

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования
«Белорусский государственный педагогический университет
имени Максима Танка»

Суханкина Н.В., Козлова-Козыревская А.Л.

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

Практикум

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

Минск
2017

Печатается по решению редакционно-издательского совета БГПУ

Рецензенты:

Мельситова И. В., доцент кафедры аналитической химии БГУ,
кандидат химических наук, доцент;
кафедра химии УО «Витебский государственный университет
имени П.М. Машерова» (заведующий О. М. Балаева-Тихомирова)

Суханкина, Н.В.

Аналитическая химия. Количественный химический анализ: практикум / Н. В. Суханкина. А. Л. Козлова-Козыревская. – Минск : БГПУ, 2017. – 96 с.
ISBN 978-985-541-386-9.

В пособии излагается сущность гравиметрического и титриметрического методов анализа, описываются техника работы и основные аналитические операции, приводятся методики определения различных веществ методами осаждения и отгонки, кислотно-основного, комплексонометрического и окислительно-восстановительного титрования.

Адресуется студентам педагогических вузов, обучающихся по химико-биологическим специальностям, а также магистрантам и аспирантам при изучении ими современных методов химического анализа.

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

ISBN 978-985-541-386-9

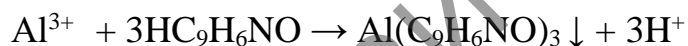
© Суханкина Н. В.,
Козлова-Козыревская А. Л., 2017
© оформление. БГПУ, 2017

Работа 1.3. Определение алюминия гравиметрическим методом

Сущность работы

При гравиметрическом определении алюминия можно осадить его раствором аммиака в виде гидроксида $Al(OH)_3$ и после прокаливании получить гравиметрическую форму Al_2O_3 . Но это определение осложняется по ряду причин. Во-первых, практически невозможно полное осаждение $Al(OH)_3$. Это связано с необходимостью тщательного регулирования pH раствора, поскольку $Al(OH)_3$, обладая амфотерными свойствами, растворим в избытке кислот и щелочей и частично в растворе аммиака. Во-вторых, осадок $Al(OH)_3$, поглощая воду, дает студенистую, труднофильтруемую форму. В-третьих, гравиметрическая форма Al_2O_3 весьма гигроскопична и требует особой осторожности при охлаждении и взвешивании прокаленного осадка. Кроме того, раствор аммиака – малоспецифичный осадитель. Поэтому этот анализ сопряжен с определенными погрешностями. В практике анализа алюминий осаждают довольно часто органическим осадителем – 8-оксихинолином.

Осаждение протекает по реакции:



Реакция осаждения сопровождается накоплением ионов H^+ , поэтому полнота осаждения зависит от pH. Практически полное осаждение достигается при $pH = 5$ и выше.

При осаждении используют *метод возникающих реагентов*, суть которого заключается в следующем. Диссоциация оксихинолина, как слабой органической кислоты, подавляется избытком ионов H^+ , поэтому, если к раствору, содержащему ионы Al^{3+} и подкисленному уксусной кислотой, прилить раствор 8-оксихинолина, осадок не выпадает. Нагрев полученную смесь, прибавляют раствор CH_3COONa до $pH=5$ (по индикатору). При этом постепенно усиливается кислотная диссоциация оксихинолина по мере подавления диссоциации уксусной кислоты. В результате образуется крупнокристаллический, хорошо-фильтрующийся и легко отмывающийся от

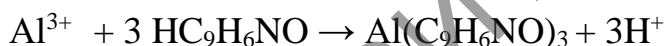
примесей осадок. Осадок оксихинолята алюминия удобнее высушивать, а не прокаливать до Al_2O_3 , так как в гравиметрической форме $Al(C_9H_6NO)_3$ содержание алюминия наименьшее. Поэтому промывание и фильтрование проводят в стеклянных фильтрующих тиглях под вакуумом. В них же осадок высушивают в сушильном шкафу при $130\text{ }^\circ\text{C}$ до постоянной массы.

Методика определения и расчет

Расчет навески. Обычно ионы Al^{3+} определяют, осаждая 8-оксихинолином, в пробах, в которых содержание Al^{3+} не превышает 0,05 г. При анализе алюминиевых квасцов навеску рассчитывают следующим образом:

$$\begin{aligned} & KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O - Al \\ & 474 \text{ г/моль} - 27 \text{ г/моль} \\ & \quad \quad \quad x - 0,05 \text{ г} \\ x &= \frac{474 \cdot 0,05}{27} = 0,9 (\pm 0,09) \text{ г} \end{aligned}$$

Расчет объема осадителя. Алюминий осаждают 3%-м раствором 8-оксихинолина в 2М CH_3COOH . Расчет ведут по уравнению реакции:



Принимая плотность раствора осадителя 1 г/мл, рассчитывают объем осадителя по формуле:

$$V = \frac{m_{Al} \cdot M_{HC_9H_6NO} \cdot 3 \cdot 100}{M_{Al} \cdot \omega_{HC_9H_6NO} \cdot \rho} = \frac{0,05 \cdot 145 \cdot 3 \cdot 100}{27 \cdot 3 \cdot 1} = 27 \text{ мл}$$

Осадитель берут с небольшим избытком (30 мл), так как большой избыток его может выпасть в осадок вместе с оксихинолятом алюминия.

Взятие и растворение навески. В стакан вместимостью 200–250 мл отбирают рассчитанные навески соли алюминия или любых других образцов, содержащих соединения алюминия. Навески растворяют в 100 мл воды, прибавляют 2 капли метилоранжа и 2М раствор CH_3COOH до перехода окраски из желтой в розовую. Затем раствор нагревают на водяной бане почти до кипения.

Осаждение. К горячему раствору прибавляют рассчитанный объем 8-оксихинолина и, перемешивая, добавляют по каплям 2M раствор CH_3COONa или $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ до прекращения выпадения осадка. Желтая окраска раствора указывает на достаточное количество осадителя, т. е. на избыток его в растворе.

Фильтрация и промывание осадка. Раствор с осадком выдерживают для созревания осадка на кипящей водяной бане 30 мин, а затем фильтруют через стеклянный пористый тигель (№ 3) с помощью водоструйного насоса. Тигель предварительно должен быть вымыт (HCl , NH_4OH , вода), высушен при 130°C до постоянной массы. После декантации раствора на фильтр осадок промывают небольшим количеством горячей воды, а затем холодной водой до тех пор, пока фильтрат не станет бесцветным.

Высушивание осадка. Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу при $120\text{--}130^\circ\text{C}$ до постоянной массы.

Расчет результатов анализа. Определив массу пустого тигля и массу тигля с осадком, находят по разности массу осадка (гравиметрической формы). По массе гравиметрической формы $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_3$ и массе анализируемой навески вычисляют массовую долю (%) Al в пробе:

$$\omega_{\text{Al}} = \frac{m_{\text{ос}} \cdot F \cdot 100}{m_{\text{нав}}}$$
$$F = \frac{M_{\text{Al}}}{M_{\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_3}} = 0,05872$$