4 :

$$\rho^*(\text{Cd}^{2+}) = C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot M(1/2 \text{ Cd}^{2+}) = 2,992 \cdot 56,2 = 168,2 \text{ г/л;}$$

$$\rho^*(\text{CdSO}_4) = C(1/2 \text{ Cd}^{2+}) \cdot M(1/2 \text{ CdSO}_4) = 2,992 \cdot (208,475/2) = 311,9 \text{ г/л.}$$

Оценка погрешности определения. Истинное значение $\rho^*(\text{Cd}^{2+}) = 170,0 \text{ г/л}$, следовательно анализ выполнен с относительной погрешностью

$$\varepsilon = [(170,0 - 168,2) / 170,0] \cdot 100 \% = 1,06 \%.$$

Список использованной литературы: *приводится список.*

4.5. Определение содержания кадмия в сточных водах

Цель работы – определить $\rho^*(\text{Cd}^{2+})$, мг/л.

Химико-аналитическая характеристика объекта анализа. Объект анализа – сточные воды. Кадмий является весьма токсичным металлом, и его содержание в воде не должно превышать 10 мкг/л [43]. Он может находиться в сточных водах процесса гальванического кадмирования и в сточных водах свинцово-цинковых комбинатов [81]. Согласно [45], реальные сточные воды имеют сложный состав и могут содержать, кроме иона Cd^{2+} , многие катионы и анионы. Поскольку для анализа предложен модельный раствор сточной воды гальваноцеха, то задача намного упрощается и сводится к определению Cd^{2+} в отсутствие мешающих веществ.

Химико-аналитическая характеристика определяемого компонента. Обоснование выбора метода и методики анализа. Химические реакции. *Аналогично соответствующим пунктам подраздела 4.1.1.*

Отбор пробы и ее подготовка к анализу. Для анализа получена склянка № 4.5.1 с раствором. Содержимое склянки тщательно перемешали. Поскольку концентрация кадмия в растворе неизвестна, то проведем пробное титрование.

Далее возможны два варианта:

- 1) объем титранта больше рекомендуемого;
- 2) объем титранта меньше рекомендуемого.

Вариант 1

На титрование аликвоты исходного раствора 10,00 мл затрачено 27,10 мл 0,05 н. раствора ЭДТА. Следовательно, анализируемый раствор – слишком концентрированный, и надо провести промежуточное разбавление.

Вариант 2

На титрование аликвоты исходного раствора 10,00 мл затрачено 1,30 мл 0,05 н. раствора ЭДТА. Следовательно, анализируемый раствор – слишком разбавленный. Необходимо либо значительно увеличить аликвоту, либо сконцентрировать раствор путем упаривания.

Ход выполнения работы и экспериментальные данные. Аналогично соответствующим пунктам подраздела 4.4.

Список использованной литературы: приводится список.

4.6. Определение содержания кристаллизационной воды в соли $\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

Цель работы – определить $n\text{H}_2\text{O}$ в формуле кристаллогидрата.

Химико-аналитическая характеристика объекта анализа. Объект анализа – кристаллогидрат сульфата кадмия квалификации «ч.д.а.». Сульфат кадмия образует ряд кристаллогидратов, растворимых в воде: $\text{CdSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CdSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ и $\text{CdSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ [5]. При растворении соли в воде образуются ионы Cd^{2+} и SO_4^{2-} . Определение любого из ионов позволяет рассчитать содержание кристаллизационной воды. Кроме того, в качестве определяемого компонента может выступать и сама кристаллизационная вода. Согласно [5], кристаллогидрат $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ при температуре 41,5 °С переходит в $\text{CdSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. При дальнейшем нагревании кристаллизационная вода отщепляется от $\text{CdSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ полностью, и при 108 °С он переходит в CdSO_4 .

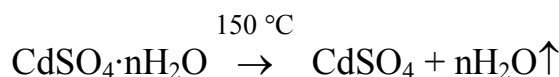
4.6.1. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ по иону Cd^{2+}

Аналогично подразделу 4.1.1.

4.6.2. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ по кристаллизационной воде

Обоснование выбора метода и методики анализа. Поскольку при температуре $>108^\circ\text{C}$ кристаллизационная вода из соли удаляется, то можно использовать гравиметрический метод отгонки. Для использования прямого метода отгонки (взвешивание отогнанной воды) надо иметь поглотитель и специальную посуду, поэтому целесообразнее использовать косвенный метод отгонки (взвесить образец до и после отгонки).

Химическая реакция:



Отбор пробы и ее подготовка к анализу. *Отбор пробы – аналогично варианту 4.1.1.* Исходя из минимально возможного содержания кристаллизационной воды (кристаллогидрат $\text{CdSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), рассчитаем $\omega(\text{H}_2\text{O})$ в кристаллогидрате:

$\omega(\text{H}_2\text{O}) = M(\text{H}_2\text{O}) / M(\text{CdSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 18,0153 / 226,475 = 0,0795$ или 7,95 %.

Рассчитаем массу навески кристаллогидрата для проведения анализа. Масса отгоняемой воды должна составлять не менее 0,2 г, тогда масса навески соли $\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ будет равна

$$m(\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}) = m(\text{H}_2\text{O}) / \omega(\text{H}_2\text{O}) = 0,2 / 0,0795 = 2,5157 \text{ г.}$$

Ход выполнения работы и экспериментальные данные.

Взвесили бюкс:

$$m(\text{бюкса}) = 5,2 \text{ г (на технических весах);}$$

$$m(\text{бюкса}) = 5,2195 \text{ г (на аналитических весах);}$$

$$m(\text{бюкса с навеской}) = 7,7 \text{ г (на технических весах);}$$

$$m(\text{бюкса с навеской}) = 7,6983 \text{ г (на аналитических весах).}$$

По разности определили массу вещества в бюксе:

$$m(\text{бюкса с навеской}) - m(\text{бюкса}) = 7,6983 - 5,2195 = 2,4788 \text{ г.}$$

Открытый бюкс поместили в сушильный шкаф и высушили при $150\text{--}170^\circ\text{C}$. Затем бюкс поместили в эксикатор. Когда бюкс охладился до комнатной температуры, его закрыли крышкой и взвесили.

Операцию проводили несколько раз до достижения постоянной массы:

$$m(\text{бюкса с CdSO}_4)=7,2345 \text{ г.}$$

Расчет результатов анализа.

Рассчитаем массу отогнанной H_2O и безводного CdSO_4 :

$$m(\text{H}_2\text{O})=m(\text{бюкса с навеской})-m(\text{бюкса с CdSO}_4)= \\ =7,6983-7,2345=0,4638 \text{ г;}$$

$$m(\text{CdSO}_4)=m(\text{бюкса с CdSO}_4)-m(\text{бюкса})= \\ =7,2345-5,2195=2,0150 \text{ г,}$$

Определим количество вещества H_2O и CdSO_4 в навеске:

$$n(\text{H}_2\text{O})=m(\text{H}_2\text{O})/M(\text{H}_2\text{O})=0,4638/18,0153=0,0258 \text{ моль;}$$

$$n(\text{CdSO}_4)=m(\text{CdSO}_4)/M(\text{CdSO}_4)=2,0150/208,475=0,0097 \text{ моль.}$$

Найдем отношение

$$n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{CdSO}_4)=0,0258/0,0097=2,67.$$

Из предложенного ряда кристаллогидратов полученное отношение соответствует соли $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$.

Список использованной литературы: *приводится список.*

5. ТЕМАТИЧЕСКИЙ СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

5.1. Химические энциклопедии, словари и справочники

1. Химия: Большой энциклопедический словарь / Под ред. И.Л. Кнунянца.
2. Химия: Справочное руководство / Под ред. Ф.Г. Гаврюченкова.
3. Химия: Справочник / Пер. с нем.
4. Химия: Справочник.
5. Справочник химика. В 2 т.
6. Справочник по химии.
7. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии.
8. Алимарин И.П. Справочное пособие по аналитической химии.
9. Химия: Справочное руководство (ГДР).
10. Справочник химика-аналитика.

5.2. Общие руководства по химическому анализу

11. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. В 2 ч.

12. Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э. Практическое руководство по неорганическому анализу.

5.3. Литература по отдельным методам анализа

13. Берка А., Вултерин Я., Зыка Н. Новые редоксметоды в аналитической химии.
14. Шварценбах Г., Флашка Г. Комплексонометрическое титрование.
15. Пршибил Р. Аналитическое применение этилендиаминтетрауксусной кислоты и родственных соединений.
16. Комплексные соединения в аналитической химии: теория и практика применения / Ф. Умланд, А. Янсен, Д. Тириг, Т. Вюнш.

5.4. Учебники и учебные пособия, в которых приведено описание лабораторных работ

5.4.1. Учебники и учебные пособия

17. Алексеев В.Н. Курс аналитической химии.
18. Алексеев В.Н. Количественный анализ.
19. Крешков А.П. Основы аналитической химии. 2 ч.
20. Бабко А.К., Пятницкий И.В. Количественный анализ.
21. Лайтинен Г.А., Харрис В.Е. Химический анализ.
22. Аналитическая химия. Химические методы анализа / Под ред. О.М. Петрухина.
23. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии. В 2 ч.
24. Пиккеринг У.Ф. Современная аналитическая химия.
25. Зенчик В.П. Аналитическая химия.
26. Литвинов Я.М. Аналитическая химия.
27. Шапиро С.А., Шапиро М.А. Аналитическая химия.
28. Посыпайко В.И. и др. Химические методы анализа.
29. Пискарева С.К. и др. Аналитическая химия.
30. Керейчук А.С., Петухова Э.Е. Аналитическая химия.
31. Аналитическая химия / И.А. Попадич, С.Е. Траубенберг, Н.В. Осташенкова, Ф.А. Лысюк.
32. Посыпайко В.И., Васина Н.А. Аналитическая химия и технический анализ.
33. Годовская К.И. и др. Технический анализ.
34. Писаренко В.В., Захаров Л.С. Основы технического анализа.

5.4.2. Практикумы и методические указания

35. Коренман Я.И. Титриметрические методы анализа: практикум по аналитической химии.
36. Васильев В.П. и др. Практикум по аналитической химии.
37. Моросанова С.А., Прохорова Г.В., Семеновская Е.Н. Методы анализа природных и промышленных объектов.
38. Химические методы анализа: Методические указания к лабораторным занятиям по дисциплине «Аналитическая химия» (на бел. и рус. языках) / Залевская Т.Л. и др.
39. Количественный анализ: Методические указания к выполнению лабораторных работ по аналитической химии для студентов химико-технологических факультетов / Архангельск: АЛТИ им. В.В. Куйбышева, 1987.
40. Методы кислотно-основного титрования: Методические указания к лабораторным работам (ЛТИ им. Ленсовета).
41. Оксредметрия: Методические указания к выполнению лабораторных работ / К.Г. Боголицын и др.
42. Методические указания по курсу «Аналитическая химия» / В.А. Якубович и др.

5.5. Отраслевые справочники и руководства по анализу

5.5.1. Анализ природных и сточных вод, почв

43. Справочник по свойствам, методам анализа и очистке воды. В 2 ч. / Л.А. Кульский, И.Т. Гороновский, А.М. Кагановский, М.А. Шевченко.
44. Инструкция по отбору проб для анализа сточных и поверхностных вод.
45. Лурье Ю.Ю. Унифицированные методы анализа вод.
46. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод.
47. Лурье Ю.Ю., Рыбникова А.И. Химический анализ производственных сточных вод.
48. Таубе П.Р., Баранова А.Г. Практикум по химии воды.
49. Химия и микробиология природных и сточных вод / Под ред. М.Ф. Максимова.
50. Рациональное использование и очистка сточных вод на машиностроительных предприятиях / В.М. Макаров, Ю.П. Беличенко,

- В.С. Галустов, А.И. Чуфаровский.
51. Вода и сточные воды в пищевой промышленности / Под ред. В.М. Каца.
 52. Грушко Я.М. Вредные органические соединения в промышленных сточных водах.
 53. Основные свойства нормируемых в воде органических соединений / Под ред. М.М. Сенявина и Б.Ф. Мясоедова.
 54. Аринушкина Е.В. Руководство по химическому анализу почв.
 55. Воробьева Л.А. Химический анализ почв.

5.5.2. Аналитический контроль производства пищевых продуктов

56. Химический состав пищевых продуктов: Справочник. В 2 ч. / Под ред. И.М. Скурихина, М.Н. Волгарева.
57. Химический состав пищевых продуктов: Справочные таблицы содержания основных пищевых веществ и энергетической ценности пищевых продуктов / Под ред. А.А. Покровского.
58. Пищевая химия: Учебник для вузов / Под ред. А.П. Нечаева.
59. Исследование продовольственных товаров / В.И. Базарова и др.
60. Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов / Под ред. И.М. Скурихина, В.А. Тутельяна.
61. Смирнов В.А. Пищевые кислоты: лимонная, молочная, винная.

5.5.3. Анализ органических веществ

62. Свойства органических соединений: Справочник / Под ред. А.А. Потехина.
63. Эшворт М.Р.Ф. Титриметрические методы анализа органических соединений. В 2 ч.
64. Аникин А.Г., Дугачева Г.М. Определение чистоты органических веществ.

5.5.4. Аналитический контроль производства органических материалов (пластмасс, резин, лаков, красок, продуктов нефтехимической промышленности)

65. Справочник нефтехимика. В 2 т. / Под общ. ред. С.К. Огородникова.

66. Справочник по красителям, лакам и краскам, применяемым в производстве резиновых изделий. – М.: НИИР.
67. Справочник по пластическим массам / Под ред. М.И. Гарбара.
68. Гурова Т.А. Технический анализ и контроль производства пластмасс.
69. Неметаллические материалы: Справочник / Под ред. Н.И. Сулова.

5.5.5. Аналитический контроль производства минеральных удобрений

70. Справочник по удобрениям / Под ред. Т.Н. Кулаковской.
71. Справочник по минеральным удобрениям / Под ред. М.В. Каталымова.
72. Позин М.Е. Технология минеральных удобрений.
73. Оллок Г. Фосфоразотистые соединения.
74. Исследование в области химии и технологии фосфора и фосфорсодержащих продуктов / Под ред. В.М. Кириллова, Е.А. Фоминой.
75. Анализ фосфорсодержащих продуктов: Методические указания к лабораторным работам.

5.5.6. Справочники и руководства по анализу катализаторов

76. Справочное руководство по катализаторам для производства аммиака и водорода / Под ред. В.П. Семенова.
77. Лазарев В.Б. и др. Химические и физические свойства простых оксидов металлов.
78. Лисичкин Г.В., Юффа А.Я. Гетерогенные металлокомплексные катализаторы.
79. Ермаков Ю.И. Закрепленные комплексы на окисных носителях в катализе.
80. Технология катализаторов / И.П. Мухленов.

5.5.7. Аналитический контроль электрохимического производства

81. Справочник по электрохимии / Под ред. А.М. Сухотина.
82. Неметаллические материалы: Справочник / Под ред. Н.И. Сулова.
83. Анализ электролитов и растворов для гальванических и химических покрытий / Л.И. Никандрова и др.
84. Аверьянов Е.Е. Справочник по анодированию.

5.5.8. Аналитический контроль качества минерального сырья и производства неметаллических тугоплавких материалов (стекла, керамики, вяжущих материалов)

85. Неметаллические материалы. Справочник / Под ред. Н.И. Сулова.
86. Справочник по производству стекла. В 2 т. / Под ред. И.И. Китайгородского и С.И. Сильвестровича.
87. Панасюк В.И. Химический анализ стекла и сырьевых материалов.
88. Панасюк В.И. Химический контроль производства стекла.
89. Справочник по производству цемента / Под ред. И.И. Холина.
90. Бобкова Н.М., Дятлова Е.М., Куницкая Т.С. Общая технология силикатов.
91. Анализ минерального сырья / Под общ. ред. Ю.Н. Книпович, Ю.В. Морачевского.
92. Алимарин И.П., Фрид Б.И. Количественный микрохимический анализ минералов и руд.
93. Химический анализ силикатных материалов / Под ред. А.К. Баева. *(Хранится на кафедре аналитической химии)*.
94. Пищ И.В., Масленникова Г.Н. Керамические пигменты. *(Хранится на кафедре аналитической химии)*.
95. Авербух А.Я., Богушевская К.К. Из чего, как и что получается.

5.5.9. Химический контроль качества полиграфических материалов

96. Журба Ю.И. Краткий справочник по фотографическим процессам и материалам: Свойства черно-белых и цветных галогенсеребряных и несеребряных светочувствительных материалов и процессы химико-фотографической обработки.
97. Закс И.М. Фотоматериалы и их обработка: Справочное пособие.
98. Редько А.В. Основы фотографических процессов. Теория и практика.
99. Неблит К.Б. Фотография, ее материалы и процессы.
100. Редько А.В. Специальные процессы обработки кинофотоматериалов.
101. Журба Ю.И. Лабораторная обработка фотоматериалов.
102. Картужанский А.Л., Красный-Адмони Л.В. Химия и физика фотографических процессов.

5.6. Книги из серии «Аналитическая химия элементов», справочники по химии элементов

103. Неорганические соединения хрома: Справочник.
104. Лаврухина А.К., Юкина Л.В. Аналитическая химия хрома.
105. Аналитическая химия фосфора / Под ред. Ю.С. Ляликова.
106. Мышляева Л.В., Краснощеков В.В. Аналитическая химия кремния.
107. Живописцев В.П., Селезнева В.А. Аналитическая химия цинка.
108. Волынец В.Ф. Аналитическая химия азота.
109. Подчайнова В.Н., Симонова Л.Н. Аналитическая химия меди.
110. Пятницкий И.В. Аналитическая химия кобальта.
111. Коренман И.М. Аналитическая химия калия.

5.7. Литература по анализу неизвестного вещества

112. Алексеев В.Н. Курс качественного химического полумикроанализа.
113. Крешков А.П. Курс аналитической химии. 1 ч.
114. Клячко Ю.А., Шапиро С.А. Курс химического качественного анализа.
115. Жаркова Т.М., Петухова Э.Е. Аналитическая химия. Качественный анализ.
116. Предметный указатель согласованных лабораторных методик измерения концентрации загрязняющих веществ в промышленных выбросах по веществам / В.Б. Миляев, Н.Н. Звягина, Е.Н. Семенов и др.
117. Аналитическая химия. Качественный анализ. Методические указания к лабораторным занятиям по дисциплинам «Аналитическая химия» и «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» / А.Е. Соколовский и др.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.	3
1. Организация и планирование самостоятельной работы по анализу модельных и реальных объектов.	4
1.1. Общая схема аналитического процесса.	4
1.2. Основные этапы планирования и выполнения зачетной работы.	6
1.2.1. Этапы планирования работы.	6
1.2.2. Этапы подготовки эксперимента.	6
1.2.3. Выполнение и защита работы.	7
1.3. План отчета о выполнении зачетной работы.	8
1.3.1. Количественный анализ вещества.	8
1.3.2. Качественный анализ вещества.	9
1.4. Защита выполненной работы.	9
1.5. Основы библиографического поиска информации по аналитической химии.	10
1.5.1. Краткие сведения о поиске информации по аналитической химии с помощью библиотечных каталогов.	10
1.5.2. Краткие сведения о поиске методик определения в ГОСТах.	12
1.5.3. Краткие сведения о поиске информации по аналитической химии в периодических изданиях.	13
1.5.4. Виды источников информации. Поиск информации об объекте анализа и определяемом компоненте.	13
1.5.5. Поиск информации о методах и методиках анализа.	14
2. Количественный химический анализ модельных и реальных объектов.	15
2.1. Химико-аналитическая характеристика объекта анализа.	16
2.2. Химико-аналитическая характеристика определяемого компонента.	17
2.3. Выбор метода анализа.	18
2.4. Выбор методики.	22
2.5. Предварительные теоретические расчеты.	24
2.6. Отбор пробы.	25
2.6.1. Расчет навески пробы для последующего гравиметрического определения.	26

2.6.2. Расчет навески пробы для последующего титриметрического определения.	26
2.6.3. Подбор оптимальной аликвоты анализируемого раствора.	27
2.7. Подготовка пробы к анализу.	28
2.7.1. Переведение пробы в раствор.	28
2.7.2. Маскирование, разделение и концентрирование компонентов пробы.	29
2.8. Измерение.	30
2.9. Обработка результатов анализа.	31
3. Определение качественного состава неизвестного вещества. . .	33
3.1. Предварительные испытания.	34
3.2. Систематический анализ.	39
4. Примеры составления отчета о выполнении зачетной работы. .	40
4.1. Определение содержания кадмия в солях (смеси $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ с K_2SO_4).	40
4.1.1. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ по иону Cd^{2+}	41
4.1.2. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3\text{H}_2\text{O}$ по кристаллизационной воде.	44
4.2. Определение содержания кадмия в минеральных пигментах.	44
4.3. Определение содержания кадмия в сплаве.	45
4.4. Определение содержания кадмия в электролите кадмирования.	47
4.5. Определение содержания кадмия в сточных водах.	49
4.6. Определение содержания кристаллизационной воды в соли $\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	50
4.6.1. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ по иону Cd^{2+}	50
4.6.2. Проведение анализа $\text{CdSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ по кристаллизационной воде.	51
5. Тематический список рекомендуемой литературы.	52
5.1. Химические энциклопедии, словари и справочники.	52
5.2. Общие руководства по химическому анализу.	52
5.3. Литература по отдельным методам анализа.	53
5.4. Учебники и учебные пособия, в которых приведено описание лабораторных работ.	53
5.4.1. Учебники и учебные пособия.	53
5.4.2. Практикумы и методические указания.	54
5.5. Отраслевые справочники и руководства по анализу.	54

5.5.1. Анализ природных и сточных вод, почв.	54
5.5.2. Аналитический контроль производства пищевых продуктов.	55
5.5.3. Анализ органических веществ.	55
5.5.4. Аналитический контроль производства органических материалов (пластмасс, резин, лаков, красок, продук- тов нефтехимической промышленности).	55
5.5.5. Аналитический контроль производства минеральных удобрений.	56
5.5.6. Справочники и руководства по анализу катализаторов.	56
5.5.7. Аналитический контроль электрохимического производства.	56
5.5.8. Аналитический контроль качества минерального сырья и производства неметаллических тугоплавких материалов (стекла, керамики, вяжущих материалов) . .	57
5.5.9. Химический контроль качества полиграфических материалов.	57
5.6. Книги из серии «Аналитическая химия элементов», справочники по химии элементов.	58
5.7. Литература по анализу неизвестного вещества.	58