

Оборудование и реактивы. В штативе: дигидроантимонат натрия, йодид калия, хлорид бария, нитрат свинца (II), ацетат натрия, гидроксид аммония, гидроортофосфат натрия, сульфат цинка, роданид (тиоцианат) калия, гидроксид натрия, гидроксид калия – 5% растворы. В лаборатории: держатель для пробирок, воронка, фильтры. В вытяжном шкафу: песчаная баня, колба нагретель, соляная кислота, азотная кислота, уксусная кислота – 2 н. растворы; гидроксид калия, гидроксид натрия – 6 н. растворы; гидроксид аммония – концентрированный раствор, сульфид натрия – 5% раствор. Получать в лаборантской: гексанитрокобальтат натрия, реактив Несслера, спирт амиловый (изоамиловый), ацетон; гексацианоферрат (II) калия – 5% растворы, алюминон – 1% раствор, хлорид аммония, крист., перекись водорода, гексацианоферрат (III) калия, тетрароданомеркурат (II) аммония – 5% растворы, висмутат натрия, крист., диметилглиоксим – 1% спиртовой раствор, индикаторная бумага, пробирки, стеклянные палочки.

Выполнение анализа

Анализируемый раствор этой работы может содержать катионы всех шести аналитических групп. Приобретенные студентами навыки в ходе выполнения лабораторных работ № 1-6 позволяют решить поставленную задачу самостоятельно, без детального описания хода анализа, с использованием схемы разделения раствора на аналитические группы (см. рис. 1), схем анализа попарно выделенных групп и качественных аналитических реакций.

Первоначально проводят предварительные испытания дробным анализом на обнаружение или отсутствие в растворе ионов Fe^{3+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Hg^{2+} , Hg_2^{2+} , что в последующем позволит упростить схему анализа отдельных аналитических групп.

После проведения предварительных испытаний осуществляют разделение анализируемого раствора на отдельные группы (кроме первой, которую анализируют дробным методом путем отбора пробы, см. схему рис. 1). Разделение на группы осуществляют по схеме рис. 1 с использованием операций промывки осадков на фильтре и проверки полноты осаждения каждой группы.

Аналитическая работа № 7 рассчитана на два лабораторных занятия (по 2 академических часа в каждом). В течение первого занятия рекомендуется:

- провести предварительные испытания;
- осуществить разделение исследуемого раствора на группы по схеме рис. 1 с выделением осадков II группы, III группы (с одновременным обнаружением в нем Ba^{2+} и Ca^{2+}) и суммарного осадка V и VI групп;

- провести анализ раствора IV группы в соответствии со схемами рис. 7, 8 и указаниями к лабораторным работам № 3 и 5;

- провести дробный анализ на определение K^+ и Na^+ (см. рис. 4 и указания к лабораторной работе № 4).

В течении второго занятия рекомендуется:

- провести анализ осадка II группы по схеме рис. 3 и 5, и указаниям к лабораторным работам № 3 и № 4;

- провести разделение V и VI групп из суммарного осадка (по схеме рис. 1) с последующим анализом растворов V и VI групп по схемам и указаниям к лабораторным работам № 3 и 6.

4. Практические задания

1. Составить схему качественного анализа катионов пробы раствора сернокислого выщелачивания огарков сульфатирующего обжига пиритных концентратов. Кроме пирита FeS_2 , концентрат содержит халькопирит CuFeS_2 , сфалерит ZnS , пентландит $(\text{Fe}, \text{Ni})_9\text{S}_8$, алюмонатриевые силикаты, а также изоморфные примеси в сульфидах кобальта и серебра.

2. Составить схему качественного анализа катионов пробы объединенных отработанных растворов электролитов гальванического производства, включающих операции меднения, хромирования, никелирования и травления стали. Исходные растворы электролитов, кроме основных компонентов, в качестве специальных добавок содержат гидросульфат аммония. Отработанные растворы после операций хромирования содержат хромат-ионы, после операции травления стали – ион Fe^{3+} .

3. Составить схему качественного анализа пробы раствора, полученного разложением комплексной окисленной железной руды, содержащей, кроме оксида железа, апатит $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, нефелин $\text{Na}_3\text{K}(\text{AlSiO}_4)_4$, англезит PbSO_4 и смитсонит ZnCO_3 .

4. Составить схему качественного анализа пробы раствора, полученного разложением полиметаллической сульфидной руды, содержащей халькопирит CuFeS_2 , галенит PbS , сфалерит ZnS , пирит FeS_2 , а также барит BaSO_4 , алюмосиликаты калия и натрия, кальцит CaCO_3 , металлическое серебро.

5. Составить схему качественного анализа пробы раствора, полученного разложением сульфидной медно-никелевой руды, содержащей халькопирит CuFeS_2 , пентландит $(\text{Fe}, \text{Ni})_9\text{S}_8$, пирротин FeS , кальцит CaCO_3 , магнезит MgCO_3 , алюмосиликат калия, самородное серебро и изоморфный (в пентландите) кобальт.

6. Составить схему качественного анализа пробы раствора, полученного разложением сульфидной свинцово-цинковой руды, содержащей галенит PbS , сфалерит ZnS , пирит FeS_2 , барит BaSO_4 , кальцит CaCO_3 , магнезит MgCO_3 и алюмосиликат натрия.

7. Составить схему качественного анализа пробы раствора, полученного разложением апатито-нефелиновой руды, содержащей апатит $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, нефелин $\text{Na}_3\text{K}(\text{AlSiO}_4)_4$, магнезит MgCO_3 , гематит Fe_2O_3 , хромит FeCr_2O_4 .

8. К пробе сточной воды добавили 2 н. раствор соляной кислоты, выпавший белый осадок отфильтровали. Фильтрат нейтрализовали до $\text{pH} \approx 5$ и добавили раствор гексанитрокобальтата (III) натрия. Получили темный осадок. Осадок на фильтре обработали горячей водой, он не растворился, но под действием раствора аммиака почернел. Какие катионы присутствовали в пробе? Составьте схему анализа.

9. В анализируемой пробе после вскрытия руды предполагается наличие ионов алюминия, кальция, магния, железа и цинка. Как проверить их присутствие в растворе? Составьте схему анализа.

10. Как проверить присутствие цинка в растворе после вскрытия полиметаллической руды, содержащей медь, железо, свинец, кальций и кадмий? Составьте схему анализа.

11. В «легком» сплаве на основе алюминия могут находиться цинк, медь, железо, марганец, магний. Подтвердите наличие этих металлов в сплаве. Составьте схему анализа.

12. В «тяжелом» сплаве на основе свинца могут находиться железо, медь, цинк и серебро. Подтвердите наличие этих металлов в сплаве. Составьте схему анализа.

13. Дана проба сточной воды. При действии этой воды на пластину металлической меди образовалось блестящее пятно. К части сточной воды добавили соляной кислоты и выпал белый осадок. Под действием гидроксида он почернел. После фильтрации белого осадка к части образовавшегося раствора добавили сульфат натрия и выпал белый осадок, другой частью раствора подействовали на медную пластину, образовалось блестящее пятно. Какие катионы присутствовали в сточной воде? Составьте схему анализа.

14. Дана проба сточной воды. К части пробы добавили соляную кислоту, выпал белый осадок, растворимый в горячей воде. После фильтрации белого осадка к полученному раствору добавили некоторое количество щелочи, выпал белый осадок, который затем растворился в ее избытке. Часть полученного раствора подкислили до $\text{pH} \approx 5$ и добавили раствор алюминона, образовался красный осадок. К другой части подкисленного раствора добавили сульфид натрия, образовался белый осадок. Какие катионы присутствовали в сточной воде? Составьте схему анализа.

15. К отдельным пробам сточной воды добавили раствор соляной кислоты, осадок не выпал, добавили серной кислоты и этиловый спирт, осадок не выпал, добавили избыток щелочи, выпал белый осадок. Осадок отфильтровали. Полученный фильтрат подкислили до $\text{pH} \approx 2$ и добавили сульфид натрия, выпал белый осадок. Предыдущий осадок растворили в соляной кислоте, к полученному раствору добавили сульфид натрия, выпал желтый осадок. Какие катионы присутствовали в сточной воде? Составьте схему анализа.

16. Дана проба сточной воды. К части пробы добавили соляную кислоту, выпал осадок. После фильтрации осадок на фильтре промыли горячей водой. К полученному фильтрату добавили раствор иодида калия, при этом не обнаружили выпадение никакого осадка.