

Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті

Химия және химиялық технология факультеті
Аналитикалық, коллоидтық химия және сирек элементтер
технология кафедрасы

Исмаилова А.Г., Злобина Е.В., Долгова Н.Д.

**Аналитикалық химия пәні бойынша
зертханалық жұмыстардың
әдістемелік нұсқаулары
және тапсырмалары**

«Неорганикалық заттардың химиялық технологиясы» және
«Органикалық заттардың химиялық технологиясы»
мамандығы бойынша бакалавриат студенттері үшін

Алматы, 2012
«Қазақ университеті»

...Аналитикалық химия химиялық ойлауды үйретеді. Химиялық ойлаудың нәтижесі аналитикалық химияның практикалық сабақтарында аса маңызды.

Н.А. Меншуткин, 1897г.

1-бөлім. БЕЙОРГАНИКАЛЫҚ ЗАТТАРДЫ САПАЛЫҚ ТАЛДАУ

Бейорганикалық заттардың сапалық талдануы түзілу реакция нәтижесінде пайда болған белгілі түрлі-түсті тұнбаның түріне және әртүрлі комплексті қосылыстың түрі мен қасиетіне, әр затқа тән химиялық және физикалық қасиеттері бар газдардың бөлінуіне, тотығу-тотықсыздану реакция арқылы алынған өнімдердің түзілуіне байланысты болады.

Иондарды анықтау барысында реакция нәтижесінде түзілген әр қосылыстың кристалды формаларына ерекше көңіл бөлінеді (мұндай реакциялар микрокристаллоскопиялық деп аталады). Кристалдардың түрлері мен түстері микроскоп арқылы бақыланады.

Реакциялардың орындалу жолдары

Реакциялардың орындалу техникасына байланысты анықталу микрокристаллоскопиялық, пробиркалы және тамшылық реакциялар болып бөлінеді.

- Реакцияның пробиркада орындалуы. Зерттелетін ерітіндінің 2-3 тамшысын капиллярлық пипеткамен пробирканың қабырғасына жанастырмай құяды. Оның үстіне орындалу техникасын қадағалай отырып, 2-3 тамшы реагент ерітіндісін тамызып, пайда болған өзгерісті анықтайды.

Катиондарды бөлу және анықтау реакциялары көлемі 2-5 мл цилиндрлі немесе конусты пробиркаларда орындалады.

- Микрокристаллоскопиялық реакциялардың орындалуы. Зерттелетін ерітіндінің 1 тамшысын беті құрғақ әрі таза шыны пластинкасына тамызып, жанына 1 тамшы реагент

қосады да, екі ерітіндіні шыны таяқшамен ақырын ғана араластырады. Түзілген кристалдың формасын микроскоп арқылы анықтайды.

- Тамшылық реакциялардың орындалуы. Сүзгі қағаз бетіне капиллярмен реагенттің 1 тамшысын тамызады, пайда болған дақтың формасы дұрыс пішінді болғаны жөн. Дақтың ортасына зерттелетін ерітіндінің 1 тамшысын тамызады да, түзілген түсті бақылайды.

Реактивтің немесе зерттелетін ерітіндінің тамшылары капиллярлар (пипетка) арқылы орындалады, әр реактивтің өзіне тән капиллярлы болады және қолданып болған соң шыны тубкаларын ішінде суы бар стаканға салып қою қажет.

Зерттелетін сұйықтықтарды араластыру үшін шыны таяқшалар қолданылады. Қатты реактивтер үшін шпатель пайдаланылады. Буландыру процесін фарфор ыдысында немесе микротиглдерде орындайды. Реактивтер арнайы дайындалған капиллярлары бар шыны ыдыстарда сақталады. Ерітіндіні ластамау үшін шыны ыдыстан алынған капиллярды үстел бетіне немесе басқа да денеге жанастырмау керек. Аналитикалық реакцияларды орындау барысында талдау әдістемесін дәл әрі мұқият орындаған жөн.

Иондарды тұндыру және бөлу. Иондарды бөліп алу үшін аз еритін қосылыс түрінде тұндыру процесі орындалады. Тұндыру пробиркада орындалады, пробиркада зерттелетін ерітінді мен реагенттің бірнеше тамшысы араластырылады. Қажет болған жағдайда су моншасы қолданылады. Тұнбаны центрифуга арқылы бөліп алады және тұнбаның толық түсуін тексереді. Ол үшін тұнба бетіне реагенттің тамшысын қосады, егерде ерітінді лайланбаса тұнбаның толық түскені, ал басқа жағдайда тұндырғыштың артық мөлшері қолданылады.

Ерітіндіні бөліп алу. Тұндыру процесі орындалып болған соң, пипеткамен ақырын ғана тұнбаның бетіндегі ерітіндіні басқа пробиркаға бөліп алады. Осылайша операцияны бірнеше рет орындайды.

Тұнбаны жуу. Реакция арқылы алынған тұнбаны бірнеше рет дистилденген сумен жуады, ол үшін тұнбаға бірнеше тамшы су қосып, шыны таяқшамен мұқият араластырып, центрифуга

арқылы бөліп алады. Осы әдіспен операцияны бірнеше рет қайталайды. Кристалды тұнбаларды екі рет, аморфты тұнбаларды 3-4 рет жуу керек.

Тұнбаны еріту. Тұнбаны еріту үшін бөліп алған тұнбаға сәйкесінше еріткішті қосып араластырады, қажет болған жағдайда қыздырады. Егерде тұнбаны еріту буландыруды қажет етсе, тұнбаны еріткішпен бірнеше рет араластырып, тиглге немесе фарфор ыдысқа ауыстырады. Тұнбаны еріту барысында араластыру үшін шыны таяқша қолданылады.

Катиондардың қышқылды-негіздік жіктелуі

Катиондардың аналитикалық жіктелуі аналитикалық топ катиондарына топтық реагенттердің әсері арқылы бөлінуіне негізделген. *Топтық реагент* иондардың қоспасына белгілі ретпен және тізбектеле әсер етеді. Топтық реагент төмендегі талаптарға сай болу керек:

- 1) катиондарды толығымен сандық түрде тұндыру;
- 2) талдауды дұрыс жүргізу үшін алынған тұнба оңай еру керек;
- 3) реагенттің артық мөлшері ерітіндідегі басқа иондарды анықтауда кедергі жасамауы тиіс.

Талдауда қолданылатын реагенттің түріне байланысты катиондардың жіктелуінің мынадай тізбектері белгілі:

- 1) қышқылды-негізді;
- 2) сульфидті;
- 3) аммиакты-фосфатты.

Катиондардың аналитикалық жіктелуі элементтердің химиялық қасиеттеріне және Менделеевтің периодтық жүйесіндегі орналасуына, олардың құрылысына, физика-химиялық мінездемелеріне тікелей байланысты. Бұл жіктелулердің барлығы аналитикалық химиядаға тәжірибелер негізінде құрылған.

Қышқылды-негіздік тізбек металдардың хлоридтерінің, сульфаттарының, гидроксидтерінің ерігіштігіне байланысты жіктелген. Қышқылдық-негіздік жіктелу арқылы катиондар алты топқа біріктіріледі.

Катиондардың қышқылды-негіздік жіктелуі

Топтар	Катиондар	Топтық реагент	Қосылыстардың қысқаша сипаттамалары
I	NH_4^+ , Na^+ , K^+ , Li^+	Жоқ	-
II	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl	MCl, MCl ₂ қышқылдарда ерімейді (сұйыт.)
III	Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}	H ₂ SO ₄	M ₂ SO ₄ қышқыл мен сілтілерде ерімейді
IV	Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn(IV) , As(III, V)	NaOH артық мөлшері	M(OH) _n , NaOH-ң артық мөлшерінде ериді
V	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Sb(III, V)	NaOH	M(OH) _n , NaOH-ң артық мөлшерінде ерімейді
VI	Cu^{2+} , Hg^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cd^{2+}	NH ₃ · H ₂ O артық мөлшері	M(OH) _n , NH ₃ · H ₂ O артық мөлшерінде ериді

Зертханалық жұмыста сапалық талдауды орындау үшін арналған ұсыныстар

- зертханалық жұмысқа дайындық үшін: 1) жұмыстың теориялық мәліметерімен танысу; 2) өздік дайындыққа арналған сұрақтардың жауабын толық қамту; 3) зертханалық дәптердегі кестелерді 1 қосымшада берілген ретпен толтыру қажет.

- кестедегі «орындау қажет» деп көрсетілген аналитикалық реакцияларды зертханада тәжірибелік орындау;

- кестедегі «білу керек» деп көрсетілген аналитикалық реакциялар теориялық түрде талқыланып, реакциялары зертханалық дәптерде жазылуы тиіс;

- аналитикалық реакциялардың теңдеуін толық молекулярлы әрі қысқартылған иондық түрде жазуға болады.

Сапалық талдау кезінде сынамадағы барлық мүмкін болатын заттарды іздеу керек, сонымен қатар оның құрамында басқа заттың жоқтығын дәлелдей білу керек.

Й.Я. Берцелиус, 1841 ж

КАТИОНДАРДЫ ТАЛДАУ

1- зертханалық жұмыс

I, II аналитикалық топ катиондарына тән реакциялар

Жұмыстың мақсаты: катиондардың қышқылды-негіздік жіктелуімен танысу, I, II аналитикалық топ катиондарының аналитикалық реакцияларымен және алынған тұнбалардың қасиетімен танысу.

I аналитикалық топ катиондары NH_4^+ , Na^+ , K^+

Катион	Орындау керек	Білу керек
NH_4^+	1. Несслер $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ реактивімен реакция	1. $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ -мен реакция
	2. NaOH , t^0 -пен реакция	2. $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ -мен реакциясы
Na^+	Цинкуранилацетатпен $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$ микрокристаллоскопиялық реакция	
K^+	$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ -мен реакция	1. $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) -пен реакция

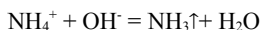
NH_4^+ ионының ашылуы

1. Несслер реактиві сілтілі ортада аммоний иондарымен қызғылт (оранжевый) тұнба түзеді:



Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы аммоний ионы бар ерітіндіге 1-2 тамшы Несслер реактиві қосылады. Қызғылт тұнба түзіледі. Егерде ерітіндіде аммоний иондарының қалдығы болса түс сарыға ауысады.

2. Натрий (калий) гидроксиді. Арнайы реакция. Ерітіндідегі аммоний тұздарына сілтімен әсер етіп, қыздырса аммиак газ түрінде бөлініп шығады.



Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы аммоний ионы бар ерітіндіге бірнеше тамшы NaOH (KOH) қосып, су моншасында қыздырады. Бөлінген аммиакты универсальды индикатор немесе лакмус қағазының түсінің өзгеруі арқылы байқауға болады.

Na⁺ ионының ашылуы

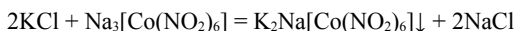
Микрокристаллоскопиялық реакция. Натрий ионы **цинкуранилацетатпен** ортаның қышқылдылығы рН 7-де тетраэдрлі немесе октаэдрлі ашық-сары кристалдар түзеді.



Реакцияның орындалуы. құрамында натрий ионы бар ерітіндінің 1 тамшысын беті құрғақ әрі таза шыны пластинкасына тамызып, жанына 1 тамша реагент қосады да, екі ерітіндіні шыны таяқшамен ақырын ғана араластырады. Біраз уақыттан соң түзілген кристалдың формасын микроскоп арқылы анықтайды.

K⁺ ионының ашылуы

Натрий гексанитрокобальтаты (III) калий иондарымен ортаның қышқылдылығы рН 4-5-те сары тұнба түзеді:



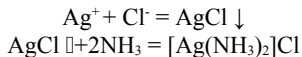
Реакцияның орындалуы. 2-3 тамшы калий ионы бар ерітіндіге 2-3 тамшы реагент қосып, су моншасында қыздырады. Сары тұнба түзіледі. Егер ерітінді қышқылды болса CH_3COONa қосу қажет. Сілтілі ортада қою-қоңыр $\text{Co}(\text{OH})_3$ тұнбасы түзіліп, калий ионының ашылуына кедергі жасайды.

II аналитикалық топ катиондары Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}

Катион	Орындау керек	Білу керек
Топтық реагент HCl		
Ag^+	1. HCl -мен реакция және алынған AgCl -ң $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ еруі	1. Na_2HPO_4 -пен реакция 2. KJ , KBr -мен реакция
	2. K_2CrO_4 -мен реакция	3. $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, H_2S -пен реакция
	3. NaOH -мен реакция	
Pb^{2+}	1. HCl -мен реакция және ыстық суда еруі	1. Na_2HPO_4 -пен реакция
	2. H_2SO_4 -мен реакция және PbSO_4 -ң 30%-к NH_4Ac еруі	2. NaOH және $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -мен реакция
	3. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ немесе K_2CrO_4 -мен реакция	
	4. KJ -мен реакция	
Hg_2^{2+}	1. HCl -мен реакция және Hg_2Cl_2 -ге NH_4OH -ң әсері	1. NaOH -мен реакция 2. KJ -мен реакция
	2. K_2CrO_4 -мен реакция	3. $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, H_2S -мен реакция
		4. Na_2HPO_4 -мен реакция
		5. металл күйіндегі мыспен реакция

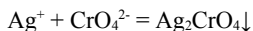
Ag^+ ионының ашылуы

1. Тұз қышқылы күміс иондарымен әрекеттесіп сүзбе тәрізді ақ тұнба түзеді:



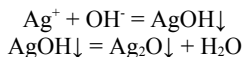
Реакцияның орындалуы. 2-3 тамшы күміс ерітіндісіне 2-3 тамшы 2М HNO_3 ерітіндісін және 3-4 тамшы 2М HCl қосады. Ақ түсті тұнба түзіледі. Тұнбаны центрифугада бөліп алып, жуып және 4-5 тамшы концентрлі NH_3 ерітіндісімен өңдейді. Тұнба ериді. Ерітіндіге қайтадан (1:1) қатынаста HNO_3 рН 1-2 болу керек (ақ тұнба) немесе KI (сары тұнба) қосады.

2. Калий хроматы Ag^+ ионымен кірпіш тәрізді қызыл түсті тұнба түзеді:



Реакцияның орындалуы. 2-3 тамшы күміс ерітіндісіне 2-3 тамшы калий хроматын қосады. Реакцияны $\text{pH} \sim 7$ мәнінде жүргізу керек. Түзілген кірпіш тәрізді қызыл түсті тұнба азот қышқылында және аммиакта ериді, дегенмен CH_3COOH аз ериді.

3. Натрий(калий) гидроксиді Ag^+ ионымен Ag_2O қоңыр тұнбасын береді, яғни ол бірден түзілген тұрақсыз күміс гидроксидінің ыдырауынан түзіледі:



Реакцияның орындалуы. 2-3 тамшы күміс ерітіндісіне 2-3 тамшы натрий гидроксиді қосылады. Тұнба аммоний тұзы қатысындағы аммиакта ериді!

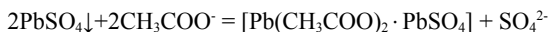
Pb²⁺ ионының ашылуы

1. Тұз қышқылы қорғасын ионымен әрекеттесіп ақ тұнба түзеді.



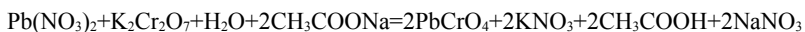
Реакцияның орындалуы. Пробиркадағы 2-3 тамшы қорғасын ионына 2 тамшы 2М HCl ерітіндісін қосады. Ақ тұнба түзіледі. Оны центрифугада бөліп алып, үстіне бірнеше тамшы дистилденген су қосып қайнағанша қыздырады, тұнба ериді, ерітінді салқындаған соң қайтадан тұнба түседі.

2. Реактив ретінде күкірт қышқылының қолданылуы және алынған PbSO_4 тұнбаның 30%-тік NH_4Ac еруі



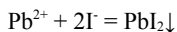
Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы қорғасын ерітіндісіне 2-3 тамшы 2М H_2SO_4 қосылады. Кристалды ақ тұнба түседі. Оны центрифугирлеп және 4-5 тамшы 30% -тік $\text{NH}_4\text{Ac} + \text{HAc}$ ерітіндісімен өңдеп, қыздырады. Тұнба ериді.

3. Калийдiң дихроматы немесе хроматы. Әлсiз немесе сiрке қышқылды қорғасын ерiтiндiсiне калийдiң дихроматын немесе хроматын қосқанда сары тұнба түзiледi:



Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы қорғасын ерiтiндiсiне 2-3 тамшы 2М CH_3COOH , 2-3 тамшы CH_3COONa және 2-3 тамшы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ қосылады. Сары тұнба түседi. Оны центрифугирлеп, тұнбаға 2-3 тамшы 2М NaOH қосылады. Тұнба еридi.

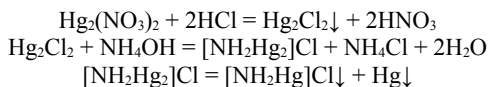
4. Калий иодидi. Қорғасын ионы иодид-иондарымен сары тұнба түзедi. Тұнба қыздырғанда жақсы еридi де, суыған соң қайтадан түседi.



Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы қорғасын ерiтiндiсiне 2 тамшы 2М CH_3COOH және 2-3 тамшы KI қосылады. Сары тұнба түзiледi. Қыздырылып, суытылған соң жылтыр жапырақ тәрiздi алтын-сары тұнба түседi.

Hg₂²⁺ ионының ашылуы

1. Тұз қышқылы Hg_2^{2+} иондарымен әрекеттесiп Hg_2Cl_2 (каломель) ақ тұнбасын түзедi.



Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы сынап (I) ерiтiндiсiне 2 тамшы 2М HCl қосылады. Ақ тұнба түзiледi. Оны центрифугирлеп, жуып, 4-5 тамшы концентрлi NH_3 ерiтiндiсiмен өңдейдi. Аммиактың әсерiнен каломель тұнбасы қараяды, яғни Hg и HgNH_2Cl қоспасы түзiледi.

2. Калийдiң хроматы Hg_2^{2+} ионымен қызыл Hg_2CrO_4 тұнба түзедi.

Реакцияның орындалуы. Пробиркадағы 2-3 тамшы бiрваленттi сынап ерiтiндiсiне 2 тамшы 2М калий хромат ерiтiндiсi қосылады. Қызыл тұнба түзiледi.

Өзiндiк бақылау сұрақтары

1. Аналитикалық химия ненi зерттейдi?

2. Сапалық және сандық талдау дегеніміз не?
3. Химиялық талдауда кеңінен қолданылатын негізгі реакциялардың түрлері?
4. Химиялық реакцияның аналитикалық белгісі дегеніміз не және ол сапалық талдауда қалай қолданылады?
5. Қандай жағдайларда бөлшектеп талдау қолданылады, қай жағдайларда сапалық талдаудың жүйелі түрі пайдаланылады?
6. Аналитикалық реакцияның талғамдығына, селективтілігіне және спецификалылығына анықтама беріңіз.
7. Аналитикалық реакцияның сезгіштігін қандай шамалармен сипаттауға болады?
8. Катиондардың қышқылдық-негіздік жіктелуінің себебі неде?
9. I-VI топ катиондарының топтық реагенттерін атаңыз.
10. Топтық реагентке қойылатын талаптар?

2- зертханалық жұмыс

Бірінші-екінші топ катиондар қоспасына бақылау есебі

Жұмыстың мақсаты: берілген есептегі I және II топ катиондарын тізбек бойынша бөлу және ашу (анықтау). Катиондар қоспасының талдау есебін лабораториялық журналда орындау (төмендегі 1-ші қосымшаны қараңыз).

Алдын-ала бақылау. Индикатор қағазының тілімшесіне зерттелетін ерітіндінің 1 тамшысын тамызыңыз. Қағаздың қызаруы ортаның қышқылдылығын және ерітіндіде аммоний ионы бар болу мүмкіндігін көрсетеді, ал қағаздың көгеруі – ортаның сілтілігін байқатып және сілтінің бар екендігін немесе әлсіз қышқыл арқылы түзілген калий мен натрий тұздарын көрсетуі мүмкін.

I және II топ катиондар қоспасын талдау тізбегі

$\text{Ag}^+, \text{Hg}_2^{2+}, \text{Pb}^{2+}, \text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+$		
+ HCl (2M)		
T₁. $\text{AgCl}, \text{Hg}_2\text{Cl}_2, \text{PbCl}_2$ + $\text{H}_2\text{O}, \text{I}^0$		E₁. $\text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+ (\text{SO}_4^{2-}, \text{Cl}^-)$ Бөлшектеп анықтау (ашу)
T₂. $\text{AgCl}, \text{Hg}_2\text{Cl}_2$ + $\text{NH}_4\text{OH} (6\text{M})$	E₂. Pb^{2+} + $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ + KI	1. Na^+ ашылуы + $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$ 2. NH_4^+ ашылуы + $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ (Егер NH_4^+ анықталса, оны тиглде қыздыру арқылы жояды. Құрғақ тұнбаны суда ерітеді) 3. K^+ ашылуы + $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$
T₃. $\text{Hg}, \text{HgNH}_2\text{Cl}$	E₃. $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$	

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Неліктен калий катионы күшті қышқыл және негіз ортада анықталуы мүмкін емес?
 2. Неге калий ионын анықтау үшін алдымен аммоний катионын жою керек?
 3. Ерітіндіден NH_4^+ ионын жою түрлерін атаңыз.
 4. $\text{AgCl}, \text{PbCl}_2, \text{Hg}_2\text{Cl}_2$ қоспасын аммиак ерітіндісімен өндегенде қандай құбылыстар байқалады?
 5. $\text{AgCl}, \text{AgBr}, \text{AgI}$ тұздарының қоспасын аммиак ерітіндісімен өндегенде не байқалады?
 6. Күміс ионын сынаптың (I) ионынан қалай бөліп алуға болады? Күміс ионының ашылуында азот қышқылы қандай рөл атқарады?
 7. AgCl және PbCl_2 тұнбаларын бөлу жолдарын ұсыныңыз.
 8. PbSO_4 тұнбасын қандай реактивтермен ерітіндіге ауыстыруға болады.
 9. Егерде үлгіде а) калий тұзы, б) натрий тұзы бар болған жағдайда жалынның түсі қалай өзгереді?
 10. Катиондардың талдау тізбегін құрастырыңыз:
 - а) $\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$.
 - б) $\text{Hg}_2^{2+}, \text{Pb}^{2+}, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+$.
- 3- зертханалық жұмыс

III-IV аналитикалық топ катиондарының сапалық реакциялары

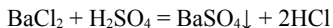
Жұмыстың мақсаты: III және IV топ катиондарының аналитикалық реакцияларын және түзілген тұнбаларды зерттеп үйрену.

III топ катиондары Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}

Катион	Орындау керек	Білу керек
Топтық реагент H_2SO_4		
Ba^{2+}	1. H_2SO_4 ерітіндісімен реакция және $BaSO_4$ -ң карбонатқа өтуі $BaCO_3$	1. Na_2HPO_4 реакциясы
	2. $(NH_4)_2CO_3$	2. $(NH_4)_2C_2O_4$
	3. $K_2Cr_2O_7$	
Sr^{2+}	1. H_2SO_4 ерітіндісімен реакция және $SrSO_4$ -ң карбонатқа өтуі $SrCO_3$	
	2. гипс суымен реакция	
Ca^{2+}	1. H_2SO_4 ерітіндісімен реакция және $CaSO_4$ -ң карбонатқа өтуі $CaCO_3$	1. Na_2HPO_4 реакциясы
	2. $(NH_4)_2CO_3$	2. $K_4[Fe(CN)_6]$
	3. $(NH_4)_2C_2O_4$	

Ba^{2+} ионының ашылуы

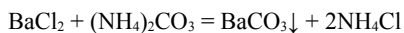
1. Барий ионы **күкірт қышқылымен** қышқылдарда ерімейтін ақ тұнба береді. Сол себепті түзілген $BaSO_4$ тұнбасын $BaCO_3$ айналдырады, ол минералды және сірке қышқылында ериді.



Реакцияның орындалуы. Барий ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 2-3 тамшы 2M H_2SO_4 ерітіндісін қосады. Кристалды ақ тұнба түзіледі. Тұнбаны центрифугирлеп, ерітіндіден бөлінген тұнбаға қаныққан натрий карбонатын қосып,

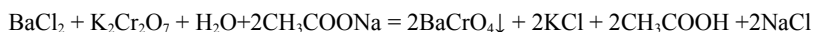
қыздырамыз, тағы да центрифугада тұнбаны бөліп алып, натрий карбонатының жаңа порциясын қосамыз. Дәл осылай тәжірибені 3-4 рет қайталаймыз. Түзілген BaCO_3 тұнбасын CH_3COOH қышқылында ерітеміз.

2. Аммоний карбонаты Ba^{2+} ионымен ақ тұнба береді BaCO_3 .



Реакцияның орындалуы. Барий ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 2-3 тамшы 2М $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ қосамыз. Ақ тұнба алынады.

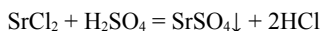
3. Калий дихроматы сірке қышқылды ортада барий иондарымен кристалды сары тұнба береді:



Реакцияның орындалуы. Барий ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 3-4 тамшы CH_3COONa және 1-2 тамшы калий дихроматы қосылады. Пробирканы су моншасында қыздыру қажет. Сары түсті барийдің хроматы түзіледі.

Sr^{2+} ионының ашылуы

1. Күкірт қышқылы стронций ионымен қышқылдарда ерімейтін ақ тұнба береді. Сол себепті түзілген SrSO_4 тұнбасын SrCO_3 айналдырады, ол минералды және сірке қышқылында ериді.



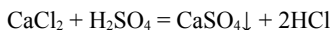
Реакцияның орындалуы. Стронций ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 2-3 тамшы 2М H_2SO_4 ерітіндісін қосады. Кристалды ақ тұнба түзіледі. Карбонизация процесі барий ионына жасалғандай бірнеше рет қайталанылады.

2. Гипс суы ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ қаныққан ерітіндісі) стронций иондарымен кристалды ақ тұнба түзеді.

Реакцияның орындалуы. Стронций ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына бірдей көлемде гипс суы қосылады, пробирканың қабырғасын шыны таяқшамен ысқылап, су моншасында 10 минуттай қыздыру қажет. Лай түзіледі.

Ca²⁺ ионының ашылуы

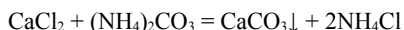
1. Күкірт қышқылы ерітіндісімен реакциясы.



Реакцияның орындалуы. а) Микрорекристаллоскопиялық реакция. Шыны бетіне кальций ерітіндісінің тамшысын алып, жанына бір тамшы 2М H₂SO₄ қосады да, таяқшамен тамшыларды араластырады. Біраз уақыттан соң микроскоп астында түзілген кристалдарды бақылайды (әсіресе тамшының жан-жағында кристалдар ине тәріздес болып келеді).

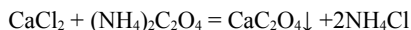
б) Кальций сульфатын алу үшін құрамында кальций бар 1-2 тамшы ерітіндіге 2-3 тамшы этил спирті және 2-3 тамшы 2М H₂SO₄ қосады, лайланып тұнба түзіледі.

2. Аммоний карбонаты кальций иондарымен ақ тұнба береді CaCO₃.



Реакцияның орындалуы. Кальций ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 2-3 тамшы 2М (NH₄)₂CO₃ қосамыз. Ақ кристалды тұнба алынады.

3. Аммоний оксалаты кальций ионымен кристалды тұнба түзеді:



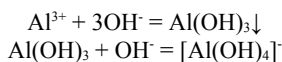
Реакцияның орындалуы. Кальций ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 2-3 тамшы реагентті қосып, араластырамыз. Ақ тұнба түседі. Тұнбаны екіге бөліп, біріне 2М HCl ерітіндісін, екіншісіне – 2М CH₃COOH қосыңыз. Қандай өзгеріс байқалады?

IV аналитикалық топ катиондары Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+}

Катион	Орындау керек	Білу керек
Топтық реагент NaOH артық мөлшері		
Al^{3+}	1. NaOH	1. Na_2HPO_4
	2. $NH_3 \cdot H_2O$	2. $(NH_4)_2CO_3$, Na_2CO_3
	3. ализаринмен тамшылық реакция	3. $(NH_4)_2S$
Cr^{3+}	1. NaOH	1. Na_2HPO_4
	2. $NaOH + H_2O_2$	2. $NH_3 \cdot H_2O$
	3. надхром қышқылының алынуы	3. $(NH_4)_2S$
		4. $(NH_4)_2CO_3$
		5. $KMnO_4$
6. $(NH_4)_2S_2O_8 + HNO_3 + AgNO_3 \rightarrow H_2Cr_2O_7$		
Zn^{2+}	1. NaOH	1. H_2S
	2. $NH_3 \cdot H_2O$	2. Na_2HPO_4
	3. дитизонмен реакциясы (NaOH)	3. $(NH_4)_2CO_3$
		4. $K_4[Fe(CN)_6]$
		5. $K_3[Fe(CN)_6]$

Al^{3+} ионының ашылуы

1. Натрий (калий) гидроксиді Al^{3+} ионымен рН 4-7,8 аралығында ақ тұнба береді. Түзілген $Al(OH)_3$ реактивтің артық мөлшерінде еріп кетеді.



Реакцияның орындалуы. Құрамында алюминий бар ерітіндінің 2-3 тамшысына ақырындап тамшылата 2М натрий гидроксидін тұнба түзілгенше қосамыз. Сілтінің артық мөлшерін қосқанда тұнба ериді.

2. Аммоний гидроксиді Al^{3+} ионымен аз еритін $Al(OH)_3 \downarrow$ түзеді.

Реакцияның орындалуы. Құрамында алюминий бар ерітіндінің 2-3 тамшысына ақырындап тамшылата 2М аммоний

гидроксидін ақ тұнба түзілгенше қосамыз. Сілтінің артық мөлшерінде тұнба жартылай ериді.

3. Ализаринмен реакциясы.

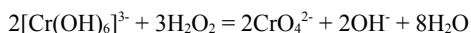
Реакцияның орындалуы. Фильтр қағазына 1-2 тамшы алюминий ерітіндісін тамызып, қағазды 1-2 минут аммиак буында ұстаймыз. Аммиак буы сулы таңбамен алюминийдің гидроксидін түзеді. Фильтрдегі ерітіндіге ализарин тамызып, тағы да аммиак буында ұстаймыз. Таңба күлгін түске боялады, оған 1-2 тамшы сірке қышқылын қосып, кептіреміз, таңба түсі ашық-қызылға өзгереді.

Cr³⁺ ионының ашылуы

1. Натрий (калий) гидроксиді Cr³⁺ ионымен күлгін-сұр немесе жасыл-сұр түстегі Cr(OH)₃ тұнбасын береді, түзілген тұнбаның амфотерлік қасиеті бар.

Реакцияның орындалуы. Құрамында хромы бар ерітіндінің 2-3 тамшысына ақырындап тамшылата 2М натрий гидроксидін Cr(OH)₃↓ тұнбасы түзілгенше қосамыз. Сілтінің артық мөлшерінде ерітіндінің түсі ашық-жасыл түске ауысады.

2. Cr³⁺ катионының H₂O₂ ерітіндісімен тотығу реакциясы



Реакцияның орындалуы. Пробиркадағы 2-3 тамшы хромның (III) ерітіндісіне 3-4 тамшы 2М NaOH және 2-3 тамшы 3%-тік H₂O₂ ерітіндісін қосып, ерітіндінің түсі жасылдан ([Cr(H₂O)₆]³⁺ (аквакомплекс түсі) сарыға ауысқанша қыздырамыз (CrO₄²⁻ хромат-ионының түсі).

3. Надхром қышқылының түзілу реакциясы. Хромат-иондарынан надхром қышқылын алу үшін орта қышқылды және ерітінді салқын жерде алыну керек.



Реакцияның орындалуы. 2-3 тамшы K₂CrO₄ ерітіндісіне 5 тамшы сутек асқын тотығын, 4-5 тамшы амил спиртін қосып, мұқият араластырып және тамшылата H₂SO₄ қосамыз. Органикалық қабат көк түске боялады.

Zn²⁺ ионының ашылуы

1. Натрия (калий) гидроксиді Zn²⁺ ионымен амфотерлік қасиеті бар ақ тұнба Zn(OH)₂↓ түзеді.

Реакцияның орындалуы. Құрамында цинк бар 2-3 тамшы ерітіндіге, аса мұқияттылықпен, тамшылата 2М натрий гидроксидін тұнба түзілгенше қосады. Сілтінің артық мөлшерінде тұнбаның еруі байқалады.

2. Аммоний гидроксиді Zn²⁺ ионымен Zn(OH)₂ ақ тұнбасын береді, ол реактивтің артық мөлшерінде еріп [Zn(NH₃)₄]²⁺ комплекс түзеді.

Реакцияның орындалуы. Құрамында цинк бар 2-3 тамшы ерітіндіге, ақырындап, тамшылата 2М аммоний гидроксидін тұнба түзілгенше қосады. Реактивтің артық мөлшерінде тұнбаның еруі байқалады.

3. Дитизон. Реакцияның орындалуы. 2-3 тамшы зерттелетін цинк ерітіндісіне бірнеше тамшы тұнба жойылғанша натрий гидроксидін және 5-6 тамшы CCl₄ ерітіндісіндегі дитизонды қосады. Пробирканы бірнеше рет сілкіп араластырады. Органикалық қабат қызыл-күлгін түске боялады.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. III топ сульфаттарын карбонатқа қалай ауыстырады ?
2. II топ катиондарын I және III аналитикалық топтардан қалай бөлуге болады?
3. Қандай реагенттің көмегімен III топ катиондарын I және II топтан бөлуге болады?
4. Кальций катионын анықтау үшін оның сезгіштігін қалай арттыруға болады?
5. Стронций және кальций катиондарының қатысында барий ионы қалай ашылады?
6. Cr³⁺ -тен Cr₂O₇²⁻-қа ауысу үшін ортаның қышқылдығы қандай болу керек?
7. Неліктен аммоний хлоридінің әсерінен цинк гидроксиді ериді?
8. Құрамында алюминий бар ерітіндіге (NH₄)₂S немесе (NH₄)₂CO₃ қосқанда неге алюминий гидроксиді түзіледі?

9. Cr^{3+} - CrO_4^{2-} немесе $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ауысу үшін қажетті тотықтырғыштарды атаңыз.
10. Қышқылдық-негіздік жіктелу бойынша қорғасын катионын қай топтарға жатқызуға болады?

4- зертханалық жұмыс

I-III аналитикалық топ катиондарының қоспасына бақылау есеп

Жұмыстың мақсаты: Талдау тізбегіне қарай I, II және III топ катиондарын бөлу және анықтау.

I, II және III топ катиондарының қоспасын талдау тізбегі

$\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, \text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+$		
+ HCl (2M) + H₂SO₄(2M)		
T₁ AgCl, PbCl ₂ , Hg ₂ Cl ₂ , PbSO ₄ , BaSO ₄ , SrSO ₄ , (CaSO ₄) + H₂O, t⁰		E₁ Ca ²⁺ , K ⁺ , Na ⁺ , NH ₄ ⁺ (SO ₄ ²⁻ , Cl ⁻)
T₂ AgCl, Hg ₂ Cl ₂ , PbSO ₄ , BaSO ₄ , SrSO ₄ + 30% NH₄Ac, t⁰	E₂ Pb ²⁺	
T₃ AgCl, Hg ₂ Cl ₂ , BaSO ₄ , SrSO ₄ +NH₄OH (6M)	E₃ PbAc ₂ · PbSO ₄	
T₄ Hg, HgNH ₂ Cl, BaSO ₄ , SrSO ₄ + HNO₃ (6M), t⁰	E₄ [Ag(NH ₃) ₂] ⁺	
T₅ BaSO ₄ , SrSO ₄ + Na₂CO₃знас., t⁰	E₅ зерттелмейді	
T₆ BaCO ₃ , SrCO ₃ + HAc (6M)		
E₆ Ba ²⁺ , Sr ²⁺ + K₂Cr₂O₇+ NaAc (pH 5), t⁰		
T₇ BaCrO ₄	E₇ Sr ²⁺ (Cr ₂ O ₇ ²⁻ артық мөлш) + Na₂CO₃знас., t⁰	
	T₈ SrCO ₃ + HAc (6M)	
	E₈ Sr ²⁺ + (NH ₄) ₂ SO ₄	
	T₉ SrSO ₄	

Тізбектің жалғасы – 1 ерітіндіні талдау

$E_1 \text{ Ca}^{2+}, \text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+ (\text{SO}_4^{2-}, \text{Cl}^-)$ $+ \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}, t^0$	
T₈ CaSO₄	E₉ K⁺, Na⁺, NH₄⁺ Бөлшектеп ашу
	1. Na ⁺ ашылуы $+ \text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$
	2. NH ₄ ⁺ ашылуы. <i>Егер NH₄⁺ анықталса, ерітіндіні тиглге салып, қыздырып, ионды ұшырып жібереді де, құрғақ қалдықты дистилденген сумен ерітеді.</i>
	3. K ⁺ ашылуы $+ \text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Ерітіндінің құрамында Pb²⁺ катионы бар болған жағдайда Ba²⁺ катионы қалай анықталады?
2. Неліктен барий тұздарына калий бихроматымен әрекет еткенде барийдің хроматы түзіледі?
3. Не себептен барий, стронций, кальций сульфаттары концентрлі күкірт қышқылында ериді?
4. Барий, стронций, кальций сульфаттары, карбонаттары және оксалаттары қандай еріткіште ериді? Тұнбалардың еру себептері неден?
5. Барий, стронций, кальций сульфаттарының карбонизациялау процесінің жүру жағдайын түсіндіріңіз.
6. II және III топ катиондарының бөліну әдістерін түсіндіріңіз.
7. I, II және III топ катиондарының арнайы әрі тән реакцияларын жазыңыз.
8. Жоғарыда берілген үш топтағы катиондардың қайсысы улы әрі зиян?
9. Ортаның қышқылдылығын тұрақты етіп ұстап тұру үшін қандай буфер ерітіндісін қолдануға болады, рН тең болу керек: а) 8-10; б) 4-6; в) 3-5.
10. Катиондардың талдау тізбегін құрастырыңыз:
 - а) Pb²⁺, Hg₂²⁺, Ca²⁺, Ba²⁺, K⁺, Na⁺.
 - б) Ag⁺, Pb²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Na⁺ и NH₄⁺.

5- зертханалық жұмыс

Үшінші-төртінші топ катиондарының қоспасын зерттеуге арналған бақылау есебі

Жұмыстың мақсаты: берілген талдау тізбегі бойынша III және IV топ катиондарын анықтау және бөлу.

III-IV топ катиондарының қоспасын талдау тізбегі

$\text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Zn}^{2+}$ + H_2SO_4 (1M)				
T₁ , $\text{SrSO}_4, \text{BaSO}_4$ + Na_2CO_3 қан., t^0		E₁ $\text{Ca}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Zn}^{2+}$, + $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, t^0		
T₂ $\text{SrCO}_3, \text{BaCO}_3$ + HAc (6M) E₂ $\text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}$ + $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ + NaAc		T₄ CaSO_4	E₄ $\text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Zn}^{2+}$, + NaOH (6M) + H_2O_2, t^0	
T₃ BaCrO_4 E₃ Sr^{2+}			E₅ $\text{AlO}_2^-, \text{ZnO}_2^{2-}, \text{CrO}_4^{2-}$ + NH_4Cl қатты, t^0	
		T₅ $\text{Al}(\text{OH})_3$	E₆ $\text{CrO}_4^{2-}, [\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ + Na_2CO_3, t^0	
			T₈ $\text{Zn}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ + HCl	E₁₂ CrO_4^{2-}
			E₁₃ Zn^{2+}	

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Алюминий, хром, цинк гидроксидтерінің амфотерлік қасиетін айқындайтын реакциялардың мысалын келтіріңіз.
2. Мына тұнбаларды қалай ерітуге болады BaCrO_4 , CaCO_3 , SrCO_3 ?
3. Алюминийді ализаринмен анықтағанда бөгде иондарды қандай реактивтің көмегімен жасыруға болады?
4. Төртінші топ гидроксидтерінің бесінші және алтыншы топ гидроксидтерінен айырмашылығы неде?
5. Надхром қышқылын алу үшін қандай қолайлы жағдай жасау керек?
6. Катиондардың талдау тізбегін құрастырыңыз:
 - а) AgNO_3 , SrCl_2 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, Na_2SO_3 , HAc;
 - б) $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ изб., HAc;
 - в) AgNO_3 , AlCl_3 , ZnCl_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб

6- зертханалық жұмыс

V және VI топ катиондарының сапалық реакциялары

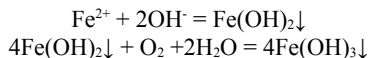
Жұмыстың мақсаты: V және VI топ катиондарының аналитикалық реакцияларын үйрену және түзілген тұнбаларды зерттеу.

V топ катиондары Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Mn^{2+}

Катион	Орындау керек	Білу керек
Топтық реагент NaOH		
Fe^{2+}	1. NaOH, NH_3 H_2O	1. $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$ тотығуы
	2. $K_3[Fe(CN)_6]$	2. $(NH_4)_2CO_3$, Na_2CO_3
Fe^{3+}	1. NaOH, NH_3 H_2O	1. $(NH_4)_2CO_3$, Na_2CO_3
	2. NH_4CNS	2. NaAc
	3. $K_4[Fe(CN)_6]$	3. Na_2HPO_4 4. $Fe^{3+} \rightarrow Fe^{2+}$ тотықсыздануы
Mg^{2+}	1. NaOH	1. Na_2CO_3
	2. Na_2HPO_4	
Mn^{2+}	1. NaOH+ H_2O_2	1. $(NH_4)_2CO_3$, Na_2CO_3
	2. $NaBiO_3$	2. Na_2HPO_4
	3. PbO_2	3. NH_3 H_2O

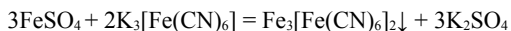
Fe^{2+} ионының ашылуы

1. Натрий (аммоний) гидроксиді Fe^{2+} ионымен ақ түсті тұнба $Fe(OH)_2$ береді, ол уақыт өте тотығып лай-жасыл түске ауысады. Тұнба минералды қышқылдарда еріп, сілтілерде ерімейді.



Реакцияның орындалуы. Құрамында темірдің (II) ионы бар ерітіндінің 2-3 тамшысына 2М натрий гидроксидін қосамыз. Темірдің (II) гидроксиді тұнба түрінде түзіледі. Аммиакпен де $Fe(OH)_2$ тұнбасы түзіледі, дегенмен тұндыру процесі толығымен аяғына дейін жүрмейді.

2. Калийдің (III) гексацианоферратымен реакциясы – калий ферроцианиді.



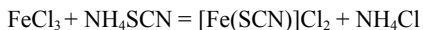
Реакцияның орындалуы. Құрамында темірдің (II) ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 1-2 тамшы HCl ерітіндісі және 2-3 тамшы $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ қосылады. Көк түсті «турнбулин көгі» деп аталатын тұнба түзіледі.

Fe³⁺ ионының ашылуы

1. Натрий (аммоний) гидроксиді Fe^{3+} ионымен қоңыр-қызыл $\text{Fe}(\text{OH})_3$ береді. Тұнба минералды қышқылдарда еріп, сілтілерде ерімейді.

Реакцияның орындалуы. Құрамында темірдің (III) ионы бар ерітіндінің 2-3 тамшысына 2М натрий (аммоний) гидроксидін қосамыз. Темірдің (III) гидроксиді тұнба түрінде түзіледі. Тұнбаның тұз қышқылында және сілтіде ерігіштігін байқаңыз.

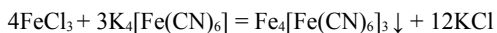
2. Тиоцианат-иондарымен реакциясы.



Реакцияның орындалуы. Құрамында темірдің (III) ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 1-2 тамшы NH_4SCN ерітіндісі қосылады. Ерітіндінің түсі қызыл түске боялады.

3. Калийдің (II) гексацианоферратымен реакциясы – калий ферроцианиді.

Реакцияның орындалуы. Құрамында темірдің (III) ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 1-2 тамшы HCl және 2-3 тамшы $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ерітіндісі қосылады. Көк түсті «берлин лазури» деп аталатын тұнба түзіледі.



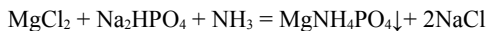
Mg²⁺ ионының ашылуы

1. Натрий гидроксиді магний ионымен аморфты ақ тұнба түзеді. Тұнба минералды қышқылдарды және аммоний тұздарында ериді.

Реакцияның орындалуы. Құрамында магний ионы бар ерітіндінің 2-3 тамшысына 2М натрий гидроксиді қосылады.

Магний гидроксидінің тұнбасы түзіледі. Егерде ерітіндіде аммоний тұздары болса тұнба түзілмейді.

2. Натрий гидрофосфаты магний ионымен аммиак (NH_3) қатысында $\text{pH}=9$ –ға тең болғанда кристалды ақ тұнба береді:

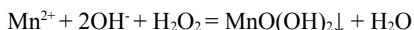


$\text{pH} > 10$ болған жағдайда $\text{Mg}(\text{OH})_2$ және $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ түзіледі.

Реакцияның орындалуы. Құрамында магний ионы бар ерітіндінің 1-2 тамшысына 2-3 тамшы 2М HCl , 1 тамшы Na_2HPO_4 және араластыра отырып тамшылатып 2М NH_3 қосылады, иісін және органы ($\text{pH}\sim 9$) байқап отыру керек. Кристалды ақ тұнба түзіледі.

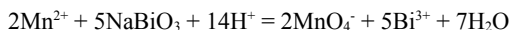
Мn²⁺ ионының ашылуы

1. Натрий гидроксиді марганец ионымен ақ тұнба $\text{Mn}(\text{OH})_2$ түзеді. Тұнба минералды қышқылдарда ериді де, сілтіде ерімейді. Тұнба ауа әсерінен қоңырланады, яғни Mn^{2+} -ден $\text{Mn}(\text{IV})$ тотығады. Егерде реакция сутек асқын тотығы қатысында жүрсе қою-қоңыр $\text{MnO}(\text{OH})_2$ тұнбасы түзіледі.



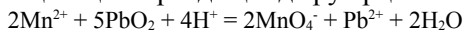
Реакцияның орындалуы. 1-ші пробиркаға құрамында марганец ионы бар 2-3 тамшы ерітіндіге 2М натрий гидроксиді қосылады. Ақ тұнба түзіледі. 2-ші пробиркадағы марганец ерітіндісіне 2М натрий гидроксиді және 2-3 тамшы 3%-тік H_2O_2 ерітіндісі қосылады. Қою-қоңыр $\text{MnO}(\text{OH})_2$ тұнбасы алынады.

2. Натрий висмутаты. Mn^{2+} ионының натрий висмутатымен тотығу реакциясы азотқышқылды ортада жүреді:



Реакцияның орындалуы. 1 тамшы марганец ионының нитратына немесе сульфатына 1 тамшы концентрлі азот қышқылы, 3-4 тамшы су және азғана мөлшерде құрғақ натрий висмутаты қосылады. Ерітіндінің түсі ашық қызылға боялады.

3. Қорғасын оксиді. Mn^{2+} ионының қорғасын диоксидімен тотығу реакциясы қышқыл ортада қыздыру арқылы жүреді:



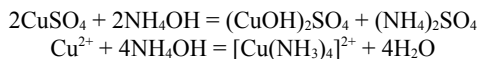
Реакцияның орындалуы. Пробиркаға аз мөлшерде PbO₂ салып және үстіне 1мл HNO₃ қосып, қайнағанша қыздырамыз да, 1 тамшы марганец тұзының ерітіндісін қосып тағы да қыздырамыз. Ерітіндінің түсі ашық қызылға боялады.

VI аналитикалық топ катиондары Cu²⁺, Ni²⁺, Co²⁺, Cd²⁺

Катион	Орындау керек	Білу керек
NH ₃ · H ₂ O артық мөлшері		
Cu ²⁺	1. NH ₃ · H ₂ O	1. NaOH
	2. K ₄ [Fe(CN) ₆]	2. Na ₂ HPO ₄
	3. Na ₂ S ₂ O ₃	3. KJ
	4. металдармен реакциясы: Fe, Zn, Al	
Ni ²⁺	1. NH ₃ · H ₂ O	1. NaOH
	2. диметилглиоксиммен реакциясы (Чугаев реактиві)	2. Na ₂ CO ₃
		3. Na ₂ HPO ₄
		4. K ₄ [Fe(CN) ₆]
Co ²⁺	1. NH ₃ · H ₂ O	1. NaOH
	2. NH ₄ CNS	2. (NH ₄) ₂ S
	3. KNO ₂	3. Na ₂ HPO ₄
		4. K ₄ [Fe(CN) ₆]
Cd ²⁺	1. NH ₃ · H ₂ O	1. NaOH
		2. (NH ₄) ₂ S

Cu²⁺ ионының ашылуы

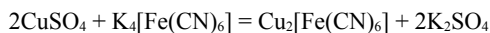
1. Мыс иондарына **аммиак** аз мөлшерде қосылса жасыл түсті негізгі тұз түрінде тұнба береді, ол реагенттің артық мөлшерінде ериді. Бұл жағдайда қанық-көк түсті аммиакты комплекс түзіледі.



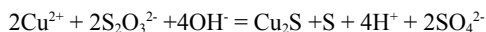
Реакцияның орындалуы. Құрамында мыстың (II) ионы ерітіндінің 2-3 тамшысына pH>9 артқанша аммиактың ерітіндісін қосады. Көк түстің пайда болуы мыс иондарының бар екендігін айқындайды.

2. Калийдің (II) гексацианоферраты.

Реакцияның орындалуы. Құрамында мыстың (II) ионы ерітіндінің 2-3 тамшысына ($\text{pH} \leq 7$) 1-2 тамшы реагент ерітіндісінен қосады. Қоңыр-қызыл тұнба түзіледі.

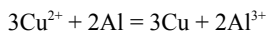


3. Натрий тиосульфаты мысты қышқыл ортада түссіздендіреді және ерітіндіні сәл қыздыратын болсақ комплекс оңай ыдырап тұнба береді.



Реакцияның орындалуы. Құрамында мыстың (II) ионы ерітіндінің 2-3 тамшысына 1-2 тамшы реагент ерітіндісінен қосады. Алынған ерітіндіні қыздырамыз. Қара-қоңыр түсті күкірт пен Cu_2S қоспасынан тұратын тұнба алынады.

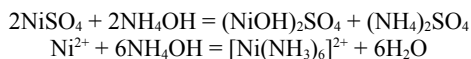
4. Метал күйіндегі алюминий, темір және цинк мыстың (II) ионын тотықсыздандырады.



Реакцияның орындалуы. Пробиркадағы мыстың (II) ерітіндісіне метал түйірін саламыз. Бірнеше минуттан кейін метал бетінде қызыл түсті бос күйіндегі мыстың бөлінгені байқалады.

Ni²⁺ ионының ашылуы

1. Аммиак никель иондарымен жасыл түсті негізгі тұз $(\text{NiOH})_2\text{SO}_4$ түзеді, ол аммиактың артық мөлшерінде ериді.



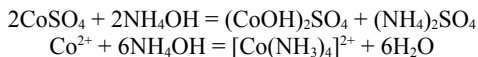
Реакцияның орындалуы. 2-3 тамшы никель ерітіндісіне аммиакты көп мөлшерде қосады, ашық көк түсті никель комплексі түзіледі.

2. Диметилглиоксим. Никель үшін арнайы сезімтал реактив түрінде диметилглиоксим қолданылады. Аммиакты ортада никель ішкі комплексті диметилглиоксимат күйіндегі ашық-қызыл түсті тұнба береді.

Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы никель ерітіндісіне 1-2 тамшы 1%-тік диметилглиоксим және 1-2 тамшы 2М NH₃ қосамыз. Ашық-қызыл тұнба түзіледі.

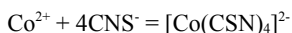
Co²⁺ ионының ашылуы

1. Аммиак кобальтпен алдымен көк түсті негізгі тұзын (CoOH)₂SO₄ береді де, аммиактың артық мөлшерінде еріп, қоңыр-сары түсті комплекске айналады.



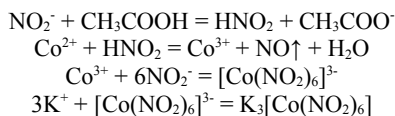
Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы кобальт ерітіндісіне қоңыр-сары түсті комплекс түзілгенше аммиактың артық мөлшерін қосады.

2. Аммоний (калий) тиоцианаты кобальттың (II) ерітіндісімен жақсы еритін көк түсті комплексті тұз түзеді.



Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы кобальт ерітіндісіне құрғақ аммоний (калий) тиоцианатын, құрғақ аммоний фторидін және 5-7 тамшы изоамилспиртін қосып, араластырады. Органикалық кабат көк түске боялады.

3. Калий нитриті. Қышқыл ортада KNO₂ кобальт (II) катиондарымен сары түсті калийдің гексанитрокобальтатты тұнбасын береді.



Реакцияның орындалуы. 1-2 тамшы кобальт (II) ерітіндісіне 2 тамшы 2М CH₃COOH, 2 тамшы CH₃COONa және құрғақ KNO₂ қосамыз. Қоспаны су моншасында бірнеше минут қыздырамыз. Сары тұнба K₃[Co(NO₂)₆] түзіледі.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Егер құрамында V топ катиондары бар қоспаға сілтімен әсер

еткенде ақ тұнба түзілсе қандай иондар бар болу мүмкіндігін анықтауға болады?

2. $\text{Fe}(\text{OH})_2$ және $\text{Mn}(\text{OH})_2$ ұқсастық қасиеттері неде ?
3. Fe^{3+} тен Fe^{2+} -ге дейін тотықсыздандыруға болатын реакциялар теңдеуін жазыңыз.
4. VI топ катиондар гидроксидінің қандай химиялық қасиеттері басым?
5. V және VI топ катиондарының қайсысы түсті ?
6. Егер ерітіндіге сілтімен әсер еткенде көк тұнба түзіліп, температура әсерінен қараятын болса, ерітіндіде VI топтың қандай катионын көрсетеді?
7. Егер катиондар қоспасына аммоний родинидін және изоамилспиртін қосқанда, органикалық қабаттың ашық көк түске боялуы, қандай катионның бар екендігін көрсетеді?
8. Егер қоспаға аммиакпен әсер еткенде көк тұнба түзіліп, аммактың артық мөлшерінде еріп қоңыр-сары түске ауысатын болса, бұл жағдай қандай катионға сәйкес келеді.

7-зертханалық жұмыс

IV -VI топ катиондарының қоспасын зерттеуге арналған бақылау есебі

Жұмыстың мақсаты: IV, V және VI аналитикалық топ катиондарын белгісіз ерітіндіден тізбек бойынша бөліп алу және ашу. Орындалған талдау жұмысын зертханалық дәптерде толтыру.

IV, V және VI топ катиондарының қоспасын талдау тізбегі

$Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}, Mg^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Cu^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}$ (алдын-ала Fe^{3+}, Fe^{2+} анықтау) + NaOH (6M) + H₂O₂, t⁰				
T₁ $Fe(OH)_3, H_2MnO_3, Mg(OH)_2, Cu(OH)_2, Ni(OH)_2, Co(OH)_3$ + HNO₃ + H₂O₂, t⁰		E₁ $AlO_2^-, ZnO_2^{2-}, CrO_4^{2-}$		
E₂ $Fe^{3+}, Mn^{2+}, Mg^{2+}, Cu^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}$ + Na₂CO₃ қатты + NH₄OH_{к.}, t⁰				
T₂ $FeOHCO_3, MnCO_3, Mg_2(OH)_2CO_3$ + HNO₃ (2M), t⁰	E₃ $[Cu(NH_3)_4]^{2+}, [Ni(NH_3)_6]^{2+}, [Co(NH_3)_6]^{2+}$ + H₂SO₄(6M) + Na₂S₂O₃ қатты, t⁰			
E₄ $Fe^{3+}, Mn^{2+}, Mg^{2+} + (NH_4)_2HPO_4 + NH_4OH + NH_4Cl$ қатты	T₆ $Cu_2S, S + HNO_3 (6M)$	E₈ Co^{2+}, Ni^{2+}		
T₃ $MnNH_4PO_4, MgNH_4PO_4, FePO_4$ + HAc, t⁰	E₉ Cu^{2+}	Бөлшек теп ашу		
T₄ $FePO_4 + HCl, t^0$			E₅ $Mg^{2+}, Mn^{2+} + HNO_3 + KBrO_3$	
E₆ Fe^{3+}			T₅ H_2MnO_3	E₇ Mg^{2+}

1-ші ерітіндіні талдау тізбегінің жалғасы

E₁ $AlO_2^-, ZnO_2^{2-}, CrO_4^{2-} + NH_4Cl_{тв.}, t^0$		
T₇ $Al(OH)_3 + HCl (2M)$	E₁₀ $CrO_4^{2-}, [Zn(NH_3)_4]^{2+} + Na_2CO_3, t^0$	
E₁₁ Al^{3+}	T₈ $Zn_2(OH)_2CO_3 + HCl$	E₁₂ CrO_4^{2-}
	E₁₃ Zn^{2+}	

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Жүйелік талдауда V топ катиондары үшін сутек асқын тотығы қандай рөл атқарады?
2. $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ және $\text{Cu}(\text{OH})_2$ тұнбаларын аммиак және аммоний хлоридімен өндеп, қыздырамыз. Осы жағдайда қандай иондар ерітіндіде, қандай иондар тұнбаға түседі?
3. Кобальт пен никель бірге жүргенде қалай анықталады?
4. IV-VI топ катиондарын анықтау барысындағы тотығу-тотықсыздану реакцияларына мысал келтіріңіз.
5. MgNH_4PO_4 қышқылдарда ери ме? Қышқылдың күшіне қарай қандай өнімдер түзілуі мүмкін?
6. Алюминий және темірді, кобальт пен никельді бөлу кезінде қолданылатын комплекстүзуші реакцияларына мысал келтіріңіз.
7. Қандай жағдайда кобальт (II) ионын калий нитриті көмегімен анықтауға болады?
8. Надхром қышқылын алу барысында қандай жағдайларды қолдану керек?
9. Перманганат түзілу кезіндегі марганец ионын анықтауда хлорид ионының артық мөлшері неліктен кедергі жасайды?

8-зертханалық жұмыс

I-VI топ катиондарының қоспасын зерттеуге арналған бақылау есебі

Жұмыстың мақсаты: I - VI аналитикалық топ катиондарын белгісіз ерітіндіден тізбек бойынша бөліп алу және ашу. Орындалған талдау жұмысын зертханалық дәптерде толтыру және қоспаны шешу барысындағы жұмыс бойынша есеп беру.

I - VI аналитикалық топ катиондарының қоспасын берілген әдіс бойынша талдау үшін, алдын-ала жеке сынамаларды шешіп алу керек. Ол үшін ортаның қышқылдылығын анықтап, ерітіндінің түсіне көңіл бөлу керек, NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+} иондарын ашу қажет. Егерде зерттелетін зат екі фазадан тұратын болса, тұнба мен ерітіндіні бөліп алу керек.

I-VI аналитикалық топ катиондар қоспасының талдау тізбегі

$\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Mg}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+$ + HCl (2M) + H₂SO₄(1M)								
T₁ AgCl, PbCl ₂ , Hg ₂ Cl ₂ , PbSO ₄ , SrSO ₄ , BaSO ₄ , (CaSO ₄) + H₂O, t⁰		E₁ Ca ²⁺ , Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Zn ²⁺ , Mg ²⁺ , Mn ²⁺ , Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , Cu ²⁺ , Ni ²⁺ , Co ²⁺ , K ⁺ , Na ⁺ + C₂H₅OH, t⁰						
T₂ AgCl, Hg ₂ Cl ₂ , PbSO ₄ , SrSO ₄ , BaSO ₄ +H₄Ac, t⁰		E₂ Pb²⁺	O₉ CaSO₄	E₈ Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Zn ²⁺ , Mg ²⁺ , Mn ²⁺ , Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , Cu ²⁺ , Ni ²⁺ , Co ²⁺ (алдын-ала анықтау NH ₄ ⁺ , K ⁺ , Na ⁺ , Fe ³⁺ , Fe ²⁺)+ NaOH (2M)				
T₃ AgCl, Hg ₂ Cl ₂ , SrSO ₄ , BaSO ₄ +NH₄OH (6M)				E₃ PbAc₂ · PbSO₄	T₁₀ Fe(OH) ₃ , H ₂ MnO ₃ , Mg(OH) ₂ , Cu(OH) ₂ , Ni(OH) ₂ , Co(OH) ₃ + HNO₃ + H₂O₂, t⁰		E₉ AlO ₂ ⁻ , ZnO ₂ ²⁻ , CrO ₄ ²⁻ + NH₄Cl қатты	
T₄ Hg, HgNH ₂ Cl, SrSO ₄ , BaSO ₄ + HNO₃ (6M), t⁰		E₄ [Ag(NH₃)₂]⁺	E₁₀ Fe ³⁺ , Mn ²⁺ , Mg ²⁺ , Cu ²⁺ , Ni ²⁺ , Co ²⁺ + Na₂CO₃ қатты + NH₄OH_к, t⁰		T₁₆ Al(OH) ₃ , + HCl (2M)	E₁₈ CrO ₄ ²⁻ , [Zn(NH₃)₄]²⁺ + N		
T₅ SrSO ₄ , BaSO ₄ , + HCl, t⁰			E₅ зергте лмейд і	T₁₁ Fe ₂ (OH) ₂ CO ₃ , MnCO ₃ , Mg ₂ (OH) ₂ CO ₃ + HNO₃ (2н.), t⁰		E₁₁ [Cu(NH ₃) ₄] ²⁺ , [Ni(NH ₃) ₆] ²⁺ , [Co(NH ₃) ₆] ²⁺ , +H₂SO₄(6н.)+ Na₂S₂O₃ қатты, t⁰	E₁₉ Al ³⁺	T₁₇ Zn ₂ (OH) ₂ CO ₃ + HCl
T₆ SrSO ₄ , BaSO ₄ + Na₂CO₃ қаныққан, t⁰		E₁₂ Fe ³⁺ , Mn ²⁺ , Mg ²⁺ + (NH₄)₂HPO₄ + NH₄OH + NH₄Cl қатты.		T₁₂ Cu ₂ S, S + HNO₃ (6M)	E₁₃ Co ²⁺ , Ni ²⁺ бөлше ктеп ашу.	E₂₁ Zn ²⁺		
T₇ SrCO ₃ , BaCO ₃		T₁₃ MnNH ₄ PO ₄ ,		T₁₄ E₁₄				

+ HAc (6M)					MgNH ₄ PO ₄ , FePO ₄ + HAc , t ⁰	S	Cu ²⁺					
E₆ Sr²⁺, Ba²⁺ +K₂Cr₂O₇+ NaAc				T₁₄ FePO ₄ +HCl	E₁₅ Mg²⁺, Mn²⁺ + HNO₃ + KBrO₃							
T₈ BaCrO₄	E₇ Sr²⁺			E₁₆ Fe ³⁺	T₁₅ H ₂ MnO ₃	E₁₇ Mg ²						

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Ba^{2+} ионын Sr^{2+} және Ca^{2+} иондарынан $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ерітіндісімен бөлген кезде неліктен зерттелетін ерітіндіге натрий ацетаты қосылады?
2. Аз еритін қосылыстардың ерігіштігіне қандай факторлар әсер етеді?
3. Мына мәндердің қайсысында рН (2,0; 7,0; 8,0; 9,0) $\text{Co}(\text{OH})_2$ ерігіштігі жақсы және нашар болады?
4. Мына мәндердің қайсысында рН (2,0; 3,0; 5,0) CaCO_3 ерігіштігі жақсы және нашар болады?
5. Неліктен магний гидроксиді NH_4Cl ериді, ал $\text{Fe}(\text{OH})_3$ – ерімейді?
6. Мына қосылыстардың қайсысының ерігіштігі ортаның қышқылдылығына байланысты: AgBr , PbCl_2 , CaC_2O_4 , Hg_2Cl_2 , SrCO_3 ?
7. Талдау әдісіндегі ионды ашу барысында, иондарды жасырғанда, тұнбаны еріткенде, қосылыстардың қышқылды-негізді немесе тотығу-тотықсыздану қасиеттері өзгерген жағдайда қолданылған координациялық қосылыстарға мысал келтіріңіз.
8. $\text{Co}(\text{II})$ ионын аммоний тиоцианатымен анықтағанда темірді (III) қандай лиганд көмегімен жасыруға болады?
9. Катиондардың талдау тізбегін құрастырыңыз:
 - 1) Pb^{2+} , K^+ , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Ni^{2+}
 - 2) Ag^+ , Ba^{2+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Cd^{2+}
 - 3) Ca^{2+} , Zn^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} , Na^+
 - 4) Ba^{2+} , Cd^{2+} , Ca^{2+} , Ag^+ , Cr^{3+}
 - 5) Ag^+ , Pb^{2+} , Ba^{2+} , Na^+ , Fe^{3+} , Mg^{2+}
 - 6) Hg_2^{2+} , Ba^{2+} , K^+ , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+}
 - 7) Mg^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Pb^{2+} , NH_4^+
 - 8) Na^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} , Sr^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+}
 - 9) Ba^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+}
 - 10) Ca^{2+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Mg^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , K^+ , NH_4^+

АНИОНДАРДЫ ТАЛДАУ

Егерде катиондар үшін қандай да бір жүйелі талдау әдістері жинақталған болса, ал аниондарда ондай жүйе жоқ, сол себепті аниондарды бөлшектеу реакциялары арқылы анықтаймыз.

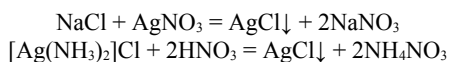
9- зертханалық жұмыс

Аниондардың сапалық реакциялары

Жұмыстың мақсаты: берілген аниондардың аналитикалық реакцияларымен танысу: Cl^- , Br^- , I^- , CNS^- , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, BO_3^{3-} , PO_4^{2-} , F^- , SiO_3^{2-} , NO_3^- . Алынған нәтижелерді зертханалық журналда толтыру.

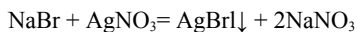
***Cl* ионының ашылуы**

1) 2-3 тамшы NaCl ерітіндісіне сондай көлемде AgNO_3 ерітіндісін қосамыз. Алынған тұнбаны AgCl центрифугирлеп, жуып және NH_3 немесе $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ерітіндісімен өңдейміз. Тұнба еріп ерітіндіге комплекс түрінде $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ ауысады. Ерітіндіні HNO_3 қышқылымен әрекеттестірсек қайтадан AgCl тұнбасы түзіледі.

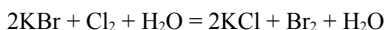


***Br* ионының ашылуы**

1) 2-3 тамшы NaBr ерітіндісіне бірдей көлемде AgNO_3 қосамыз. Түзілген тұнбаны AgCl -мен салыстырыңыз. Алынған тұнба AgBr 2М HNO_3 және NH_3 ерітінділерінде ериді.

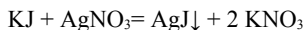


2) 2-3 тамшы NaBr ерітіндісіне бірдей көлемде H_2SO_4 , хлорлы су ($\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) және бензол қосамыз. Бөлінген Br_2 органикалық қабатты сары-қызыл түске бояйды.

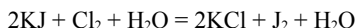


***I* ионының ашылуы**

1) 2-3 тамшы KJ ерітіндісіне бірдей көлемде AgNO_3 қосамыз. Түзілген AgJ тұнбасының 2M HNO_3 және NH_3 ерітіндісіндегі ерігіштігін байқаңыз.

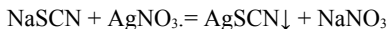


2) 2-3 тамшы KJ ерітіндісіне бірдей көлемде H_2SO_4 , хлорлы су ($\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) және бензол қосамыз. Бөлінген J_2 органикалық қабатты күлгін түске бояйды.

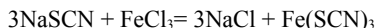


SCN⁻ ионының ашылуы

1) 2-3 тамшы NaSCN ерітіндісіне бірдей көлемде AgNO_3 қосамыз. Түзілген AgSCN тұнбасының 2M HNO_3 және NH_3 ерітіндісіндегі ерігіштігін байқаңыз.

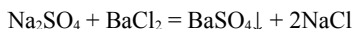


2) 2-3 тамшы NaSCN ерітіндісіне 1-2 тамшы FeCl_3 ерітіндісін қосамыз, ерітінді қою-қызыл түске боялады:



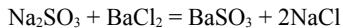
SO₄²⁻ ионының ашылуы

Барий тұздары қышқыл ортада SO_4^{2-} ионымен ақ тұнба BaSO_4 түзеді, алынған тұнба қышқылда да, сілтіде де ерімейді. 2-3 тамшы сульфат-ионы бар тұзға бірнеше тамшы 2M HCl , 1-2 тамшы BaCl_2 ерітіндісін қосамыз.

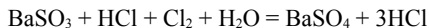


SO₃²⁻ ионының ашылуы

1) Барий хлориді сульфит ионымен ақ тұнба түзеді, алынған тұнба қышқылдарда ериді:

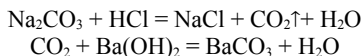


2) SO_3^{2-} ионын ашу үшін SO_4^{2-} ионына дейін тотығу реакциясы қолданылады. Зерттелетін ерітіндіге BaCl_2 қосамыз, түзілген ақ тұнбаны BaSO_3 сұйытылған HCl -да ерітіп, хлор суын қосып, қыздырамыз. Біраз уақытан соң ақ тұнба BaSO_4 түзіледі, ол HCl -да ерімейді.



CO₃²⁻ ионының ашылуы

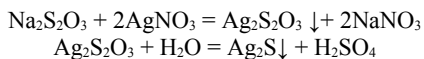
CO₃²⁻ ионы қышқылмен әсер еткенде газ CO₂ бөлінуі арқылы анықталады. Түзілген CO₂ извест немесе барит суын лайландырады:



Пробиркаға 5-6 тамшы Na₂CO₃ және 5-6 тамшы 2М HCl қосамыз да, газ өткізетін трубкасы бар тығынмен тығындап, трубканың екінші ұшын извест немесе барит суына саламыз. Қыздыру нәтижесінде ерітіндінің лайланғанын байқаймыз.

S₂O₃²⁻ ионының ашылуы

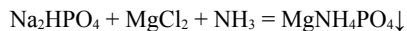
Артық мөлшерде құйылған күміс нитраты тиосульфат иондарымен ақ тұнба Ag₂S₂O₃ береді, ол тез арада сарғайып, сосын қоюланып, күміс сульфидіне айналу нәтижесінде қара түске ауысады:



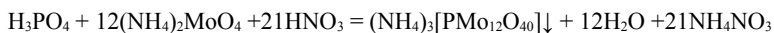
2-3 тамшы S₂O₃²⁻ ион тұзына 3-5 тамшы AgNO₃ қосып, қыздырып, араластырамыз.

PO₄³⁻ ионының ашылуы

1) 2-3 тамшы фосфат ионы бар ерітіндіге 4-5 тамшы магнезиаль қоспасын қосып, араластырамыз. Ақ кристалды тұнба түзіледі, ол HCl және CH₃COOH ерітінділерінде ериді, дегенмен аммиакта ерімейді:



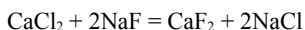
2) 2-3 тамшы фосфат ионы бар ерітіндіге 8-10 тамшы молибден сұйықтығын қосып, қыздырамыз. Аммоний фосформолибдатына сәйкес келетін кристалды сары тұнба түседі:



F⁻ ионының ашылуы

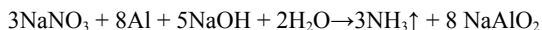
F⁻ ионы кальций тұздарымен ақ тұнба CaF₂ береді, ол

минералды қышқылдарда ериді, дегенмен CH_3COOH ерімейді. 2-3 тамшы фторид ионы бар ерітіндіге 3-4 тамшы CaCl_2 қосамыз:



NO_3^- ионының ашылуы

1) Егер ерітіндіде құрамында азот бар аниондары болмаса (NO_2^- , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$) NO_3^- ионын аммиакқа дейін тотықсыздандыру арқылы анықтауға болады. NO_3^- ионы бар ерітіндіге 4-5 тамшы 2М NaOH, түйіршік күйіндегі Al қосып, қыздырамыз. Пробирканың беткі қабатына ылғал лакмус жанастыру арқылы қағаздың өзгеруін байқаймыз. Лакмус қағазының көгеруі NH_3 бөлінгенін көрсетеді.



2) Егер ерітіндіде тотықтырғыш-аниондар болмаса, онда NO_3^- ионы дифениламинмен анықталады. Шыны таяқшаға 2 тамшы конц. H_2SO_4 -тегі дифениламин және 2-3 тамшы NO_3^- ионын қосып, араластырамыз. Ерітіндінің анық көк үске өгергенін байқаймыз.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Бромид, иодид иондарын хлор суымен анактауда қандай жағдайларды сақтау керек?
 2. Ерітіндідегі иод пен бром иондарын тотықтырып болған соң қандай органикалық қосылыспен экстрагирлейді? Талдау кезінде экстракция не үшін қолданылады?
 3. Қандай жағдайда нитрат ионы: а) аммиак, б) нитрит-ионына дейін тотықсызданады?
 4. Егерде ерітіндіде анион-тотықтырғыштары болған жағдайда нитрат ионын дифениламинмен анықтауға бола ма? Себебі неде?
 5. Карбонат ионын қандай жағдайда және қандай реагентпен ашуға болады?
 6. $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ақ тұнбасының сарғайып, сосын қоңырланып, қара тұнбаға айналу түрлерінің реакциясын жазыңыз?
- 10 - зертханалық жұмыс

**Аниондарға тотықтырғыштар мен
тотықсыздандырғыштардың, күкірт қышқылының,
BaCl₂ және AgNO₃ реактивтерінің әсері**

Жұмыстың мақсаты: Аниондарға тотықтырғыштар мен тотықсыздандырғыштардың, күкірт қышқылының, BaCl₂ және AgNO₃ реактивтерінің әсерін зерттеу. Алынған нәтижелерді зертханалық журналда толтыру.

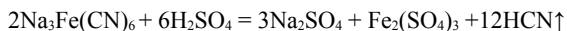
Аниондарды талдау үшін алдын-ала бірнеше сынақ жүргізу керек, осы жағдайда иондарды анықтау оңай болады. Ондай алдын-ала сынақты төмендегі реактивтермен жүргізеді:

1. Сұйытылған күкірт қышқылы. Сұйытылған күкірт қышқылы төмендегі аниондармен реакцияға түседі: CN⁻, NO₂⁻, S²⁻, CH₃COO⁻(Ac⁻), CO₃²⁻, SO₃²⁻, SiF₆²⁻, S₂O₃²⁻, SiO₃²⁻, ClO⁻, CrO₄²⁻.

Аниондар	Реакция теңдеулері	Аналитикалық белгісі
CN ⁻	2NaCN+H ₂ SO ₄ → Na ₂ SO ₄ + 2HCN↑	Ащы миндаль иісі
NO ₂ ⁻	$2\text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{HNO}_2$ $\swarrow \quad \downarrow \quad \searrow$ $\text{H}_2\text{O}\uparrow \quad \text{NO}\uparrow \quad \text{NO}_2\uparrow$ $2\text{NO} + \text{O}_2 = 2\text{NO}_2\uparrow$	Қоңыр газ
S ²⁻	Na ₂ S + H ₂ SO ₄ = Na ₂ SO ₄ + H ₂ S↑	Шіріген жұмыртқа иісі
Ac ⁻	2NaAc + H ₂ SO ₄ = 2HAc ↑ + Na ₂ SO ₄	Сірке қышқылының иісі
CO ₃ ²⁻	Na ₂ CO ₃ + H ₂ SO ₄ = CO ₂ ↑ + H ₂ O + Na ₂ SO ₄	Газ бөлінеді
SO ₃ ²⁻	Na ₂ SO ₃ + H ₂ SO ₄ = SO ₂ ↑ + H ₂ O + Na ₂ SO ₄	Газ бөлінеді
S ₂ O ₃ ²⁻	Na ₂ S ₂ O ₃ + H ₂ SO ₄ = S↓ + SO ₂ ↓ + H ₂ O + Na ₂ SO ₄	Ерітінді лайланады, күкірт бөлінеді
SiF ₆ ²⁻	$\text{Na}_2\text{SiF}_6 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{H}_2\text{SiF}_6 + \text{Na}_2\text{SO}_4$ $\nearrow 2\text{HF}$ $\searrow \text{SiF}_4\uparrow$	Газ бөлінеді
SiO ₃ ²⁻	Na ₂ SiO ₃ + H ₂ SO ₄ = H ₂ SiO ₃ ↓ + Na ₂ SO ₄	Салқын мұзды тұнба

ClO^-	$2\text{NaClO} + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{HClO} + \text{Na}_2\text{SO}_4$ $\nearrow 2\text{HCl}\uparrow$ $\searrow \text{O}_2\uparrow$	Газ бөлінеді
CrO_4^{2-}	$2\text{Na}_2\text{CrO}_4 + 2\text{H}_2\text{SO}_4 = \text{H}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{SO}_4$	Түстің өзгеруі сарыдан тоқ сарыға

Cl^- , Br^- , I^- , CNS^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, BO_3^{3-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , F^- , NO_3^- , ClO_3^- , MnO_4^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$ аниондары көзге көрінетін өзгеріс бермейді. Егер ұзақ уақыт қыздырылатын болса $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ аниондары былай өзгеруі мүмкін:



2. Концентрлі күкірт қышқылы тотықтырғыш және суды бойына сіңіру қасиеті қарай көптеген аниондармен әрекеттеседі:

Аниондар	Реакция тендеулері	Сыртқы белгі
Cl^-	$2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2\text{HCl}\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$	Газ бөлінеді
Br^-	$2\text{NaBr} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{Br}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{SO}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$	
I^-	$2\text{NaI} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{I}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{SO}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$	
CN^-	$\text{NaCN} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{NaHSO}_4 + \text{H}_4\text{SO}_4 + \text{CO}\uparrow$	
CNS^-	$\text{NaCNS} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{COS}\uparrow, \text{CS}_2\uparrow, \text{CO}\uparrow, \text{NH}_3\uparrow$	Қайнап газ бөлінеді
$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$	$2\text{Na}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] + 20\text{H}_2\text{SO}_4 + 12\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + 12\text{NH}_4\text{HSO}_4 + 12\text{CO}\uparrow + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 4\text{NaHSO}_4$	Газ бөлінеді
NO_2^-	$\text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{HNO}_2$ нитрозилсерная кислота	
S^{2-}	$\text{Na}_2\text{S} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{H}_2\text{S}\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$	Тотығу процесі $\text{H}_2\text{S}\uparrow$ - $\text{S}\downarrow$ немесе - $\text{SO}_2\uparrow$
Ac^-	$2\text{NaAc} + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{HAc}\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$	Сірке қышқылының иісі
CO_3^{2-}	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CO}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{SO}_4$	Газ бөлінеді
SO_3^{2-}	$\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{SO}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{SO}_4$	
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{S}\downarrow + \text{SO}_2\downarrow + \text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{SO}_4$	ерігіндінің лайлануы, күкірттің бөлінуі

SiF_6^{2-}	$\text{Na}_2\text{SiF}_6 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{H}_2\text{SiF}_6 \begin{matrix} \nearrow \text{Na}_2\text{SO}_4 \\ \searrow \text{SiF}_4 \uparrow \end{matrix} + 2\text{HF}$	Газ бөлінеді
SiO_3^{2-}	$\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{H}_2\text{SiO}_3 \downarrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$	Ақ тұнба түзіледі
ClO_3^-	$2\text{NaClO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{HClO}_3 \begin{matrix} \nearrow \text{H}_2\text{O} \\ \searrow 2\text{ClO}_2 \uparrow \\ \searrow 1/2\text{O}_2 \end{matrix}$	Газ бөлінеді
ClO^-	$2\text{NaClO} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{HCl} \uparrow + \text{O}_2 \uparrow$	
$\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$	$\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{C}$	кеуектенеді
CrO_4^{2-}	$\text{Na}_2\text{CrO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CrO}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{SO}_4$	
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO} \uparrow + \text{CO}_2 \uparrow$	Газ бөлінеді

BO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , NO_3^- , MnO_4^- аниондарының сыртқы көзге көрінетін белгілері жоқ.

3 Тотықтырғыштарды анықтау үшін KJ + 1M H₂SO₄ реактивімен әсер ету

KJ + H₂SO₄ реактиві мына аниондармен әрекеттеседі: AsO_4^{3-} , ClO_3^- , ClO^- , MnO_4^- , CrO_4^{2-} , NO_2^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$. Егерде реакцияға крахмал қосатын болсақ, бос иод бөлінгенде ерітінді көгереді.

Аниондар	Реакция теңдеулері	Сыртқы белгі
$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] + \text{KJ} = \text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + 1/2\text{J}_2$	Реакция барысында иод бөлінген кезде ерітіндінің түсі қоңырланады, крахмал қосатын болсақ ерітінді көк түске боялады
NO_2^-	$\text{KNO}_2 + \text{KJ} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{NO} \uparrow + \text{H}_2\text{O} + 1/2\text{J}_2$	
AsO_4^{3-}	$\text{K}_3\text{AsO}_4 + 2\text{KJ} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{K}_3\text{AsO}_3 + \text{J}_2 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$	
ClO_3^-	$\text{KClO}_3 + 6\text{KJ} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = 3\text{J}_2 + \text{KCl} + 3\text{H}_2\text{O} + 3\text{K}_2\text{SO}_4$	
ClO^-	$\text{KClO} + 2\text{KJ} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{KCl} + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{J}_2$	
MnO_4^-	$2\text{KMnO}_4 + 10\text{KJ} + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{MnSO}_4 + 6\text{K}_2\text{SO}_4 + 5\text{J}_2 + 8\text{H}_2\text{O}$	
CrO_4^{2-}	$2\text{K}_2\text{CrO}_4 + 6\text{KJ} + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + 3\text{J}_2 + 5\text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$	

Cl^- , Br^- , J^- , CN^- , CNS^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , SiF_6^{2-} , SiO_3^{2-} , F^- , NO_3^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$ аниондары KJ+H₂SO₄ реактивімен әрекеттеспейді.

4. J₂ + крахмал әсері (күшті тотықсыздандырғыштарды сынау үшін). CN⁻, S²⁻, SO₃²⁻, S₂O₃²⁻, AsO₃³⁻ аниондары J₂ –пен әрекеттесіп иод-крахмалды комплексті бұзады да, ерітіндіні түссіздендіреді.

Аниондар	Реакция теңдеулері	Сыртқы белгі
CN ⁻	$\text{KCN} + \text{J}_2 = \text{JCN} + \text{KJ}$	көк түсті иод-крахмалды комплекстің түссіздендінуі
S ²⁻	$\text{Na}_2\text{S} + \text{J}_2 = \text{S}\downarrow + 2\text{NaJ}$	
SO ₃ ²⁻	$\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{J}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{HJ}$	
S ₂ O ₃ ²⁻	$2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{J}_2 = \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{NaJ}$	
AsO ₃ ³⁻	$\text{Na}_3\text{AsO}_3 + \text{J}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{Na}_3\text{AsO}_4 + 2\text{HJ}$	

[Fe(CN)₆]⁴⁻, NO₂⁻ аниондары иодпен әрекеттеседі, бірақ бұл реакциялар қайтымды. Cl⁻, Br⁻, J⁻, CNS⁻, [Fe(CN)₆]³⁻, Ac⁻, CO₃²⁻, BO₃³⁻, AsO₄³⁻, PO₄³⁻, SiF₆²⁻, SO₄²⁻, SiO₃²⁻, F⁻, NO₃⁻, ClO₃⁻, ClO⁻, MnO₄⁻, C₂O₄²⁻, C₄H₄O₆²⁻, CrO₄²⁻ аниондары J₂-пен әрекеттеспейді.

5. KMnO₄ + H₂SO₄ әсері (тотықсыздандырғыштарды сынау үшін). KMnO₄ + H₂SO₄ реактиві құрғақ KCl, KBr тұздарымен әрекеттесіп Cl₂, Br₂ бөлінуі мүмкін, дегенмен сулы ерітінділерінде айтарлықтай өзгерістер байқалмайды.

Аниондар	Реакция теңдеулері	Сыртқы белгі
J ⁻	$2\text{KMnO}_4 + 10\text{KJ} + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{MnSO}_4 + 5\text{J}_2 + 6\text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$	Әлсіз қызғылт KMnO ₄ ерітіндісі түссізденеді
C ₂ O ₄ ²⁻	$5\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = 6\text{K}_2\text{SO}_4 + 2\text{MnSO}_4 + 10\text{CO}_2\uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$	
[Fe(CN) ₆] ⁴⁻	$5\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + \text{KMnO}_4 + 4\text{H}_2\text{SO}_4 = 5\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6 + 3\text{K}_2\text{SO}_4 + \text{MnSO}_4 + 4\text{H}_2\text{O}$	
NO ₂ ⁻	$5\text{KNO}_2 + 2\text{KMnO}_4 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = \text{K}_2\text{SO}_4 + 2\text{MnSO}_4 + 5\text{KNO}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$	
S ²⁻	$5\text{K}_2\text{S} + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = 5\text{S} + 2\text{MnSO}_4 + 6\text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$	
SO ₃ ²⁻	$\text{Na}_2\text{SO}_3 + 2\text{KMnO}_4 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 3\text{H}_2\text{O}$	
S ₂ O ₃ ²⁻	$10\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = 5\text{K}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{MnSO}_4 + 6\text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$	
AsO ₃ ³⁻	$\text{Na}_3\text{AsO}_3 + 2\text{KMnO}_4 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Na}_3\text{AsO}_4 + 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 3\text{H}_2\text{O}$	

CN⁻, CNS⁻, Ac⁻, CO₃²⁻, BO₃³⁻, AsO₄³⁻, PO₄³⁻, SiF₆²⁻, SO₄²⁻, SiO₃²⁻, F⁻, NO₃⁻, ClO₃⁻, ClO⁻, MnO₄⁻, CrO₄²⁻ аниондары KMnO₄ + H₂SO₄ реактивімен әрекеттесіп, көзге көрінетін өзгеріс бермейді. C₄H₄O₆²⁻ өте баяу әрекеттеседі. Сонымен, егерде әлсіз қызғылт KMnO₄ ерітіндісі түссізденсе, ерітіндіде мына аниондардың бар болуын көрсетеді: Cl⁻, Br⁻, J⁻, [Fe(CN)₆]⁴⁻, NO₂⁻, S²⁻, SO₃²⁻, S₂O₃²⁻, AsO₃³⁻, C₄H₄O₆²⁻, C₂O₄²⁻.

6 Аниондарға AgNO₃ және BaCl₂ әсері. Аниондарға AgNO₃ және BaCl₂ реактивімен әсер еткенде ортаның қышқылдылығы үлкен рөл атқарады, яғни орта қышқыл немесе бейтарап болса тұнба түзілмейді. Аз еритін барий және күміс тұздарының түзілуіне қарай аниондардың жіктелуін Бунзен мына тізбек бойынша ұсынады.

**Аз еритін барий және күміс тұздарының түзілуіне
байланысты аниондардың жіктелуі**

Реагент	Аниондар	Ерігіштігі
AgNO₃ (BaCl ₂ –мен әрекеттеспейді)	Cl ⁻ , Br ⁻ , J ⁻ , CNS ⁻ , CN ⁻ , [Fe(CN) ₆] ⁴⁻ , [Fe(CN) ₆] ³⁻	HNO ₃ ерімейді
	S ²⁻ , Ac ⁻ , NO ₂ ⁻ (концентрлі ерітіндіден)	HNO ₃ ериді
BaCl₂ (AgNO ₃ –пен тұнбасы ақ түсті)	SO ₄ ²⁻ , CO ₃ ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , C ₂ O ₄ ²⁻ , C ₄ H ₄ O ₆ ²⁻ , BO ₃ ³⁻	HCl ериді (BaSO ₄ басқасы)
BaCl₂ (AgNO ₃ –пен тұнбасы түсті)	PO ₄ ³⁻ , AsO ₄ ³⁻ , AsO ₃ ³⁻ , CrO ₄ ²⁻ , Cr ₂ O ₇ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻	HNO ₃ ериді
AgNO ₃ және BaCl ₂ тұнба түзілмейді	NO ₃ ⁻ , ClO ₃ ⁻ , MnO ₄ ⁻ , ClO ⁻ (аниондар жарықта Cl ⁻ ионы бөліну нәтижесінде ерітіндіде AgCl ақ тұнбасы түзілуі мүмкін)	

Осылайша, H₂SO₄_{сұйыт}, H₂SO₄_{конц}, KJ + 1M H₂SO₄ + крахмал, J₂ + крахмал, KMnO₄ + H₂SO₄, AgNO₃ және BaCl₂ реактивтерін қолдана отырып алдын-ала сынақ жүргізу арқылы зерттелетін

ерітіндіден аниондардың бір бөлшегін анықтауға болады.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Аниондардың қоспасын талдағанда алдын-ала сынау арқылы қандай иондарды анықтауға болады?
2. Барий хлориді мен күміс нитраты тұздары бойынша аниондарды қанша топқа біріктіруге болады?
3. Аниондардың тотығу-тотықсыздану қасиеттеріне байланысты қандай топтарға біріктіруге болады?
4. Аниондардың қандай қасиеттеріне қарай: а) тотығу-тотықсыздану б) орын алмастыру реакцияларын қолданып ашуға болады ?
5. Күшті қышқыл ортадағы ерітіндіде қандай аниондар кездеспейді?
6. Құрамында J^- , Br^- , Cl^- аниондары бар ерітіндіге күміс нитратымен әсер еткенде қандай анион бірінші тұнбаға түседі ?
7. SO_3^{2-} анионы CO_3^{2-} -тың ашылуына кедергі жасайды, егер ерітіндіде SO_3^{2-} анионы болған жағдайда CO_3^{2-} қалай анықталады?
8. Неліктен жер қыртысындағы металдар ацетат түрінде емес, сульфидтер күйінде кездеседі?
9. Берілген қосылыстың құрамындағы $AgCl$, $AgBr$, AgI , Ag_2S , Ag_3PO_4 - Ag^+ катионының тепе-теңдік концентрациясын анықтаңыз. Қандай қосылыс аммиакта жақсы ериді?

11- зертханалық жұмыс

SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{2-} , F^- , NO_3^- , Cl^- , Br^- , I^- ,
 CNS^- , BO_3^{3-} , SiO_3^{2-} аниондарының қоспасын
зерттеуге арналған бақылау есебі

Жұмыстың мақсаты: қоспадағы аниондарды анықтау.
Талдау есебін зертханалық дәптерде толтыру.

Аниондарды талдау алдында сілтілік-жер металдарынан басқаларынан құтылу қажет, ол үшін зерттелетін ерітіндіні сода қосу арқылы қыздырамыз, сонда барлық катиондар

сілтілік-жер металдарынан басқалары суда ерімейтін карбонаттар түзеді де, аниондар ерітіндіде қалады.

Алдын-ала анықтау.

1. Ортаның рН-ы анықталады. Қышқыл ортада SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} аниондары болмайды. Сілтілі ортада барлық аниондар болуы мүмкін.

2. Зерттелетін ерітіндінің бір бөлігіне сұйытылған күкірт қышқылын қосып, газдың бөлінуін бақылайды? Егер газ бөлінсе CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ аниондарының бар болуын көрсетеді. Егер газ болмаса берілген аниондар жоқ немесе өте аз мөлшерде қосылған.

тотықсыздандырғыш аниондарды анықтау:

- а) ерітіндіге I_2 + крахмал қосамыз, егер крахмал түссізденсе: SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ аниондарының болғаны,
- б) ерітіндіге $\text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ қосамыз, егер түссізденсе I^- , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ аниондары бар.

3. Бунзен жіктелуі арқылы AgNO_3 және BaCl_2 реактивтерімен әсер етіп, бейтарап немесе қышқыл ортадағы топтарды анықтау.

Дегенмен мынадай кедергілер болуы мүмкін, мысалы:

1) AgNO_3 ерітіндісімен азот қышқылында ерімейтін тұнба түзіліп, ал BaCl_2 – тұнба бермейді. Демек, ерітіндіде Cl^- , Br^- , I^- , CNS^- болуы мүмкін.

Br^- және I^- иондарын алғашқы ерітіндіден хлор суы $\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (бензол немесе CCl_4) арқылы анықтауға болады. Осы жағдайда иод не бром бөлініп, органикалық қабат қызғылт түске боялады. Егер хлор суының артық мөлшерін қоссақ, мына тізбек бойынша реакция жүріп $\text{I}_2 \rightarrow \text{IO}_3^-$, нәтижесінде түссіз ион түзіледі. Бром өзгеріссіз қалады, тек қана ерітіндідегі бромның концентрациясына қарай органикалық қабат сары не қоңыр түске боялады.

Ерітіндінің бір бөлігін темір хлориді әсерімен CNS^- ионын анықтауға болады, егер ион болса ерітінді қан-қызыл түске боялады.

2) AgNO_3 – пен азот қышқылында еритін тұнба түзілсе, ал BaCl_2 – мен тұнбалары HCl -да еритін болса, онда ерітіндіде CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , BO_3^{3-} , PO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ аниондары болуы мүмкін.

Алдын-ала сынақта кейбір аниондар мен анион топтары ашылады, әрі қарай талдауды бөлшектеп жүргізу керек.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Неліктен аниондарды талдау барысында сілтілік металдардың тұздары қатысады?
2. Әлсіз сілтілі ортада аниондардың қоспасына BaCl_2 -мен әсер еткенде қандай тұнба түзілуі мүмкін.
3. Ерітіндіде Br^- және I^- иондары бірге жүргенде, оларды қалай анықтауға болады?
4. Ерітіндіде SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-} иондары бірге жүргенде, оларды қалай анықтауға болады?
5. Қоспалардың талдау тізбегін құрастырыңыз:
 1. AgNO_3 , NiSO_4 , MnCl_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 2. AgNO_3 , KMnO_4 , BaCl_2 , Na_2SO_3 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 3. AgNO_3 , BaCl_2 , CoSO_4 , KI , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 4. AgNO_3 , SrCl_2 , CuSO_4 , KI изб., $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 5. CoCl_2 , MgNH_4PO_4 , HAc , KNO_2 изб.
 5. BaCl_2 , CrCl_3 , AlCl_3 , H_2O_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 6. $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, AlCl_3 , MnCl_2 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ изб., HAc
 7. FeCl_3 , $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, KNO_2 изб., Na_2HPO_4 , HAc ?
 8. FeCl_3 , AgNO_3 , BaCl_2 , Na_2HPO_4 изб., HNO_3
 9. Hg_2Cl_2 , $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, Na_2HPO_4 , MgCl_2 , ZnSO_4 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.?
 10. BaCl_2 , $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$, NiSO_4 , H_2O_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 11. MnCl_2 , AgNO_3 , $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, H_2O_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 12. AgNO_3 , SrCl_2 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, Na_2SO_3 , HAc
 13. AgNO_3 , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ изб., HAc
 14. BaCl_2 , CuCl_2 , KMnO_4 , Na_2SO_3 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 15. AgNO_3 , KMnO_4 , AlCl_3 , SrCl_2 , Na_2SO_3 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 16. AlCl_3 , CdCl_2 , CoCl_2 , MgNH_4PO_4 , HAc , KNO_2 изб.
 17. $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, MgCl_2 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ изб., HAc
 18. FeCl_3 , AgNO_3 , BaCl_2 , Na_2HPO_4 изб., HAc
 19. PbCl_2 , CaCl_2 , ZnCl_2 , AlCl_3 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, Na_2HPO_4 изб., NaOH изб.
 20. BaCl_2 , CaCl_2 , CrCl_3 , AlCl_3 , H_2O_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 21. FeSO_4 , MnCl_2 , AgNO_3 , CuSO_4 , BaCl_2 , H_2O_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 22. MnSO_4 , BaCl_2 , $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$, NiSO_4 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, H_2O_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
 23. MnCl_2 , AgNO_3 , $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, H_2O_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.

24. AgNO_3 , MgSO_4 , PbCl_2 , KI , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
25. CuSO_4 , AgNO_3 , BaCl_2 , KI изб., $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
26. AgNO_3 , NiSO_4 , BaCl_2 , ZnSO_4 , KI , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ изб.
27. CuSO_4 , K_2CrO_4 , BaCl_2 , MnCl_2 , H_2SO_4 , KI изб.
28. AgNO_3 , PbAc_2 , CuSO_4 , K_2CrO_4 , H_2SO_4 , KI изб.
29. CuS , $\text{MnO}(\text{OH})_2$, ZnS , BaCO_3 , 2M HCl
30. MnSO_4 , FePO_4 , $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, KNO_2 , Hac

*Мен көзбен көргенді-лезде ұмытамын,
естігенімді-есте сақтаймын.
Ал қолмен жасағанды-түсінемін.
Конфуций*

*Химик үшін өте күрделі сабақтың бірі-
сандық талдау. Оның қыр-сырын үйренбей,
адамдар ешқандай ғылым тұңғыығын
түсіне алмайды.
И.Я. Берцелиус*

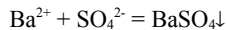
САНДЫҚ ТАЛДАУ **Гравиметрлік талдау**

Мақсат: зертханалық жұмысқа дайындық (аналитикалық таразымен, муфель пешімен, эксикатормен жұмыс, сандық тұндыруды және сүзгілеуді үйрену) және гравиметрлік талдаудың нәтижелерін өңдеу.

12- зертханалық жұмыс

Барийді гравиметрлік әдіспен анықтау

Әдіс барий Ba^{2+} иондарын H_2SO_4 ерітіндісімен тұндыру арқылы анықтауға негізделген:



Түзілген барий сульфаты – аз еритін кристалды қосылыс $K_s^0 = 1,0 \cdot 10^{-10}$. Әдісте тұнбаның тұндырылған және гравиметриялық түрі барий сульфаты болып табылады.

Реактивтер, ыдыстар, қондырғылар

Күкірт қышқылы H_2SO_4 , 1М ерітінді.

Тұз қышқылы HCl , 2М ерітінді.

Күміс нитраты $AgNO_3$, 1%-ты ерітінді.

Өлшеуіш цилиндр (10 мл), стакан (300-400 мл), шыны таяқша, воронка, фарфорлы тигель (отбақыраш).

Техникалық таразы, аналитикалық таразы, электрплитка, муфель пеші, тигель ұстағыш, кептіргіш жәшігі, эксикатор, «көк ленталы» күлсіз сүзгі.

Жұмыстың орындалуы

Есептелген үлгінің сынамасын (0,3-0,5 г) аналитикалық таразыда өлшеп алып, ішінде шыны таяқшасы бар көлемі 300-400 мл стаканға толығымен ауыстырамыз. Затты аз мөлшерде сумен ерітіп, ерітіндіге 1 мл 2М HCl қосып, үстіне 100-150 мл ыстық су қосамыз. Басқа ыдыста тұндырғышты дайындаймыз, ол үшін стаканға 5 мл 1М H₂SO₄ алып, үстіне 50 мл ыстық су құямыз. Ерітінділерді қайнағанша электрплиткасында қыздырамыз. Содан соң тұндыруды жүргіземіз, шыны таяқшаның бойымен үнемі араластыра отырып ақырын тамшылата тұндырғыштың ерітіндісін құямыз (таяқша стаканның түбіне әрі қабырғаларына жанаспау тиіс!). Тұнба мен ерітінді толық ажырағанша, ерітіндіні біраз уақытқа қойып қоямыз. Содан соң тұндыру толық орындалғанын тексереміз, ол үшін: таяқшаның төменгі ұшын стакан қабырғасына жанастырып, соның бойымен тұндырғыштың 2-3 тамшысын құямыз, егерде тұнбаның бетіндегі ерітінді лайланбаса, тұнба толық түскендігін көрсетеді. Олай болмаған жағдайда тұндырғышты ақырын қоса отырып, араластырып, ерітіндіні қыздырамыз. Тұнбаның толық түскенін бақылаймыз.

Шыны таяқшаны қозғамастан тұнбаны бөлме температурасында 5 сағатқа қалдырамыз. Содан соң тұнбаны декантациялау және «көк ленталы» сүзгі қағаз арқылы сүзгілеу процесі жүргізіледі. Алдымен сүзгі қағазында тұнба бетіндегі ерітіндіні таза колбада жинаймыз, ерітінді толығымен сүзіліп болған соң стакандағы тұнбаны дистилденген сумен жуамыз, декантацияны Cl⁻-иондары жойылғанша орындаймыз. Тұнбаның толық жуылғанын фильтрлік HNO₃ және AgNO₃ ерітіндісін қосу арқылы тексереміз (лайлану болмауы тиіс, азғана опалесценция болуы мүмкін). Тұнбаны сүзгі қағазға дистилденген сумен жуа отырып, ауыстырамыз. Тұнба толық ауыстырылып болған соң, фильтр қағазын дистилденген сумен екі рет жуып, стаканның қабырғаларында қалып қойған тұнбаларды сүзгі қағазбен құрғатып, барлығын сүзгі қағазда жинаймыз.

Содан соң воронкадағы сүзгі қағазды бірнеше минутқа кептіргіш жәшігінде құрғатамыз. Кептірілген тұнбасы бар сүзгі

қағаздың жан-жағын бүктей отырып, алдын-ала тұрақты массаға келтіріліп алынған тигельге салып, муфель пешінде қыздырамыз.

Сүзгіні алдымен төменгі температурада күлсіздендіреміз, мүмкіндігінше тигельді айналдырып отырамыз. Сосын тұнбасы бар тигельді муфель пешінде 800-900 °С-та 40 минут қыздырамыз. Тигельдегі тұнба беті ашық болуы тиіс. Қыздырылып болған соң, тұнба түсі ағарады немесе сұрғылданады, тигельді эксикаторда 30-40 минут суытып, аналитикалық таразыда өлшеп аламыз. Тигельді тұрақты массаға жеткенше қыздырамыз (өлшеу айырмашылықтары 0,0002 г аспау керек).

Жұмыстың орындалу ретін, алынған мәндерді кесте түрінде өрнектейміз.

Масса, г			
бос бюкс	...		
Зерттелетін үлгісі бар бюкс	...	үлгі	...
бос тигель	...		
BaSO ₄ тұнбасы бар тигель	...	BaSO ₄	...

Зерттелген үлгі құрамындағы Ва (%) мөлшері мына формула арқылы есептеледі:

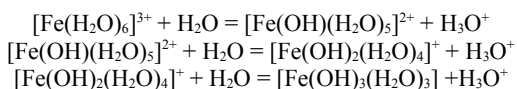
$$\omega(Ba)\% = \frac{m(BaSO_4) \cdot F \cdot 100}{g},$$

Бұл жердегі g – үлгі массасы; F – гравиметрлік фактор.

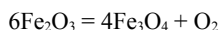
13 - зертханалық жұмыс

Темірді (III) гравиметрлік әдіспен анықтау

Темірді гидроксид түрінде тұндырады, ион аммиакпен әрекеттесіп, реакция бағыты оңға ығысады:



Түзілген темір гидроксидін 800 °С температурада Fe_2O_3 тотығына дейін қыздырады. Қыздыру температурасын 1200 °С дейін көтеретін болсақ тотықтың басқа түрінің түзілуіне байланысты нәтижені есептеуде қателіктер кетеді



Егерде зерттелетін ерітіндіде темір (II) болса, онда оны алдын-ала азот қышқылымен тотықтырады.

Темірдің тұндырылған түрі $\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, гравиметрлік түрі - Fe_2O_3 .

Реактивтер, ыдыстар және қондырғылар

Азот қышқылы, HNO_3 , 2М ерітінді.

Аммиак, NH_3 , 1:1 қатынасындағы ерітінді.

Күміс нитраты, AgNO_3 , 1%-ті ерітінді.

Аммоний нитраты, NH_4NO_3 , 1%-ті ерітінді.

Өлшеуіш цилиндр (10 мл), стакан (300-400 мл), шыны таяқша, воронка, фарфорлы тигель(отбақыраш).

Техникалық таразы, аналитикалық таразы, электрплитка, муфель пеші, тигель ұстағыш, кептіргіш жәшігі, эксикатор, «көк ленталы» күлсіз сүзгі.

Жұмыстың орындалуы

Көлемі 300-400 мл стакандағы зерттелетін ерітіндіге 1-2 мл HNO_3 қосылып, үстіне 100 мл-ге жуық ыстық су қосылады да, ерітінді қайнағанша (75-90 °С) қыздырылады, дайын болған ыстық ерітіндіге анық иісі байқалғанша аммиак ерітіндісі қосылады. Тұнба мен ерітінді толық бөлінгенше бірнеше минутқа қалдырылып, сүзгілеуді «қызыл ленталы» сүзгі арқылы жүргізеді. Тұнбаны Cl^- -ионы жойылғанша ыстық 1%-ті NH_4NO_3 ерітіндісімен жуады. Тұнбаның толық жуылғанын фильтрәтқа HNO_3 және AgNO_3 ерітіндісін қосу арқылы тексереміз (лайлану болмауы тиіс, азғана опалесценция болуы мүмкін). Тұнбаны сүзгі қағазға ыстық 1%-ті NH_4NO_3 ерітіндісімен жуа отырып, ауыстырамыз. Тұнба толық ауыстырылып болған соң, фильтр қағазын дистилденген сумен екі рет жуып, стаканның қабырғаларында қалып қойған тұнбаларды сүзгі қағазбен

құрғатып, барлығын сүзгі қағазда жинаймыз. Содан соң воронкадағы сүзгі қағазды бірнеше минутқа кептіргіш жәшігінде құрғатамыз. Кептірілген тұнбасы бар сүзгі қағаздың жан-жағын бүктей отырып, алдын-ала тұрақты массаға келтіріліп алынған тигельге салып, муфель пешінде қыздырамыз.

Сүзгіні алдымен төменгі температурада күлсіздендіреміз, мүмкіндігінше тигельді айналдырып отырамыз. Сосын тұнбасы бар тигельді муфель пешінде 800-900 °С-та 30-40 минут қыздырамыз. Одан кейінгі қыздыруды 10-15 минут аралығында бірнеше рет қайталаймыз.

Алынған нәтижелерді кестеге толырамыз.

Масса, г			
бос тигель	...		
Fe ₂ O ₃ тұнбасы бар тигель	...	Fe ₂ O ₃ тұнбасы	...

Зерттелетін үлгідегі темір құрамы мына теңдік арқылы есептеледі:

$$m(\text{Fe}) = m(\text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot F$$

14 - зертханалық жұмыс

Кристалгидраттағы суды гравиметрлік анықтау

Зерттелетін кристалгидраттағы кристалдық судың құрамы химиялық формулаға сәйкес болу керек. Кристалгидратты қыздырғанда кристалдық су бөлінеді. Кристалгидраттың түріне байланысты кептіру температуралары әртүрлі. Мысалы, H₂C₂O₄ · 2H₂O үшін ~110 – 112 °С, CuSO₄ · 5H₂O үшін – 140 – 150°, BaCl₂ · 2H₂O үшін – 120–125 °С. Барий хлориді кристалгидратындағы кристалдық суды анықтау сынаманың массасын кептіргенге дейін және кептіргеннен кейін өлшеуге негізделген.

Реактивтер және қондырғылар

BaCl₂ · 2H₂O кристалгидраты

Бюкс, фарфорлы тигель, техникалық таразы, аналитикалық таразы, кептіргіш жәшігі, эксикатор.

Жұмыстың орындалуы

Таза әрі құрғақ тығыны бар бюксті аналитикалық таразыда өлшейді. Барий хлориді кристалгидратының ~ 1,5 г мөлшерін бюкске салып, өлшеуді қайталайды. Үлгісі бар бюкстің аузын ашып, 120-125 °С температурада кептіргіш жәшігінде 2 сағатқа қалдырады. Содан соң бюксті тығындап, эксикаторда 20 минутқа қойып, суытады және тағы да аналитикалық таразыда өлшейді. Содан соң қайтадан бюксті кептіргіш жәшігінде 1 сағат кептіріп, суытып, қайтадан өлшейді. Егер алдыңғы мен соңғы өлшеу айырмашылықтары 0,0002 г-нан аспаса, кристалдық су жойылды деп есептеуге болады.

Өлшеу нәтижелерін кестеге толтырады.

Масса, г			
бос бюкс	...		
кептіргенге дейінгі үлгі бар бюкс	...	Кристалдық су үлгісі	...
кептіргеннен кейінгі үлгі бар бюкс	...	Кристалдық су жойылғаннан кейінгі үлгі	...

Үлгідегі кристалдық су құрамын (%) бойынша анықтайды.

«Гравиметрлік талдау» бөлімі бойынша өзіндік бақылау сұрақтары

1. Гравиметрлік анықтаудың негізгі әдістерін атаңыз. Айдау және тұндыру әдістері неге негізделген?
2. Гравиметрлік әдістің орындалу ретінің негізгі операцияларын атаңыз.
3. Қай уақытта тұндыру толық орындалды деп есептеледі?
4. Зерттелетін заттың үлгі шамасына қандай факторлар әсер етеді? Үлгіні есептеу формуласын келтіріңіз.
5. Тұндырылу түріне қойылатын талаптарды атаңыз.
6. Тұнбаның гравиметрлік түріне қойылатын талаптар қандай.
7. Неліктен тұндырғыштың артық мөлшері қажет?
8. Кристалды және аморфты тұнбалардың аналитикалық бөліну жағдайларын құраңыз.
9. Тұнбаның ластану себептерін атаңыз.

10. Тұнбаны жуудағы мақсат неде? Тұнбаны жуу әдістері қалай орындалады?
11. Тұнбаны жуудағы декантациялау мен сүзгі қағаздағы жуу айырмашылығы неде?
12. Аморфты және кристалды тұнбаларды жуу үшін ерітінділер қалай таңдалады?
13. BaSO_4 тұнбасын толық алу жолдары қандай?
14. Неге барий сульфаты мынадай жағдайларда орындалады: а) сұйытылған ерітінділерден, б) қышқыл ортада, в) ыстық ерітінділерде, г) үнемі араластыру арқылы?
15. Егер сульфатты анықтауда мынадай қателіктер жіберілсе нәтиже қалай өзгереді: а) зерттелетін ерітіндіде қышқылдың көлемі артық; г) тұнбасы бар сүзгі қағаздың жану температурасы 1000°C болған жағдайда?
16. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ тұндыру үшін тұндырғыш ретінде NaOH немесе NH_3 алынған дұрыс және неліктен.
17. Аморфты $\text{Fe}(\text{OH})_3$ тұнбасын жуған кезде пептизацияны қалай болдырмауға болады?
18. Егер мына жағдайлар орындалса темірді анықтау нәтижесі дұрыс бола ма: а) аммиакпен тұндыру сұйытылған ерітіндіден бөлме температурасында орындалса; б) $\text{Fe}(\text{OH})_3$ тұнбасын бастапқы ерітіндімен қалдырса; в) тұндыру F^- немесе Al^{3+} -иондары қатысында жүргізілсе; г) $\text{Fe}(\text{OH})_3$ таза сумен ғана жуылса?
19. Кристалдық суды гравиметрлік әдіспен анықтаудың негізі неде?

Титриметрлік талдау *Қышқылды-негіздік титрлеу*

15 - зертханалық жұмыс

Тұз қышқылы мен натрий тетраборатының стандартты ерітінділерін дайындау

Жұмыстың мақсаты: қышқылдық-негіздік титрлеу үшін біріншілік және екіншілік стандартты ерітінділер дайындау.

Реактивтер және қондырғылар

Тұз қышқылы, HCl: концентрленген; 2М және 1:1.

Натрий тетрабораты $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Өлшеуіш колба 100,0 мл, 250,0 мл, өлшеуіш цилиндр 10 мл, бюкс.

Аналитикалық және техникалық таразылар.

Жұмыстың орындалуы

1. Тұз қышқылының ерітіндісін дайындау

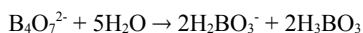
Тұз қышқылының ерітіндісін жуықтап 0,1М концентрацияда даярлау қажет, ал ерітіндінің концентрациясының дәл мәні 1-ші стандартты ерітінді натрий тетраборатының көмегімен анықталады. 0,1М тұз қышқылының ерітіндісін қышқылдың кез келген концентрлі ерітінділерінен дайындауға болады.

Алдын-ала есептелініп алынған қышқылдың көлемін өлшеуіш цилиндр арқылы 250,0 мл колбаға ауыстырады да, дистилденген сумен белгіге дейін жеткізіп, араластырады.

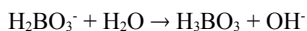
2. Натрий тетраборатының (бура) стандартты ерітіндісін дайындау

Натрий тетрабораты тұз қышқылымен төмендегідей химиялық реакциялар арқылы әрекеттеседі:

1) Бураның суда еруі:



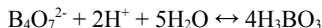
2) H_2BO_3^- гидролизі



3) Гидролиз кезінде түзілген OH^- - ионының титрленуі



Бураның тұз қышқылымен титрленуінің соңғы теңдеуі:



Сол себепті бураның эквивалентті молярлы массасы ($M_{\text{экв.}}$) былай есептеледі:

$$M_{\text{экв.}}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 1/2 M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 381,42/2 = 190,71 \text{ г/моль}$$

100,0 мл-ге дайындалатын 0,1М натрий тетраборатының ($1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) үлгісінің массасы мына формуламен есептеледі:

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = \frac{M_{\text{экв.}} \cdot C \cdot V}{1000} = \frac{190,71 \cdot 0,1 \cdot 100,0}{1000} = 1,9071$$

Бура үлгісін аналитикалық таразыда өлшеп алып, воронка арқылы 100,0 мл өлшеуіш колбаға ауыстырамыз, алдымен аз ғана (колбаның $\sim 1/2$ көлемі) ыстық дистилденген су қосып, тұз толық ерігенше араластырамыз, содан соң бөлме температурада суытып, белгіге дейін дистилденген сумен толтырып, араластырамыз. Дайын болған бура ерітіндісінің концентрациясы мына формуламен есептеледі:

$$C(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = \frac{m \cdot 1000}{M_{\text{экв.}} \cdot V_{\text{о.к.}}},$$

бұл жердегі m – бура үлгісінің массасы;

$M_{\text{экв.}}$ – бураның эквивалентті молярлы массасы;

$V_{\text{о.к.}}$ – өлшеуіш колбаның көлемі (100,0 мл).

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Титриметриялық әдісте қолданылатын реакцияларға қойылатын талаптарды атаңыз.
2. Титриметриялық әдістің химиялық реакция және титрлеу бойынша жіктелуіне мысал келтіріңіз.
3. Химиялық эквивалент, эквиваленттік фактор және эквивалентті молярлы масса дегеніміз не?

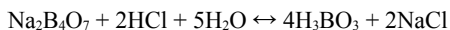
4. Тұрақты қосылыс дегеніміз не және оған қойылатын талап?
5. Титриметриялық әдістегі қышқылды стандарттау үшін қандай тұрақты қосылыс қолданылады. Бірнеше мысал келтіріңіз. Жауаптарыңызды химиялық реакциялар теңдеуі арқылы құрастырыңыз.
6. Тұз қышқылының концентрациясын бура бойынша анықтағанда төмендегідей ауытқулар жіберілсе қандай қателіктер болуы мүмкін: а) бура үлгісін ыстық суда еріткен соң, салқындатпай, бірден ерітіндіні белгіге дейін сұйытылса; б) бура ерітіндісін сұйылған кезде су белгіден асып кетсе; в) жұмыс алдында жуылған бюретканы тұз қышқылы ерітіндісімен шаймаса?

16 - зертханалық жұмыс

**Тұз қышқылы ерітіндісін бура бойынша стандарттау.
Натрий карбонатын анықтау**

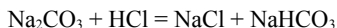
Жұмыстың мақсаты: тұз қышқылы ерітіндісін стандарттау, титрлеу әдісімен танысу, тура титрлеу нәтижелерін өңдеу.

Тұз қышқылы ерітіндісін стандарттау үшін стандартты натрий тетраборат ерітіндісін (бура) қышқылмен метилоранж қатысында титрлеуге негізделген:

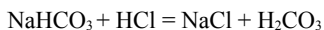


Концентрациясы анықталған тұз қышқылын титрант ретінде белгісіз есеп (зат) құрамындағы натрий карбонатын анықтауға пайдаланылады.

Натрий карбонаты сулы ортада гидролизденіп, сілтілі орта береді. Натрий карбонатын тұз қышқылымен титрлегенде қышқыл натрий карбонатын гидрокарбонатқа айналдырады:



Содан соң натрий гидрокарбонаты көмір қышқылына нейтралданады



Титрлеу кезіндегі ерітінді әлсіз қышқылды ортада болады. Сол себепті эквиваленттік нүктені анықтау үшін ортаның қышқылдылығы $pH=3,0-4,4$ аралығында қолданылатын индикатор ретінде метилоранжды пайдаланады.

Реактивтер және қондырғылар

Тұз қышқылы, 0,1М.

Натрий тетрабораты $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, 0,1М.

Метилоранж 0,1%-ті ерітінді.

Өлшеуіш колба 100,0 мл, өлшеуіш цилиндр 50 мл, пипетка 10,00 мл, бюретка 25 мл, воронка, колба 250-300 мл.

Жұмыстың орындалуы

1. Тұз қышқылы ерітіндісін стандарттау

Мұқият жуылған бюретканы HCl ертіндісімен алдымен бір рет шайып, толтырамыз. Стандартты бура ерітіндісінен 10,00 мл-лік пипеткамен аликвотты бөлігін алып, көлемі 250-300 мл титрлеу колбасына құйып, үстіне 1 тамшы метилоранж және 15-20 мл дистилденген су қосып, ерітіндінің түсі сары түстен ашық реңді қызғылт-сары түске ауысқанша бюреткадағы тұз қышқылымен титрлейді (куәгер ерітіндінің түсімен салыстыра отырып). Титрлеуді 3 рет қайталайды, өлшеу аралығының көлемі 0,1 мл-ден артық болмау керек. Алынған нәтижелерді пайдаланып HCl концентрациясын есептейді.

Метилоранжбен титрлеу барысында куәгер пайдаланған жөн, яғни куәгер дегеніміз – зерттелетін ерітіндіні қажетті түске дейін титрленуін көрсететін түс. Куәгер ерітіндіні даярлау: 50 мл дистилденген суға 1 тамшы метилоранж және бюреткадан 1 тамшы тұз қышқылының ерітіндісін қосып, қызғылт-сары түс алу.

2. Натрий карбонатын анықтау

100 мл көлемді өлшеуіш колбада берілген зерттелетін ерітіндінің үлгісін дистилденген сумен сұйылтып (көлем таңбасына дейін H_2O дист. құю) араластыру қажет. Сараптауға алынған ерітіндінің аликвоттық бөлігін колбаға алып, үстіне 15-20 мл дистилденген су және 1 тамшы метилоранж тамызып, даярланған HCl-ның ерітіндісімен (куәгер ерітіндінің реңімен

салыстыру арқылы зерттелетін ерітіндінің сары түсті реңі ашық-сарғыш түске ауысқанша) титрлеу керек. Нәтижелерді мына теңдікке салып есептейміз:

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{V(\text{HCl}) \cdot C(\text{HCl}) \cdot M_{\text{экв.}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V_{\text{о.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Натрий карбонатының сулы ерітіндісі неліктен сілтілі?
2. Куәгер дегеніміз не, қалай дайындалады, не үшін қолданылады?
3. Төмендегі шарттар белгілі болған жағдайдағы жұмысшы ерітіндінің молярлы концентрациясын есептеу теңдігін жазып беріңіз а) ерітінді титрі; б) зерттелетін зат бойынша ерітінді титрі.
4. Егер жұмысшы ерітіндінің концентрациясы төмендегі шамалармен берілген жағдайдағы тура титрлеу нәтижелерін есептеу теңдігін келтіріңіз а) эквивалентті молярлы концентрация; б) титр; в) зерттелетін зат бойынша ерітінді титрі
5. Пипеткалау және бөлшектей алынған үлгі әдістерінің маңызын түсіндіріңіз. Осы жағдайда титрлеу нәтижелері қалай есептеледі?

17 - зертханалық жұмыс

Судың карбонатты кермектілігін анықтау

Жұмыстың мақсаты: судың кермектілігін анықтау әдісін үйрену және алынған нәтижелерді өңдеу.

Судың кермектілігі еритін кальций және магний тұздарына негізделген. Кермектіліктің екі түрі бар: уақытша (*карбонатты*) және тұрақты (*карбонатты емес*).

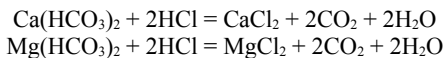
Карбонатты кермектілік судағы кальций және магний гидрокарбонатына байланысты. Бұл кермектілік ерітіндіні қайнатқанда жойылады, яғни кальций гидрокарбонаты ыдырап, кальций карбонаты тұнбаға түседі (магний гидрокарбонаты да ыдырайды, дегенмен MgCO_3 суда ериді).



Карбонатты емес кермектілік кальций мен магнийдің хлоридтері мен сульфаттарынан тұрады; бұл тұздар қайнатқанда ерітіндіде қалады. Суда еритін кальций мен магнийдің жалпы тұздары, құрамындағы аниондарға байланыссыз, судың жалпы кермектілігін береді.

Судың кермектілігі әр мемлекетте әртүрлі белгіленеді. ТМО-да судың кермектілігі кальций мен магний тұздарының миллиграм-эквивалент өлшемімен өлшенеді, яғни ерітіндінің эквивалентті молярлы концентрациясының 1000-ға көбейтіндісін көрсетеді.

Судың карбонатты кермектілігін анықтау үшін судың аликвотты бөлігін жұмысшы тұз қышқылы ерітіндісімен метилоранж қатысында титрлейді. Бұл жағдайда мынадай реакция жүреді:



Әдіс тек қана басқа металдардың гидрокарбонаттары болмаған жағдайда дұрыс орындалады.

Реактивтер және қондырғылар

Тұз қышқылы, 0,1М.

Метилоранж, 0,1%-ті ерітінді.

Пипетка 100,00 мл, өлшеуіш цилиндр 50 мл, бюретка 25 мл, воронка, колба 250-300 мл.

Жұмыстың орындалуы

Өлшеуіш колбада пипеткамен зерттелетін судың 100,00 мл алып, үстіне 2-3 тамшы метилоранж тамызып, даярланған 0,1М HCl-ның ерітіндісімен (куәгер ерітіндінің реңімен салыстыру арқылы зерттелетін ерітіндінің сары түсті реңі ашық-сарғыш түске ауысқанша) титрлеу керек. Алынған нәтижелерді пайдаланып, судың кермектілігін миллиграм-эквивалент өлшемі арқылы есептейді:

$$K = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{V_{\text{al}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Судың кермектілігі дегеніміз не?
2. Кермектіліктің қандай түрлері бар?
3. Қандай кермектілікті қышқылды-негіздік титрлеу арқылы анықтайды?
4. Кермектіліктің өлшем бірлігі қандай?

18 - зертханалық жұмыс

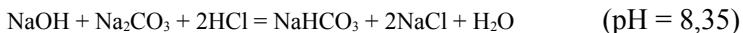
Натрий гидроксиді (NaOH) мен натрий карбонатының (Na₂CO₃) бірге жүргендегі қоспасын анықтау

Жұмыстың мақсаты: екі индикатор қолданылатын титрлеу әдісін үйрену; ерітіндідегі бірге жүрген қоспаларды анықтау теңдіктерімен танысу.

Натрий гидроксиді ауадағы көмірқышқыл газын сіңіру арқылы, біраз уақыт ішінде натрий карбонатына айналады. Сол себепті Na₂CO₃ және NaOH қоспасын анықтау практикада сілтілердің тазалығын тексеруде маңызы зор.

Натрий гидроксиді мен натрий карбонатының бірге жүргендегі қоспасын анықтау Na₂CO₃ титрлеу қисығындағы екі эквивалентті нүктені табу арқылы өрнектеледі. Бірінші эквивалентті нүктедегі рН мәні 8,35-ке тең, сол себепті бірінші эквивалентті нүктеге жету үшін ең қолайлы индикатор - фенолфталеин. Екінші эквивалентті нүктедегі рН мәні ~3,85. Ең ыңғайлы индикатор - метилоранж. Қолданылған индикаторға байланыссыз NaOH толығымен титрленеді.

Сода мен сілтінің тұз қышқылымен титрлену тізбегін мына түрде жүргіземіз:



Сонымен, фенолфталеинмен NaOH толық және Na₂CO₃ жартылай (NaHCO₃ –на дейін) титрленеді, ал метилоранжбен NaHCO₃ көмір қышқылына дейін титрленеді.

Реактивтер және қондырғылар

Тұз қышқылы, стандартты және 0,1М ерітінді.

Фенолфталеин, 65%-ты этанолдағы 1%-ті ерітіндісі.

Метилоранж, 0,1%-ті ерітінді.

Өлшеуіш колба 100,0 мл, өлшеуіш цилиндр 50 мл, пипетка 10,00 мл, бюретка 25 мл, воронка, колба 250-300 мл.

Жұмыстың орындалуы

Бюретканы тазалап жуып, тұз қышқылы ерітіндісінің аз мөлшерімен шайып, нөлге дейін толтырады. Берілген өлшеуіш колбадағы зерттелетін есепті белгіге дейін дистилденген сумен толтырып, мұқият араластырады. Зерттелетін ерітіндінің аликвотты бөлігін пипеткамен алып, көлемі 250-300 мл-к колбаға құяды, 20 мл дистилденген су қосады, 1 тамшы фенолфталеин тамызып, бюреткадағы стандартты тұз қышқылы ерітіндісімен түс бір тамшыдан қызғылттан түссізденгенше титрлейді. Бірінші эквивалентті нүкте анықталған кезде бюреткадан кеткен көлемді $V_1(\text{HCl})$ дәптерге жазып алады. Содан соң колбадағы сол ерітіндіге 1 тамшы метилоранж тамызып, HCl -ның ерітіндісімен (куәгер ерітіндінің реңімен салыстыру арқылы зерттелетін ерітіндінің сары түсті реңі ашық-сарғыш түске ауысқанша) титрлейді, эквивалентті нүктеге жеткен кезде бюреткадан кеткен көлемді $V_2(\text{HCl})$ жазып алады.

Натрийдің карбонаты мен гидроксидінің мөлшерін мына формуламен есептейді:

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{C(\text{HCl}) \cdot 2(V_2 - V_1) \cdot M_{\text{ЭКВ.}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V_{\text{о.к}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}},$$

$$m(\text{NaOH}) = \frac{C(\text{HCl}) \cdot (2V_1 - 2V_2) \cdot M_{\text{ЭКВ.}}(\text{NaOH}) \cdot V_{\text{о.к}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Титрлеу қисығы дегеніміз не? Қышқылды-негіздік титрлеуде титрлеу қисығы қандай координаталарда тұрғызылады?

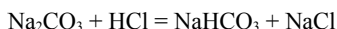
2. Эквивалентті нүкте, бейтарап нүкте және титрлеудің соңғы нүктесі дегеніміз не? Титрлеу секіруі дегеніміз не?
3. Титрлеу қисығына (секіру мәніне, эквивалентті нүктеге) мына факторлар қалай әсер етеді: ерітіндінің концентрациясының өзгеруі, қышқылдың немесе сілтінің диссоциациялану константасы, титрленетін ерітіндінің көлемі, температура?
4. Сілтінің құрамында неліктен карбонат-иондары болады? Құрамында карбонат-иондары жоқ сілтінің дайындалу әдістерін атаңыз.

19 - зертханалық жұмыс

Na₂CO₃ және NaHCO₃ бірге жүргендегі қоспасын анықтау

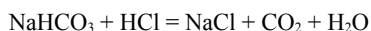
Жұмыстың мақсаты: ерітіндіде қоспалар бірге жүргендегі титрлеу әдісін үйрену, нәтижелерді есептей білу.

Na₂CO₃ және NaHCO₃ бірге жүргендегі қоспасын анықтау сілті мен натрий гидрокарбонат препараттарының тазалығын реттеуде маңызы зор. Әдіс натрий карбонаты мен тұз қышқылы арасындағы реакцияның сатылана жүруіне негізделген. Алдымен төмендегі реакция бойынша HCl жартылай Na₂CO₃ –н нейтралдайды



$$M_{\text{экв.}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 106 \text{ г/моль}$$

Содан соң түзілген натрий гидрокарбонаты тұз қышқылымен әрекеттеседі



$$M_{\text{экв.}}(\text{NaHCO}_3) = 84 \text{ г/моль}$$

Соданың тұз қышқылымен титрлену қисығы екі секіруден тұрады, реакция екі эквивалентті нүктемен сипатталады. Бірінші эквивалентті нүктедегі рН мәні 8,35-ке тең, сол себепті бірінші эквивалентті нүктеге жету үшін ең қолайлы индикатор - фенолфталеин. Екінші эквивалентті нүктедегі рН мәні ~3,85. Ең ыңғайлы индикатор - метилоранж.

Бұл әдістің кемшілігі бірінші эквивалентті нүктенің дәл анықталмайтындығында, титрлеу барысында куәгерді қолдану нәтиженің дәл болуын қамтамасыз етеді. Куәгер ретінде жаңадан әзірленген таза NaHCO_3 ерітіндісі қолданылады.

Реактивтер және қондырғылар

Тұз қышқылы, стандартты және 0,1М ерітінді.

Фенолфталеин, 65%-ты этанолдағы 1%-ті ерітіндісі.

Метилоранж, 0,1%-ті ерітінді.

Өлшеуіш колба 100,0 мл, өлшеуіш цилиндр 50 мл, пипетка 10,00 мл, бюретка 25 мл, воронка, колба 250-300 мл.

Жұмыстың орындалуы

Бюретканы тазалап жуып, тұз қышқылы ерітіндісінің аз мөлшерімен шайып, нөлге дейін толтырады. Берілген өлшеуіш колбадағы зерттелетін есепті белгіге дейін дистилденген сумен толтырып, мұқият араластырады. Зерттелетін ерітіндінің аликвотты бөлігін пипеткамен алып, көлемі 250-300 мл-к колбаға құяды, 20 мл дистилденген су қосады, 1 тамшы фенолфталеин тамызып, бюреткадағы стандартты тұз қышқылы ерітіндісімен түс бір тамшыдан қызғылттан түссізденгенше титрлейді. Бірінші эквивалентті нүкте анықталған кезде бюреткадан кеткен көлемді дәптерге жазып алады. Содан соң колбадағы сол ерітіндіге 1 тамшы метилоранж тамызып, HCl -ның ерітіндісімен (куәгер ерітіндінің реңімен салыстыру арқылы зерттелетін ерітіндінің сары түсті реңі ашық-сарғыш түске ауысқанша) титрлейді, эквивалентті нүктеге жеткен кезде бюреткадан кеткен көлемді жазып алады.

Na_2CO_3 және NaHCO_3 титрлеуге кеткен қышқыл көлемін былай есептейді: фенолфталеинмен кеткен көлем V_1 мл HCl , ал жалпы көлем (фенолфталеинмен және метилоранжбен) V_2 мл-ге тең. Сонда Na_2CO_3 -н NaHCO_3 -на дейін кеткен көлем V_1 мл, ал NaHCO_3 үшін $(V_2 - 2V_1)$ мл қышқыл көлемі жұмсалады.

Сол себепті Na_2CO_3 мөлшері мына формуламен есептеледі

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{C(\text{HCl}) \cdot V_1 \cdot M_{\text{ЭКВ.}}(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V_{\text{О.К.}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}},$$

NaHCO₃ массасы мына формула арқылы табылады

$$m(\text{NaHCO}_3) = \frac{C(\text{HCl}) \cdot (V_2 - 2V_1) \cdot M_{\text{экв}}(\text{NaHCO}_3) \cdot V_{\text{о.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Қышқылды-негіздік титрлеуде соңғы нүктені анықтау әдістерін атаңыз.
2. Қышқылды-негіздік индикаторлар дегеніміз не? Қышқылды-негіздік индикаторлар ретінде қандай қосылыстар пайдаланылады және оларға қойылатын талап?
3. Индикаторлардың ионды, хромформды, ионды-хромформды теорияларының негізін түсіндіріңіз.
4. Индикатор ерітінділерінің тепе-теңдігін қарастырыңыз. Индикатор түсінің өзгеруі дегеніміз не, ол қалай есептеледі? Титрлеу көрсеткіші рТ дегеніміз не?
5. Нейтралдау әдісімен титрлеуде соңғы нүктені анықтау үшін қандай индикатор қолданылады?

20 - зертханалық жұмыс

Фосфор қышқылын анықтау

Жұмыстың мақсаты: фосфор қышқылын екі индикатор арқылы титрленуін анықтау.

Фосфор қышқылы үшнегізді қышқыл. $K_{a1} : K_{a2}$ және $(K_{a2} : K_{a3})$ қатынастары 10^4 артық, сол себепті теория жүзінде сутек иондарының үшеуін де титрлеуге болады. K_3 – мәні өте аз шама болғандықтан практикада тек қана алғашқы екі сутек ионын титрлеуге аламыз, яғни H_3PO_4 және H_2PO_4^- қышқылдары үшін сәйкесінше метилоранж және тимолфталеин индикаторлары қолданылады.

Реагенттер және қондырғылар

Қымыздық қышқылы $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1000М стандартты ерітіндісі.

Натрий гидроксиді NaOH, 0,1М стандартталған ерітінді.

Натрий дигидрофосфаты NaH_2PO_4 , 0,033М ерітінді.

Индикаторлар:

- а) метилоранж, 0,1%-ті сулы ерітінді;
б) тимолфталеин, 90%-тік этанолдағы 0,1 %-ті ерітінді;
в) 65%- тік этанолдағы 0,1 %-ті фенолфталеин ерітіндісі.
Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл;
бюретка; титрлеу колбалары 250-300 мл; воронка.

Жұмыстың орындалуы

1. 0,1 М натрий гидроксидінің ерітіндісін дайындау

Қатты сілтінің үлгісін алып суда еріту арқылы NaOH ерітіндісінің дәл концентрациясын дайындау мүмкін емес, оның себебі сілтінің құрамындағы қоспаларға байланысты, яғни NaOH ауадағы көмір қышқыл газымен әрекеттеседі. Ерітінді дайындау үшін алдын-ала сілтінің үлгісі есептелініп алынады:

$$m(\text{NaOH}) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot M_{\text{э.кв.}}(\text{NaOH})}{1000}$$

Есептеліп алынған сілтінің үлгісін 10% -ке арттырып, техникалық таразыда өлшеп алады. Үлгіні стаканға ауыстырып, дистилденген суда ерітеді.

2. Натрий гидроксиді ерітіндісін қымыздық қышқыл бойынша стандарттау

Мұқият жуылған және титрант ерітіндісімен шайылған бюретканы натрий гидроксиді ерітіндісімен толтырады. Қымыздық қышқылының стандартты ерітіндісінен пипетка арқылы 10,00 мл аликвотты бөлігі колбаға алынады, үстіне 20 мл дистилденген су, 1 тамшы фенолфталеин қосып, NaOH ерітіндісімен 30 секунд ішінде жойылмайтын көзге көрінетін ашық-қызыл түс пайда болғанша титрлейміз. *Есте сақта!* Титрлеу басын ақырын араластыру арқылы тез жүргіземіз, титрлеудің аяғында титрантты 1 тамшылап қосып, баяу титрлейміз. Титрлеуді үш рет жүргізіп, сілті ерітіндісінің концентрациясын есептейміз.

3. Фосфор қышқылын анықтау

H_3PO_4 ерітіндісін H_2PO_4^- -ге дейін титрлеу үшін, фосфор қышқылының 10,00 мл аликвотты бөлігі колбаға алынады, үстіне 20 мл дистилденген су, 1 тамшы метилоранж қосып,

натрий гидроксидінің стандартты ерітіндісімен түс ашық-қызылдан сарғышқа (бледно-оранжевый) ауысқанша титрлейміз. Титрлеуді куәгер арқылы жүргізеді. Куәгер ретінде 0,033М NaH_2PO_4 ерітіндісі алынады. (куәгерді дайындау үшін колбаға өлшеуіш цилиндрмен 40 мл NaH_2PO_4 алып, үстіне 1 тамшы метилоранж қосып араластырады). Алынған нәтижелерді қолдана отырып фосфор қышқылының массасы есептеледі.

H_3PO_4 ерітіндісін HPO_4^{2-} -ге дейін титрлеу үшін, фосфор қышқылының 10,00 мл аликвотты бөлігі колбаға алынады, үстіне 5-7 тамшы тимолфталеин қосып, натрий гидроксидінің стандартты ерітіндісімен ашық-көк түс пайда болғанша титрлейді. H_3PO_4 массасы есептеледі.

Есептеу мына формула арқылы жүргізіледі:

$$m(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot C(\text{NaOH}) \cdot M_{\text{ЭКВ}}(\text{H}_3\text{PO}_4) \cdot V_{\text{о.к}}}{V_{\text{п}} \cdot 1000}$$

Екі титрлеу арқылы алынған фосфор қышқылының нәтижесін салыстырыңыз

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. NaOH ерітіндісін стандарттау үшін қандай тұрақты қосылыстар қолданылады. Бірнеше мысал келтіріңіз. Қосылыспен әрекеттесу теңдеуін жазып, эквивалентті факторларын табыңыз.
2. Титрлеу секіруін байқау үшін қолданылатын қышқыл мен негіздің шекті концентрациялары және диссоциациялау константа мәндері қандай болады?
3. Қышқылдардың қоспасын қандай жағдайда бөлек титрлеу әдісі қолданылады (немесе көпнегізді қышқылды сатылай титрлеу)?
4. Қымыздық, күкірт қышқылдарын сатылай титрлеуге бола ма?
5. Фосфор қышқылын титрлегенде қандай индикатор қолданылады?
6. Фосфор қышқылын титрлегенде эквивалентті нүктені табу үшін рН қалай есептеледі?

Комплексонометрлік титрлеу

21 - зертханалық жұмыс

**Қоспадағы кальций мен магнийді
комплексометрлік әдіспен анықтау**

Жұмыстың мақсаты: комплексометрлік титрлеу әдісі арқылы қоспадағы кальций мен магнийді бірге анықтау.

Титрант ретінде комплексон III ($\text{Na}_2\text{ЭДТА}$) ерітіндісін қолдана отырып кальций мен магнийді бірінен кейін бірін комплексометрлік титрлеу арқылы анықтайды. Ортаның қышқылдылығының әртүрлі мәнінде алдымен кальций, содан соң магний анықталады.

Кальцийді тікелей титрлеу арқылы ортаның қышқылдылығы мәні рН 12,4 - 13,5-те титрлейді. Ерітіндінің рН –ы сілті арқылы орнықтырылады. Бұл жағдайда магний гидроксид күйінде болады. Кальций анықталып болған соң, тұнбадағы магний гидроксидін ерітіндіге ауыстырып, рН 10 мәнінде $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ерітіндісімен титрлеуді жалғастырады.

Реагенттер және қондырғылар

$\text{Na}_2\text{ЭДТА}$, стандартты ерітінді, 0,02М

Калий гидроксиді КОН, 20%-ты ерітінді.

Хлорсутекті қышқыл НСІ, 1:1 қатынасындағы ерітінді.

Аммиак ерітіндісі $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 1:1 қатынасындағы ерітінді.

рН мәні 10-ға тең аммиакты буфер.

Индикаторлар:

Жасыл-малахит, 0,05%-ті ерітінді;

Қара-көк хромы, 0,5%-ті ерітінді.

Сахароза.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеу колбалары 250-300 мл; воронка, универсальды индикатор қағазы.

Жұмыстың орындалуы

1. Кальцийді анықтау

Зерттелетін ерітіндінің аликвотты бөлігіне шпательдің ұшымен құрғақ сахароза қосып, үстіне 1 тамшы жасыл-малахитты индикаторын тамызады да, бюреткадағы 20%-тік КОН ерітіндісін тамшылаты отырып ерітінді түссізденгенше титрлейді, түссізденген ерітіндіге рН 13-14 мәнде болу үшін 5 мл КОН ерітіндісінің артық мөлшерін қосады (рН мәні универсальды индикатор қағазымен тексеріледі). Ерітіндіні жақсылап аралакстырып, 5-10 минутқа қалдырады. Содан соң ерітіндіге 3-5 тамшы қара-көк хром индикаторын қосып, ашық-қызғылт түсті ерітінді алады. Титрант ретінде алынған комплексон ерітіндісімен 1 тамшыдан ашық-қызғылт түс күлгінге ауысқанша титрлейді.

Титрлеу нәтижелері мына формуламен есептеледі:

$$m(\text{Ca}^{2+}) = \frac{C_{\text{ЭДТА}} \cdot V_{\text{ЭДТА}} \cdot M_{\text{Ca}} \cdot V_{\text{о.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{al}}}$$

2. Магнийдің анықталуы

Кальцийді анықтаған колбадағы ерітіндіге бюреткадан (1:1) НСІ ерітіндісін магний гидроксиді ерігенше және ерітіндінің түсі ашық-қызғылтқа ауысқанша тамызады (ерітіндінің рН 6 болу керек, оны универсальды индикатор қағазымен тексеріп отырады). Егерде ортаның қышқылдылығы 6 мәнінен кем болып кетсе, ерітіндіге сұйытылған (1:1) $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ерітіндісін қосу арқылы реттейді. Содан соң зерттелетін ерітінді рН-10 болу үшін 10 мл аммиакты буфер қосып араластырады, 5-10 минутқа қалдырады да, үстіне қара-көк хром индикаторын қосқанда пайда болған ашық-қызғылт түсті комплексон ерітіндісімен 1 тамшыдан көк түске ауысқанша титрлейді.

Магний массасы мына формуламен анықталады:

$$m(\text{Mg}^{2+}) = \frac{C_{\text{ЭДТА}} \cdot V_{\text{ЭДТА}} \cdot M_{\text{Mg}} \cdot V_{\text{о.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{al}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Қандай органикалық қосылыстар комплексондар деп аталады. Комплексон құрамындағы қандай топтар оның химиялық қасиетін көрсетеді?
2. Комплексондардың тұрақтылығын қалай түсіндіресіз?
3. $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ қосылысының графикалық формуласын келтіріңіз, оның дентанттылығы қандай?
4. $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ертіндісі қалай дайындалады? $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ертіндісін стандарттау үшін қандай қосылыстар қолданылады?
5. Судың кермектілігі қандай өлшем бірлігімен өлшенеді? Жалпы, тұрақты және уақытша (карбонатты) кермектілік дегеніміз не? Егер жалпы және тұрақты кермектілік белгілі болса, уақытша кермектілік қалай есептеледі?

22 - зертханалық жұмыс

Қоспадан мыс пен цинкты комплексонометрлік әдіспен анықтау

Жұмыстың мақсаты: бірге жүрген металдарды жасыру әдісі арқылы тікелей комплексонометрлік әдісімен анықтау.

Мыс пен цинктың этилендиаминтетраацетаттарының тұрақты константалар мәні бір-біріне жақын (сәйкесінше $6,3 \cdot 10^{18}$ және $3,3 \cdot 10^{16}$), сол себепті бұл элементтерді бір-бірінен бөлек титрлеу мүмкін емес. Титрлеу сезгіштігін арттыру үшін арнайы индикаторлар да қолдана алмаймыз, себебі бұл элементтерге пайдаланылатын индикаторлар бірдей. Сол себепті, элементтердің ашылуы жасыру әдісі арқылы анықталады. Натрий тиосульфаты екі валентті мысты бір валенттілікке дейін тотықсыздырып әрі ерігіштігі жоғары тұрақты комплекс түзе отырып жасыра алады.

Комплексонометриялық бөлшектей титрлеу әдісі ортаның қышқылдылығы рН 6 мәнінде индикатор ретінде қызғылт-кисленді пайдаланып мыс пен цинктың қосындысын және мысты тиосульфатпен жасырғаннан кейінгі ерітіндінің бір бөлігінен цинкты анықтауға негізделген.

Реагенттер және қондырғылар

Na₂ЭДТА, стандартты ерітіндісі.

pH 6 болатын ацетатты буфер ерітіндісі.

Натрий тиосульфаты, Na₂S₂O₃ · 5H₂O, 10%-ты ерітіндісі.

Қызғылт-кисленді индикатор (КСІ-мен құрғақ қоспасы 1:100 қатынасында).

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеу колбалары 250 – 300 мл; өлшеуіш цилиндрі 5 не 25 мл, воронка.

Жұмыстың орындалуы

1. Мыс пен цинктың қосындысын анықтау. Зерттелетін ерітіндіні 100,0 мл өлшеуіш колбасында сұйылтып, араластырылады. Ерітіндінің аликвотты бөлігін 10,00 немесе 15,00 мл-к пипеткамен титрлейтін колбаға ауыстырады, үстіне 20 мл су, 5 мл буферлі ерітінді және шпатель ұшымен қызғылт-кисленді индикатор қосады. Ерітіндіні 50-60°С температурасында қыздырып, ыстық ерітіндіні стандартты Na₂ЭДТА ерітіндісімен түс күлгіннен көкке, содан соң жасылға ауысқанша титрлейді. Титрлеу аяғында титрантты тамшылата қосып, мұқият араластыру қажет.

2. Цинкты анықтау. Зерттелетін ерітіндінің аликвотты бөлігін 10,00 немесе 15,00 мл-к пипеткамен титрлейтін колбаға ауыстырады, үстіне 10 мл су, 5 мл буфер ерітіндісі, 2 мл натрий тиосульфаты және шпатель ұшымен қызғылт-кисленді индикатор қосады. Ерітіндіні стандартты Na₂ЭДТА ерітіндісімен түс қызылдан сарыға ауысқанша титрлейді.

3. Мысты анықтау. Мысты титрлеуге кеткен Na₂ЭДТА көлемі, натрий тиосульфаты қатысында және қатыспаған Na₂ЭДТА ерітіндісінің көлемдерінің айырымына тең. Берілген есептегі мыстың және цинктың массасын есептеңіздер.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Na₂ЭДТА ерітіндісімен титрлеу үшін құрамында анықталатын ион бар ерітіндіге неге буфер қосылады?
2. Комплексонометрлік титрлеудегі комплекс түзуші мен лиганданың эквивалентті факторлары нешеге тең.

3. Комплексонометрлік титрлеу арқылы қандай иондар қышқылды және сілтілі ортада анықталады? Мысал келтіріңіз.
4. Комплексонометрлік титрлеу қисықтары қандай координаталарда тұрғызылады? Титрлеу қисығының мәні қандай факторларға тәуелді
5. $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ комплексінің стехиометриясы қандай? Екі және үшвалентті металл иондарының $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ерітіндісімен комплекстерінің графикалық формуласын келтіріңіз.

23 - зертханалық жұмыс

Кері титрлеу әдісі арқылы алюминийді комплексонометрлік анықтау

Жұмыстың мақсаты: алюминийді комплексонометрлік титрлеу арқылы кері титрлеу әдісін үйрену.

Алюминий иондары $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ерітіндісімен компоненттердің 1:1 қатынасында тұрақты комплекс түзеді және тұрақты константасы $1,14 \cdot 10^{16}$ тең. Алюминий иондарының $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ерітіндісімен толық әрекеттесуі рН 4 – 5 аралығында жүреді, дегенмен бұл ортаның қышқылдылығында алюминий гидролизденеді де, $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ -мен реакциясы баяу жүреді. Сол себепті алюминийді комплексонометриялық тікелей титрлеу мүмкін емес.

Әдістің маңызы құрамында алюминий иондары бар ерітіндіге стандартты $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ерітіндісінің артық мөлшерін қосу арқылы, алюминий иондарын комплексонатқа түзуге негізделген. Артық қалған $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ мөлшерін ортаның қышқылдылығы рН 4,5 - 5,0 аралығында стандартты цинк ацетатымен индикатор ретінде қызғылт-кисленді пайдаланып титрлейді.

Реагенттер және қондырғылар

$\text{Na}_2\text{ЭДТА}$, стандартты ерітінді, 0,02 М.

Цинк ацетаты $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, стандартты ерітінді, 0,05 М.

рН 5-ке тең ацетатты буфер ерітіндісі.

Қызғылт-кисленді индикатор (КСІ-мен құрғақ қоспасы 1:100 қатынасында).

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеу колбалары 250 – 300 мл; өлшеуіш цилиндрі 5 не 25 мл, воронка.

Жұмыстың орындалуы

Құрамында алюминий бар зерттелетін ерітіндіні 100,0 мл өлшеуіш колбасында сұйылтып, араластырылады. Ерітіндінің аликвотты бөлігін 10,00 немесе 15,00 мл-к пипеткамен титрлейтін колбаға ауыстырады, үстіне бюреткадан дәл есептелген $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ерітіндісінің екі еселенген көлемін қосады. Содан соң рН 5,0-ке тең ацетатты буфердің 5 мл қосып 5-10 минутқа қалдырады, үстіне шпатель ұшымен қызғылт-кисленді индикатор қосады, бұл кезде ерітінді түсі ашық-сары болады. Комплексонның артық мөлшерін стандартты цинк ацетаты ерітіндісімен түс қызылға ауысқанша титрлейді.

Алюминий мөлшері мына теңдікпен есептеледі:

$$m(\text{Al}) = \frac{(C_{\text{ЭДТА}} \cdot V_{\text{ЭДТА}} - C_{\text{ZnAc}_2} \cdot V_{\text{ZnAc}_2}) \cdot M_{\text{Al}} \cdot V_{\text{о.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{al}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Комплексонометрлік титрлеудің соңғы нүктесін анықтау әдістерін атаңыз.
2. Металхромды индикатор дегеніміз не? Белгілі металхромды индикаторларға мысал келтіріңіз. Оларға қойылатын талаптарды жазыңыз?
3. Комплексонометрлік титрлеуде қолданылатын металиндикаторлар қалай таңдалады. Ерітіндідегі металхромды индикатордың тепе-теңдік теңдеуін жазыңыз.
4. Қандай жағдайда комплексонометрлік кері титрлеу әдісі қолданылады. Мысал келтіріңіз.
5. Алюминийді $\text{Na}_2\text{ЭДТА}$ ерітіндісімен титрлеу қандай жағдайда өтеді? Кері титрлеудің маңызы неде.

6. Егер стандартты ерітінділердің өлшем бірліктері төмендегі жағдайда болса, кері титрлеу нәтижесі қалай есептеледі: а) эквивалентті молярлы концентрация; б) титр?

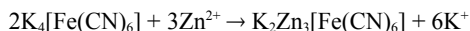
Тұндырып титрлеу

24 - зертханалық жұмыс

Тұндыру әдісі арқылы цинкты анықтау

Жұмыстың мақсаты: біріншілік және екіншілік стандартты ерітінділерінің дайындалуын пысықтау; титрлеуге индикаторлардың ішкі және сыртқы әсерін оқып білу.

Бейтарап немесе қышқыл ортада цинк иондары $K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісімен әрекеттеседі және аз еритін қостұз түзеді:



$$M_{\text{экв.}}(K_4[Fe(CN)_6]) = 1/3 M(K_4[Fe(CN)_6]);$$

$$M_{\text{экв.}}(ZnSO_4) = 1/2M(ZnSO_4); \quad M_{\text{экв.}}(Zn) = 1/2M(Zn)$$

Реагенттер және қондырғылар

Металды цинк.

Цинк сульфаты $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$.

Калий гексацианферраты (II) $K_4[Fe(CN)_6]$.

Күкірт қышқылы, концентрациялары әртүрлі ерітінді 3М, 2М, 1М.

Аммоний сульфаты $(NH_4)_2SO_4$, 50%-тік ерітінді.

Калий гексацианферраты (III) $K_3[Fe(CN)_6]$, 10%-тік ерітінді

Индикатор - дифениламин, концентрлі күкірт қышқылындағы 1%-ті ерітіндісі.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; колба 250 мл; бюретка; титрлеу колбалары 250-300 мл; воронка, өлшеуіш цилиндрлері 10, 25 және 50 мл.

Аналитикалық, техникалық таразылар.

Жұмыстың орындалуы

1. Цинк сульфатының стандартты ерітіндісін дайындау:

а) металл цинктан

Көлемі 100,0 мл ерітіндіде концентрациясы $C(1/2Zn) = 0,05$ М болатын ерітінді дайындау үшін металл цинк үлгісінің массасы мына теңдік арқылы табылады:

$$m(Zn) = \frac{V_{\text{о.к.}} \cdot C(1/2Zn) \cdot M_{\text{экв.}}(Zn)}{1000} = \frac{100,0 \cdot 0,05 \cdot 65,38}{1000} = 0,1634\text{г}$$

Есептеліп алынған үлгіні аналитикалық таразыда өлшеп, металл цинкты 25 мл 2М H_2SO_4 ерітіндісінде ерітеміз. Ерітіндіні көлемі 100,0 мл колбаға ауыстырып, белгіге дейін толтырып, араластырамыз. Үлгінің алынған массасы бойынша ерітіндінің концентрациясын табамыз.

б) $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ тұзынан

Көлемі 100,0 мл ерітіндіде концентрациясы $C(1/2Zn) = 0,05$ М болатын ерітінді дайындау үшін $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ кристалгидрат үлгісінің массасы мына теңдік арқылы есептеледі:

$$m(ZnSO_4 \cdot 7H_2O) = \frac{V_{\text{о.к.}} \cdot C(1/2Zn) \cdot M_{\text{экв.}}(ZnSO_4 \cdot 7H_2O)}{1000} \\ = \frac{100,0 \cdot 0,05 \cdot 287,38 \cdot 1/2}{1000} = 0,7185\text{г}$$

Есептеліп алынған тұздың үлгісін аналитикалық таразыда өлшеп, 10 мл 1М H_2SO_4 ерітіндісінде ерітеміз. Ерітіндіні көлемі 100,0 мл колбаға ауыстырып, белгіге дейін толтырып, араластырамыз. Үлгінің алынған массасы бойынша ерітіндінің концентрациясы табылады.

2. $K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісін дайындау

Көлемі 250,0 мл ерітіндіде концентрациясы $C(1/3K_4[Fe(CN)_6]) = 0,05$ моль/л болатын ерітінді дайындау үшін $K_4[Fe(CN)_6]$ үлгісінің массасы мына теңдік арқылы есептеледі:

$$m(K_4[Fe(CN)_6]) = \frac{V_{\text{о.к.}} \cdot C(1/3K_4[Fe(CN)_6]) \cdot M_{\text{экв.}}(K_4[Fe(CN)_6])}{1000}$$

Алдын-ала есептеліп алынған $K_4[Fe(CN)_6]$ тұзының мөлшерін техникалық таразыда өлшеп, колбаға ауыстырып, дистилденген

сумен сұйылтып, араластырады. Ерітіндінің концентрациясы жуықтап дайындалады.

3. $K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісінің дәл концентрациясын анықтау

Цинк сульфатының аликвотты бөлігіне 50 мл H_2O , 10 мл 50%-тік $(NH_4)_2SO_4$ ерітіндісі, 20 мл 3М H_2SO_4 (немесе 30 мл 2М H_2SO_4) қосылып, 50-60 °С температурада қыздырылады. Ерітіндіге 3-5 тамшы 10%-тік $K_3[Fe(CN)_6]$ және 2-3 тамшы дифениламин индикаторы қосылып, бюреткадағы $K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісімен түс күлгіннен ашық жасыл-көкке ауысқанша титрленеді. Әрбір $K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісінің тамшысынан кейін жақсы араластыра отырып, эквивалентті нүкте алдында титрлеу баяу жүргізіледі.

4. Зерттелетін ерітіндіден Zn^{2+} ионын анықтау

Өлшеуіш колбада берілген есепті дистилденген сумен белгіге дейін толтырып, араластырады. Анықталатын цинк сульфатының аликвотты бөлігін $K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісімен жоғарыда аталған әдіс бойынша титрлейді.

Есептегі цинк мөлшері мына теңдік арқылы табылады:

$$m(Zn) = \frac{C(1/3K_4[Fe(CN)_6]) \cdot V(K_4[Fe(CN)_6]) \cdot M_{эKB.}(Zn) \cdot V_{o.K.}}{1000 \cdot V_{al}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Тұндырып титрлеу реакцияларына қойылатын талаптарды атаңыз.
2. Тұндырып титрлеу әдісіндегі титрлеу қисығы қандай координаталарда тұрғызылады?
3. Титрлеудегі секіру мәні немен анықталады? Ерітіндінің температурасы, K_s^0 , иондық күші және концентрациясы секіру мәніне қалай әсер етеді?
4. Гексацианферратметрияның маңызы неде? Қолданылатын жұмысшы ерітіндіні, индикаторларды атаңыз. Цинкты анықтаудың негізгі теңдеулерін жазыңыз.
5. $K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісі қалай дайындалады және оның молярлы эквивалентті концентрациясы қалай анықталады?

6. Қандай ортада цинкты тұндырып анықтағанда қателік аз болады а) әлсіз қышқыл орта, б) бейтарап орта, в) сілтілі орта? Неліктен?
7. Цинкты калий феррацианидімен анықтағанда дифениламин индикаторының маңызы қандай?

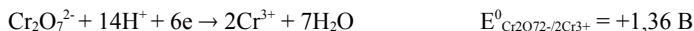
Тотығу-тотықсыздану титрлеу

25 - зертханалық жұмыс

Темірді дихроматометрлік әдісімен анықтау

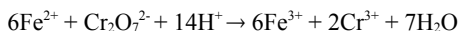
Жұмыстың мақсаты: біріншілік стандартты $K_2Cr_2O_7$ ерітіндісін дайындау және темірді дихроматометрлік әдісімен анықтау.

Әдістің негізі зерттелетін заттың тотығуына және титрант ретінде қолданылатын калий дихроматының үшвалентті хромға дейін тотықсыздануына негізделген:



сол себепті, $M_{эқв.}(K_2Cr_2O_7) = 1/6 M(K_2Cr_2O_7) = 49,03 \text{ г/моль}$.

Темірді анықтау оны алдын-ала металл цинк көмегімен Fe(III)-ден Fe(II)-ге дейін тотықсыздануы арқылы жүреді және Fe^{2+} ионын стандартты $K_2Cr_2O_7$ ерітіндісімен дифениламин индикаторы қолданыла отырып қышқыл қоспа ($H_3PO_4 + H_2SO_4$) қатысында титрлейді:



Реагенттер және қондырғылар

Калий дихроматы $K_2Cr_2O_7$.

Индикатор – дифениламин $(C_6H_5)_2NH$, концентрлі күкірт қышқылындағы 1%-ті ерітіндісі.

Металды цинк.

Тұз қышқылы HCl (1:1).

Кноп қоспасы ($H_3PO_4 + H_2SO_4$).

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; колба 250 мл; бюретка; титрлеу колбалары 250-300 мл; воронка, өлшеуіш цилиндрлері 10, 25 және 50 мл.

Аналитикалық, техникалық таразылар.

Жұмыстың орындалуы

1. Калий дихромат ерітіндісін дайындау

Көлемі 250,0 мл колбада молярлы эквивалентті концентрациясы 0,02-0,03 М $K_2Cr_2O_7$ ерітіндісін дайындау үшін үлгінің массасын есептеп алады да, оны аналитикалық таразыда өлшеп, бюкстан воронка арқылы ауыстырып, сұйылтады. Алдымен колбадағы үлгіні судың аз мөлшерінде ерітіп алып, содан соң белгіге дейін дистилденген сумен толтырып, мұқият араластырады. Алынған ерітіндінің молярлы эквивалентті концентрациясын есептейді:

$$C(1/6)K_2Cr_2O_7 = \frac{m(K_2Cr_2O_7) \cdot 1000}{M_{\text{э.кв.}}(K_2Cr_2O_7) \cdot V_{\text{о.к.}}}$$

2. Зерттелетін ерітіндіден темірді анықтау

Құрамында Fe^{3+} ионы зерттелетін ерітіндіні көлемі 100,0 мл колбада сұйылтып, араластырады. Ерітіндінің аликвотты бөлігін пипетка арқылы титрлеу жүргізетін колбаға құйып, колбаны ақырын ғана еңкейте отырып, ішіне 4-5 түйіршік металл цинктан салады, оның үстіне 5-6 мл HCl (1:1) қосып, колбаның бетін воронкамен жабады (ерітінді шашырамау үшін) және сары түс толығымен жойылғанша қыздырады. Түстің жойылуы $Fe(III)$ -ден $Fe(II)$ -ге дейін тотықсызданғандығын көрсетеді (CSN^- иондарымен сапалық реакциясы арқылы тексеріледі).

Егерде цинк толығымен еріп кетіп, ал ерітінді түсі өзгермесе цинк түйіршіктерінің тағы да бірнешеуі салынады. Ал егер ерітінді цинк қостұзының түзілуі арқылы лайланса, ерітіндіге HCl қосылады.

Ерітінді толық түссізденгеннен кейін воронкадағы сұйықтық тамшыларын колбаға ауыстырып, воронка алынып, ерітінді суытылады. Декантациялау арқылы цинк бар колбадағы ерітіндіні басқа колбаға бірнеше рет шая (жуу) отырып ауыстырады. Алынған ерітіндіге 10-15 мл Кнопп қоспасы және 1-2 тамшы дифениламин қосылады (*артық болмау керек! Егер индикатор концентрациясы жоғары болып, қышқылдылық*

жеткіліксіз болса немесе титрлеу жай орындалса, ол химиялық өзгеріске ұшырап, қажетті күлгін-көк түстің орнына жасыл түс алынады). Колбадағы ерітіндіні стандартты $K_2Cr_2O_7$ ерітіндісімен тұрақты күлгін-көк түс алынғанша титрлейді.

Өзіндік бақылау сұрақтары

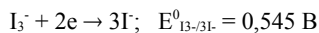
1. Дихроматометрлік әдісте біріншілік стандартты ерітінді ретінде не қолданылады, жартылай реакция теңдеуіне мысал келтіріңіз, эквиваленттік факторын есептеңіз. Әдісте неліктен титрлеу қышқыл ортада жүргізіледі?
2. Кнопп қоспасындағы компоненттерді атаңыз, олардың Fe(II)-ді дихроматометрлік әдіспен анықтау барысындағы әсерін түсіндіріңіз.
3. Fe(II)-ді дихроматометрлік әдіспен анықтау барысындағы нәтижелерді есептеу теңдіктерін жазыңыз.
4. Темірді дихроматометрлік әдіспен анықтауда қандай индикатор қолданылады, формуласын келтіріңіз.
5. Үшвалентті темірді тотықсыздандыру үшін қандай тотықсыздандырғыштар қолданылады, реакция теңдеуін жазыңыз.

26 - зертханалық жұмыс

Мысты иодометрлік әдіспен анықтау

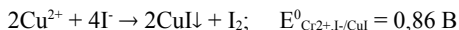
Жұмыстың мақсаты: орын ауыстыру әдісі арқылы калий дихроматы бойынша натрий тиосульфат ерітіндісін стандарттау, мысты иодометрлік әдіс арқылы титрлеу.

Иодометрлік титрлеу әдісі мына теңдеулер арқылы орындалады:



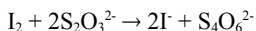
Иод күші жағынан орташа тотықтырғыш болып есептеледі, сол себепті берілген жүйе тотықтырғыштарды да, тотықсыздандырғыштарды да анықтауға жарамды. Индикатор ретінде крахмал қолданылады, оны ерітіндідегі иодтың негізгі мөлшері титрленіп болған соң қосады.

Мыстың иодометрлік титрлеу әдісі мына реакцияға байланысты:



Реакция толығымен орындалу үшін орта әлсіз қышқылды болу керек және иодидтің артық мөлшері алынады.

Бөлінген иод мөлшері мыстың мөлшеріне эквивалентті болады. Бөлінген иодты натрий тиосульфат $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісімен титрлейді:



Реагенттер және қондырғылар

Калий дихроматы $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, стандартты ерітіндісі.

Күкірт қышқылы H_2SO_4 1М ерітіндісі.

Калий иодиді KI , 20%-ты ерітіндісі.

Тұз қышқылы HCl (1:1);

Жаңадан дайындалған крахмал, 1,5%-ты ерітінді.

Натрий тиосульфаты $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,05М ерітіндісі.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеуге арналған колбалар 250-300 мл; воронка, өлшеуіш цилиндр.

Жұмыстың орындалуы

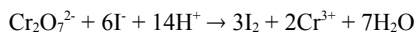
1. Жұмысшы натрий тиосульфат ерітіндісін дайындау

Натрий тиосульфатын тұрақты қосылыс ретінде пайдалануға болмайтындықтан, оның дәл үлгі массасы арқылы ерітінді дайындай алмаймыз. Натрий тиосульфат ерітіндісінің концентрациясы дайындалғаннан кейін 10 күннен кейін ғана тұрақталады. Бірнеше күнгі уақыт аралығында $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісінің титрі жүйелі түрде тексеріледі.

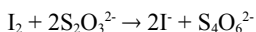
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісінің дәл титрін анықтау үшін калий дихроматы қолданылады.

2. Жұмысшы натрий тиосульфат ерітіндісінің титрін анықтау

Тиосульфат ерітіндісін тікелей калий дихроматымен титрлеуге болмайды, себебі ол барлық күшті тотықтырғыштармен стехиометриялы емес әрекеттеседі. Сол себепті орын ауыстыру әдісі қолданылады және алдымен стехиометриялы реакция пайдаланылады:



Дихромат мөлшеріне эквивалентті бөлінген иодты тиосульфатпен титрлейді:



Титрлеу жүргізетін колбаға өлшеуіш цилиндрмен 5-10 мл 20%-ты калий иодиді және 10-15 мл 1М күкірт қышқылы қосылады. Алынған қоспаға пипеткамен 10,00 мл $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ерітіндісінің аликвотты бөлігі алынып, бетін шыны ыдыспен жауып, яғни реакция аяғына дейін орындалып және иод ұшып кетпеу үшін қараңғы жерге 5 минутқа қалдырады. Содан соң колба бетіндегі шыны ыдысты алып, дистилденген сумен шайып, 50 мл дистилденген су қосып, алдымен индикаторсыз натрий тиосульфат ерітіндісімен титрлейді. Ерітіндінің түсі қоңыр-сұрдан ашық сарыға ауысқан кезде (қамыс түстес) үстіне 2 мл крахмал қосып, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісінің бір тамшысынан көк түс ашық жасылға ауысқанша титрлеуді жалғастырады. Соңғы тамшыларды ақырын тамызып, үнемі араластырып отыру керек.

Дегенмен де $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ мен $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ бір-бірімен әрекеттеспесе де, олардың мөлшерлері бір-біріне эквивалентті. $C_1V_1 = C_2V_2$ формуласын қолдана отырып, натрий тиосульфат ерітіндісінің концентрациясы табылады.

3. Зерттелетін ерітіндіден мысты анықтау

Зерттелетін ерітіндіні 100,00 мл өлшеуіш колбада белгіге дейін сұйылтып, араластырады. Титрлеу жүргізетін колбаға өлшеуіш цилиндрмен 5-10 мл 20%-ты калий иодиді және 10-15 мл 1М күкірт қышқылы және пипеткамен мыс ерітіндісінің аликвотты бөлігі қосылады. Колбаның бетін шыны ыдыспен жауып, яғни реакция аяғына дейін орындалу үшін қараңғы жерге 5 минутқа қалдырады. Содан соң колба бетіндегі шыны

ыдысты алып, дистилденген сумен шайып, натрий тиосульфат ерітіндісімен титрлейді, титрлеуді ерітіндінің түсі қоңыр-сұрдан ашық сарыға ауысқан кезде (қамыс түстес) тоқтатып, үстіне 2 мл крахмал қосып, титрлеуді жалғастырады. Көк түс $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісінің бір тамшысынан жоғалып, бірнеше минут қайта пайда болмау керек (ерітіндідегі CuI тұнбасы титрлеу аяғында ашық сұрғылт түсте болу керек). Соңғы тамшыларды ақырын тамызып, үнемі араластырып отыру керек.

Ерітіндідегі мыс мөлшері мына теңдіктен табылады:

$$m(\text{Cu}) = \frac{C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M_{\text{экв.}}(\text{Cu}) \cdot V_{\text{о.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Неліктен натрий тиосульфат ерітіндісін бірден қолдануға болмайды?
2. Сақтау барысында $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ерітіндісінің концентрациясы қалай өзгереді?
3. Натрий тиосульфат ерітіндісін дайындау ерекшелігін және сақталу жағдайын атаңыз.
4. Натрий тиосульфат ерітіндісін тұрақтандыру үшін қандай әдістер қолданылады?
5. Неліктен I_2/I^- жүйесі тотықтырғыштарды және тотықсыздандырғыштарды анықтау үшін қолданылады?
6. Иодометрия әдісінде қолданылатын біріншілік стандартты ерітінділерді атаңыз, олардың эквивалентті факторларын көрсетіп, жартылай химиялық реакцияларын жазыңыз.
7. Натрий тиосульфатын стандарттау үшін қолданылатын реакцияларды жазыңыз.
8. Калий бихроматын пайдалану арқылы натрий тиосульфат ерітіндісінің концентрациясы неліктен жанама әдісімен анықталады?
9. Иодометрлік титрлеу қандай жағдайларда орындалады (температура, қышқылдылық және т.б.)?
10. Иодометрия әдісінде қандай индикатор қолданылады? Неліктен крахмал индикаторы титрлеу соңында қосылады?

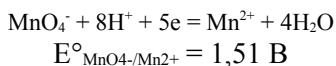
11. Cu(II) ионының иодометрлік әдіспен анықталу жағдайларын түсіндіріңіз
12. Cu(II) ионының иодометрлік анықталу әдісінде не себепті калий иодидінің артық мөлшері алынады?

27 - зертханалық жұмыс

Темірдің перманганатометрлік әдіспен анықталуы

Жұмыстың мақсаты: темірді перманганометрлік титрлеу әдісімен анықтау. Түсті титрантты қолдану әдістерімен танысу, индикаторсыз титрлеуді жүргізу.

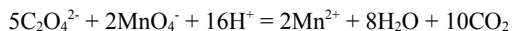
Күшті қышқыл ортада перманганат ионы Mn(II) ионына дейін тотықсызданып, жоғары тотығу-тотықсыздану потенциалына ие болады, сол себепті оны көптеген тотықсыздандырғыштарды анықтауда:



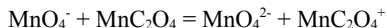
Перманганатпен титрлеу барысында индикатор қолданылмайды, себебі реагенттің өзі түсті, әрі сезімтал, сол себепті оны индикатор ретінде қолдануға болады: 0,01М KMnO₄ ерітіндісінің 0,1 мл-і көлемі 100 мл суды ашық-қызғылт түске бояйды.

Әдетте KMnO₄ ерітіндісінің құрамында марганец (IV) оксидінің қоспасы болады және KMnO₄ ерітіндісінің концентрациясы сақтау барысында өзгеріп отырады. Сол себепті калий перманганатының дәл концентрациясы үлгі массасы арқылы дайындалмайды. Ерітіндінің концентрациясын қымыздық қышқылы немесе натрий оксалаты арқылы анықтайды.

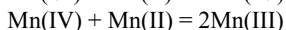
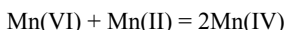
Оксалат ионы мен перманганат иондары арасындағы реакция күрделі және шамамен мына теңдеумен өрнектеледі:



Дегенмен реакция бірнеше сатыдан тұрады және реакция басталу үшін ерітіндіде Mn²⁺ болуы тиіс:



Қышқыл ортада манганат-ионы тез диспропорцияланады:



Марганец (III) иондары мынадай оксалатты комплекс түзеді $\text{Mn}(\text{C}_2\text{O}_4)_n^{(3-2n)+}$, ол ақырын Mn(II) және CO_2 -ге ыдырайды. Ақырында, ерітіндіде қажетті мөлшерде марганец (II) ионы жинақталғанша, MnO_4^- және $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ иондары арасындағы реакция өте баяу жүреді. Соңында ерітіндіде марганец (II) ион мәні қажетті мөлшерге жеткенде, реакция үлкен жылдамдықпен жүреді.

Реагенттер және қондырғылар

Калий перманганаты, KMnO_4 , 0,05 М (1/5 KMnO_4) ерітінді.

Күкірт қышқылы, H_2SO_4 , 2М ерітінді.

Тұз қышқылы, HCl (1:1) қатынасындағы ерітінді.

Натрий оксалаты, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 0,0500 М (1/2 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) стандартты ерітінді.

Қалайы (II) хлориді, SnCl_2 ертінді тұз қышқылында дайындалған.

Сынап (II) хлориді, HgCl_2 .

Рейнгард-Циммерман қоспасы.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеуге арналған колбалар 250-300 мл; воронка, өлшеуіш цилиндр.

Жұмыстың орындалуы

1. Натрий оксалаты ерітіндісі бойынша калий перманганатын стандарттау

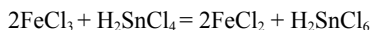
Бюретканы калий перманганат ерітіндісімен толтырып, жоғарғы мениск бойынша нөлге келтіреді. Көлемі 250 мл титрлеу колбасына өлшеуіш цилиндрмен 20 мл 2М H_2SO_4 ерітіндісін қосып, 80–90 °С температурада қыздырады. Ерітіндіні қайнатуға болмайды, себебі қымыздық қышқылы ыдырап кетуі мүмкін. Ыстық ерітіндіге пипеткамен стандартты натрий оксалатының 10,00 мл аликвотты бөлігін қосады.

Ерітіндіні калий перманганат ерітіндісімен титрлейді, титрлеу барысында KMnO_4 ерітіндісінің тамшысы толығымен түссізденгенше ақырын титрлейді. Ерітіндінің түссізденуі басында баяу жүреді, титрлеу соңында реакция жылдамдығы артады. Реакцияның аяқталғанын 30 секунд ішінде жойылмайтын ашық-қызғылт түс пайда болуынан байқайды.

Бюреткадан кеткен көлемді жазып алып, KMnO_4 ерітіндісінің эквивалентті молярлы концентрациясын табады.

Темірді анықтау

Перманганометрлік титрлеуді бастамас бұрын Fe^{3+} ионын Fe^{2+} ионға дейін тотықсыздандыру қажет. Тотықсыздандырғыш ретінде SnCl_2 қолданылады. Процесс қышқыл ортада мына теңдік арқылы жүреді:



Берілген есептің аликвотты бөлігіне 10 мл HCl (1:1) қосылып, қыздырылады. Ыстық ерітіндіге тамшылата отырып SnCl_2 ерітіндісі сары түс, яғни Fe(III) ерітіндісінің тұзының түсі жойылғанша қосылады. Ерітіндіні суытып, 1-2 тамшы SnCl_2 ерітіндісін қосып, дистилденген сумен 100 мл көлемге дейін сұйылтады. SnCl_2 ерітіндісінің артық мөлшерін жою үшін HgCl_2 ерітіндісін ақ түсті лай пайда болғанша қосады.

Содан соң ерітіндіге 25-30 мл Рейнгардт-Циммерман коспасын қосып, калий перманганат ерітіндісімен 30 секунд ішінде жойылмайтын ашық-қызғылт түс пайда болғанша титрлейді. Темірдің массасын мына формуламен анықтайды:

$$m_{\text{Fe}} = \frac{C_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot \overset{\cdot}{\text{Э}}_{\text{Fe}} \cdot V_{\text{о.к.}}}{1000 \cdot V_{\text{ал}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Перманганометрия әдісінде қолданылатын біріншілік стандартты ерітінділерді атаңыз, олардың эквивалентті факторларын көрсетіп, жартылай химиялық реакцияларын жазыңыз.

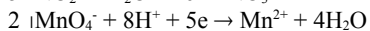
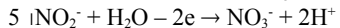
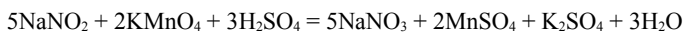
2. KMnO_4 стандартты ерітіндісін үлгінің дәл массасы арқылы дайындауға бола ма?
3. Калий перманганат ерітіндісінің не себептен тұрақсыз екенін түсіндіріңіз, қажетті теңдеулерді жазып, ерітіндіні тұрақтандыру үшін қолданылатын қосылыстарды атаңыз?
4. Перманганат-ионымен оксалат-иондары арасындағы әрекеттесу тізбегін жазыңыз, неліктен реакция автокаталитикалық деп аталады? Натрий оксалатын калий перманганат KMnO_4 ерітіндісімен титрлеу кезіндегі жағдайларды атап, түсіндіріңіз.
5. Натрий оксалатын титрлеу кезінде не себепті алғашқы тамшылар баяу түссізденеді. Процесті қалай жылдамдатуға болады?
6. Үшвалентті темірді тотықсыздандыру үшін қандай тотықсыздандырғыштар қолданылады, реакция теңдеуін жазыңыз.
7. «Қорғаушы» қоспа Рейнгард-Циммерман құрамындағы компонентерді атаңыз және темірді перманганометрлік әдіспен анықтағанда қоспаның әсерін түсіндіріңіз.

28 - зертханалық жұмыс

Кері титрлеу әдісі арқылы нитрит-иондарын анықтау

Жұмыстың мақсаты: кері титрлеу әдісімен нитрит-иондарын анықтау.

Әдіс калий перманганатымен нитрит иондарының нитрат иондарына дейін тотықтыру реакциясына негізделген:



$$M_{\text{экв.}}(\text{NO}_2^-) = 1/2 M(\text{NO}_2^-) = 23 \text{ г/моль.}$$

Ерітінді міндетті түрде қышқыл ортада болу керек, себебі сілтілі немесе бейтарап ортада перманганат нитрит иондарына әсер ете алмайды. Және де нитрит ерітіндісін қышқылдауға болмайды, себебі ұшқыш NO және NO_2 оксидтері түзіледі. Сол

себепті калий перманганат ерітіндісін қышқылдап, оның артық алынған белгілі көлеміне қажетті мөлшердегі натрий нитритінің аликвотты бөлігі қосылады. Реакция баяу жүреді, реакция аяқталған соң қоспаға калий иодидінің артық мөлшері қосылады, калий перманганатының артық мөлшері эквивалентті түрде бос иодты бөліп шығарады. Бөлінген иодты натрий тиосульфатымен титрлейді.

Реагенттер және қондырғылар

Калий перманганаты, $KMnO_4$, 0,05M (1/5 $KMnO_4$).

Натрий тиосульфаты, $Na_2S_2O_3$, 0,05M стандартты ерітінді.

Күкірт қышқылы, H_2SO_4 , 1M ерітінді.

Калий иодиді, KI , 20%-ты ерітінді.

Жаңадан дайындалған 1,5%-ты крахмал ерітіндісі.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипеткалар 10,00 немесе 20,00 мл; бюретка; титрлеуге арналған колбалар 250-300 мл; воронка, өлшеуіш цилиндрлері 10, 25 және 100 мл.

Жұмыстың орындалуы

Титрлеуге арналған колбаға мұқият есептелген калий перманганатының екі еселенген көлеміне (берілген есептің аликвотты бөлігіне байланысты) 15 мл 1M H_2SO_4 қосып, үстіне пипеткамен $NaNO_2$ ерітіндісінің аликвотты мөлшері қосылады. Реакция толығымен аяғына дейін жүру үшін 10 минут ішінде ақырын қозғап тұру керек. Сосын $KMnO_4$ ерітіндісінің артық мөлшері бар зерттелетін ерітіндіге 15 мл 20 %-ты KI ерітіндісі қосылады, қоспаны араластырып, 5 минутқа қалдырады. Ерітіндіні көлемі 100 мл дистилденген сумен сұйылтып, бөлінген иодты $Na_2S_2O_3$ ерітіндісімен түс ашық сарыға ауысқанша титрлейді. Сосын 2 мл крахмал қосып, ерітіндінің түсі түссізденгенше титрлеуді жалғастырады. Ерітіндідегі NO_2^- массасы мына теңдікпен есептеледі:

$$m_{NO_2} = \frac{(C_{1/5 KMnO_4} \cdot V_{KMnO_4} - C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3}) \cdot M_{эқв.NO_2} \cdot V_{о.к.}}{1000 \cdot V_{ал}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Неліктен перманганометрлік әдіс қышқыл ортада жүреді?
2. Неліктен перманганометрлік әдісте ерітіндіні қышқылдау үшін HCl немесе HNO_3 қышқылдары емес, H_2SO_4 ерітіндісі қолданылады?
3. Перманганометрлік әдісте эквивалентті нүкте қалай анықталады?
4. Не себепті нитрит иондарын анықтау үшін орын ауыстыру және кері титрлеу әдістері қолданылады?
5. Нитрит иондарын титрлеу барысындағы барлық теңдеулерді жазыңыз.

Талдаудың физика-химиялық әдістері

29 - зертханалық жұмыс

Техникалық үлгідегі нитратты анықтау

Жұмыстың мақсаты: ионселективті электродты пайдалану арқылы тікелей потенциометрия әдісімен танысу. Градуирлеу графигін тұрғызу үшін сұйылту әдісі арқылы салыстыру үлгілерін дайындап үйрену.

Техникалық үлгідегі нитрат иондарын анықтау күрделі аналитикалық мәселе және ұзақ уақытты талап етеді. Әдісте сезгіштігі жоғары болып келетін мембраналы элементі бар ионселективті электродты пайдалану қойылған мақсатты тез әрі дұрыс шешілуіне ықпал етеді.

Реагенттер және қондырғылар

Натрий нитраты, NaNO_3 , техникалық препарат.

Калий нитраты, KNO_3 , х.т немесе х.т.т. квалификациялы.

Калий сульфаты, K_2SO_4 , 1М ерітінді.

Өлшеуіш колбалар көлемі 100,0 мл; пипеткалар көлемі 10,0 мл.

Техникалық және аналитикалық таразылар. Индикаторлы ионселективті электрод (алдын-ала дайындалған), салыстырмалы күмісхлоридті электрод, иономер.

Жұмыстың орындалуы

KNO_3 тұзының дәл массасы арқылы концентрациясы 0,100 М болатын стандартты ерітінді дайындалады. Сұйылту әдісін қолдана отырып көлемі 100,0 мл өлшем колбаларында концентрациясы 10^{-2} - 10^{-5} М аралығын қамтитын калий нитратының стандартты ерітіндісінің серияларын дайындайды. Нитрат-селективті электрод нитрат иондарының концентрациясын емес, активтілігін өлшеуге негізделгендіктен ерітіндінің иондық күші тұрақты болатындай етіп дайындау керек. Сол себепті стандартты ерітінділер 1М K_2SO_4 ерітіндісінің қатысында (фон) дайындалады. Зерттелетін ерітіндіні де калий сульфаты қатысында дайындайды.

Ионселективті электродтармен жұмыс жасау барысында мына жағдайларды ескерген жөн:

1) Мембрананың беткі қабатымен сұйытылған ерітінділердің арасындағы тепе-теңдік баяу орнығады, сол себепті өлшеуге уақыт ұзағырақ кетеді, әйтпесе өлшеу нәтижелері қате болуы мүмкін.

2) Өлшеу жүргізбес бұрын электродтарды дистилденген сумен жуып алған дұрыс.

Өлшемес бұрын электродтарды дистилденген сумен мұқият жуып, потенциометриялық ұяшық стаканына стандартты ерітінділерді құяды. (*Стандартты ерітінділерді өлшеу кезінде сұйытылған ерітіндіден концентрлі ерітіндіге қарай ретімен құю керек*). Электродты зерттелетін ерітіндіге батырып, нитрат-селективті және салыстырмалы электродтан тұратын элементтің ЭҚК тіркейді. Келесі ерітіндіні өлшеу алдында өлшенетін ерітіндінің аз мөлшерімен электродтарды шайып тұрады.

Алынған нәтижелерді пайдалана отырып, мына координаталарда $E = f(-\lg C_{\text{NO}_3^-})$ градуирлеу графигін тұрғызады.

Құрамында нитрат мөлшерін ($\approx 0,1000$ г) анықтайтын техникалық үлгінің сынамасын аналитикалық таразыда өлшеп алып, көлемі 100,0 мл өлшем колбасына ауыстырып, үстіне белгіге дейін 1М K_2SO_4 ерітіндісімен толтырады. Зерттелетін ерітіндінің ЭҚК элементін өлшейді.

Градуирлеу графигін пайдалана отырып, зерттелеін ерітіндіден нитрат мөлшерін анықтайды. Техникалық үлгідегі нитраттың (%) пайыздық мөлшерін мына теңдікпен есептейді:

$$\omega(\text{NO}_3^-) = \frac{C(\text{NO}_3^-) \cdot V_{\text{о.к.}} \cdot M(\text{NO}_3^-) \cdot 100\%}{1000 \cdot m_{\text{сынама}}}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Ерітіндідегі компоненттің концентрациясы мен потенциалы арасындағы байланысты көрсететін теңдеуді жазыңыз?
2. Тікелей потенциометрия әдісінің маңызы неде ?
3. Қандай электродтар I ретті және II ретті болып бөлінеді? Мысал келтіріңіз.

4. Индикаторлы және салыстырмалы электродтар дегеніміз не?
5. Мембранды (ионселективті) электродтың құрылысы қандай?
6. Ионселективті электродтар үшін мембрананың қандай түрлері қолданылады? Мембраналарға қойылатын талап?
7. Сұйық және қатты мембраналы ионселективті электродтардың айырмашылығы және құрылысы қандай?

30 - зертханалық жұмыс

Натрий карбонаты мен сілті қоспасын потенциометрлік титрлеу

Жұмыстың мақсаты: қышқылды-негіздік потенциометрлік титрлеу әдісімен танысу. Интегральды және дифференциальды титрлеу қисығы бойынша титрлеудің соңғы нүктесін анықтау.

Қышқылды-негіздік титрлеу барысындағы реакция арқылы ерітіндінің қышқылдылығы рН өзгереді.

Сілті мен натрий карбонатын потенциометрлік титрлеуде индикаторлы электрод ретінде шыны электрод қолданылады, ол мембранды ионселективті электрод қатарына жатады. (*Мембрана жұқа шыныдан дайындалған, сол себепті жұмыс барысында өте ұқыпты болу керек!*). Салыстырмалы электрод ретінде күмісхлоридті электрод пайдаланылады.

Ерітіндінің рН мәні өзгеруі арқылы алынған нәтижені пайдалана отырып титрлеу қисығы тұрғызылады және эквиваленттік нүкте табылады.

Реагенттер және қондырғылар:

0,1 М HCl-дың стандартты ерітіндісі .

65%-ты этанолдағы 1%-ты фенолфталеин ерітіндісі.

0,1%-ты метилоранж ерітіндісі.

Шыны индикаторлы электрод; қаныққан күмісхлоридті салыстырмалы электрод; рН-метр; магнитті араластырғыш (мешалка).

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 мл; бюретка; титрлеуге арналған стакан 200 мл, сүзгі (фильтр) қағазы.

Жұмыстың орындалуы

Электродтарды иономерге жалғастырып, электродтарды дистилденген сумен жуып, сүзгі қағазы көмегімен құрғатамыз.

Құрамында NaOH және Na₂CO₃ қоспасы бар зерттелетін үлгіні көлемі 100,0 мл өлшеуіш колбада белгіге дейін сұйылтып, араластырамыз. Титрлеу жүргізілетін стаканға зерттелетін ерітіндінің аликвотты бөлігін алып, үстіне 20-30 мл су қосамыз. Дайын болған ерітінді үстіне электродтарды батырамыз. Титрант ретінде HCl ерітіндісі пайдаланылады, осы ерітіндімен бюретканы толтырамыз және бюретканы стаканға ыңғайлап, ерітінді жан-жаққа шашырамайтындай етіп орнатамыз.

Стакандағы араластырғышты (мешалка) қосып, алғашқы ерітіндінің рН-н жазып аламыз да, 1 тамшы фенолфталеин қосып, титрлейміз. Реагенттің әрбір тамшысынан кейін рН-тың өзгерісін бақылап, жазып отырады (кесте бойынша). Алдымен реагентті үлкен мөлшерде (1-2 мл) қосып, эквивалентті нүктеге жақындаған кезде тамшылата 0,1 мл-ден қосады және реагенттің келесі мөлшерін ерітіндінің рН-ы тұрақталмағанша қоспайды. (30 секунд ішінде 0,05 бірліктен аспау керек). Фенолфталеин түсі түссізденгеннен кейін 2 тамшы метилоранж қосады да, титрлеуді жалғастырады. Екінші эквивалентті нүктеге жеткен соң, титранттың 3-4 мл артық мөлшері кеткенше титрлейді. Екі индикатордың түсі өзгерген кездегі титрант көлемдерін жазып алады.

Титрлеу қисығын дифференциальды және интегральды түрде тұрғызады. Титрлеудің соңғы нүктелерін анықтайды. *Потенциометриялық және көзбен шолу әдістері арқылы табылған нәтижелерді салыстырыңыз.*

Титрлеу қисығын дифференциальды түрде тұрғызу үшін мына қатынастар есептеледі $\frac{\Delta pH}{\Delta V}$, мұндағы $\Delta pH = pH_2 - pH_1$ – екі өлшем аралығындағы рН айырмашылықтары; $\Delta V = V_1 - V_2$ – pH_1 және pH_2 мәндеріне сәйкес келетін титрант көлемдерінің айырмашылығы. Алынған нәтижелерді кестеге толтырады. Дифференциальды қисықты мына координаталар бойынша

орнатады $\frac{\Delta pH}{\Delta V} = f(V)$. Зерттелетін ерітіндіні титрлеуге кеткен көлемді табады.

Есептегі NaOH және Na₂CO₃ құрамдарын анықтайды.

Кесте. Потенциометриялық титрлеу нәтижелерін тіркейтін сызбанұсқа

Титрант көлемі, мл	pH	ΔpH	ΔV	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
-----------------------	----	-----	----	------------------------------

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Қандай индикаторлы электродтар түрлері қышқылды-негізді потенциометрлік титрлеуде қолданылады?
2. Шыны және күмісхлоридті электродтардың құрылысы мен маңыздылығы қандай?
3. Тікелей және жанама потенциометрия әдістерінің айырмашылықтары? Жанама потенциометрияның артықшылығы неде?
4. Потенциометрлік титрлеу қисықтары қандай координаталарда тұрғызылады?
5. Қышқылды-негізді потенциометрлік титрлеу қисықтар түрлері қандай?
6. Потенциометрлік титрлеу қисығындағы эквивалентті нүкте қалай анықталады?

31 - зертханалық жұмыс

Калий феррацианидмен цинкты амперметрлік әдіспен титрлеу

Жұмыстың мақсаты: амперметрлік титрлеу әдісінің принциптерімен танысу, амперметрлік титрлеу қисықтарын тұрғызу және интерпретациялау.

Калий феррацианиді платиналы микроэлектродта тотығады да, белгілі потенциалдар айырымында тұрақты диффузионды ток береді. Сол себепті калий феррацианид ерітіндісін цинкты

амперметрлік титрлеуде қолдануға болады және ол металмен аз еритін қосылыс түзеді $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$. Цинк катионы электродтың анодты поляризациясында электродты реакция бермейді, сондықтан эквиваленттік нүктеге жеткенше ток күшінің өзгерісі байқалмайды, дегенмен реагенттің артық мөлшері қосылған соң ток күші калий феррацианид ерітіндісінің концентрациясына пропорциональды өседі.

Реагенттер және қондырғылар:

Калий феррацианиді, 0,01 М стандартты ерітіндісі.

Натрий ацетаты, CH_3COONa , 1М ерітінді.

Азот қышқылы, 1:1 қатынасындағы ерітінді.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеуге арналған стакан 200 мл.

Аккумулятор; реостат; вольтметр; гальванометр ($10^{-6}A$) немесе микроамперметр; күмісхлоридті электрод; платиналы микроэлектрод; бюретка, магнитті араластырғыш (мешалка).

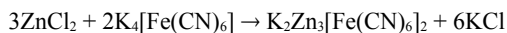
Жұмыстың орындалуы

Амперметрлік титрлеу сызбанұсқасын жинайды. Стаканға зерттелетін ерітіндінің құрамында 0,5 тен 5,0 мг цинк бар ерітіндіні құямыз; оны магнитті араластырғышқа орнатамыз. Стаканға индикаторлы платина және күмісхлоридті электродтарды салып, үстіне 1М CH_3COONa ерітіндісін электродтар ерітіндіге толық батырылғанша қосамыз. Жұмыс алдында платина электрод бетін (1:1) қатынасындағы азот қышқылы ерітіндісімен тазалап, дистилденген сумен шаямыз.

Бюретканы титрант ерітіндісімен толтырамыз. Цинкты калий феррацианид ерітіндісімен ішкі ЭҚК= +0,8 В мәнінде титрлейміз (күмісхлоридті электрод бойынша).

$K_4[Fe(CN)_6]$ ерітіндісін 0,2-0,5 мл-ден қосамыз. Титранттың әрбір мөлшері қосылған сайын гальванометр арқылы диффузионды ток күшінің өзгерісін жазып отырады. Алдымен ток күші тұрақты болып келеді де, эквивалентті нүктеге жеткен соң арта бастайды. Алынған нәтижелерді қолдана отырып титрлеу қисығын мына тәуелділікте тұрғызады $I_{\text{дифф.}} = f(V_{\text{титрант}})$. Титрлеудің соңғы нүктесін қисықтың бір-бірімен қиылысқан

жерін экстраполяциялау арқылы анықтайды. Зерттелетін ерітінді құрамындағы цинкты төмендегі реакцияны пайдалана отырып есептейді:



Цинк мөлшерін мына теңдіктен табады:

$$m_{\text{Zn}} = \frac{C_{\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]} \cdot V_{\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]} \cdot M_{\text{экв.}}(\text{Zn})}{1000}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Амперметрлік титрлеудің маңызы неде?
2. Амперметрлік титрлеудегі индикаторлы электрод, потенциалдар айырымын қолдану және титрлеу шартын таңдау принциптерін түсіндіріңіз.
3. Амперметрлік титрлеудегі қисықтың түрлері қандай?
4. Егерде төмендегі шарттар электроактивті болса амперметрлік титрлеу қисығының түрі қандай болады: а) тек титрант ғана ; б) тек титрленетін қосылыс?

32 - зертханалық жұмыс

Мысты амперметрлік әдіспен анықтау

Жұмыстың мақсаты: платиналы микроэлектродтағы ЭҚК қатысынсыз мысты амперметрлік әдіспен анықтау.

Мысты анықтау мыс пен иодид иондары арасындағы реакцияға негізделген. Бөлінген иодты тиосульфат ерітіндісімен титрлейді. Бос иод $E = 0,53$ В потенциал мәнінде платина электрод бетінде оңай тотықсызданады. Салыстырмалы каломельді электрод қолданылады, анықтау ішкі ЭҚК мәні қосылмай табылады.

Реагенттер және қондырғылар

Натрий тиосульфаты, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,02М стандартты ерітіндісі.

Күкірт қышқылы, H_2SO_4 , 2М ерітінді.

Калий иодиді, KI, 20 %-ты ерітінді.

Азот қышқылы, 1:1 қатынасындағы ерітінді.

Өлшеуіш колба 100,0 мл; пипетка 10,00 немесе 15,00 мл; бюретка; титрлеу стаканы.

Вольтметр; гальванометр (10^{-6} А) немесе микроамперметр; каломельды электрод; платиналы микроэлектрод; бюретка, магнитті араластырғыш (мешалка).

Жұмыстың орындалуы

Өлшем колбада зерттелетін мыс сульфаты ерітіндісін дистилденген сумен сұйылтып, белгіге дейін толтырып, араластырамыз. Берілген есептің аликвотты бөлігін титрлеу жүргізетін стаканға құйып, қондырғы тізбегін іске қосамыз. Осы жағдайда гальванометр тілі ерітіндідегі мыс концентрациясына байланысты ауытқиды, катодта мыстың тотықсыздану процесі жүреді. Ерітіндіні аздап қышқылдап (3 мл 2М H_2SO_4) және оның үстіне 3-5 мл 20 %-ты калий иодидін қосамыз. Осы кезде диффузионды ток күші бірден кемиді, гальванометр тілі солға ауытқиды, кейде тіпті нөлдік деңгейді көрсетеді. Содан соң уақыт өте ерітіндіде тотықсыздану процесі арқылы бос иодтың бөлінуіне қарай ток күші мәні өсе бастайды.

Гальванометр тілінің максимальды ауытқуын күтеміз, содан соң 0,02М стандартты натрий тиосульфатымен титрлеуді бастаймыз. Ток күшінің мәні ақырындап кемиді де, титрлеудің аяғында нөл мәніне жетеді. Титранттың қосылуына қарай ток күшінің өзгеру нәтижелерін мына координаталар бойынша тұрғызады $I(\text{мА}) - V_{\text{титранта}}$ (мл) және қисықтардың қиылысу нүктесі арқылы титрлеудің соңғы нүктесі анықталады.

Мыс мөлшері мына теңдікпен есептеледі:

$$m(\text{Cu}) = \frac{C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M_{\text{экв.}}(\text{Cu})}{1000}$$

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Амперметрлік титрлеу әдісінде реакциялардың қандай түрлері қолданылады?
2. Төмендегі жағдайлар орындалғанда амперметрлік титрлеу қисығы қандай түрде болады: а) зерттелетін заттың ток күші өзгеруі арқылы титрлеу; б) реакцияның өнімінің ток күші

өзгеруі арқылы титрлеу; в) егерде зерттелетін зат және титрант бірдей потенциалдар айырымында тотықсызданатын болса.

3. Амперметрлік титрлеу әдісінің артықшылығы мен кемшілігі?
4. Неліктен мысты амперметрлік титрлеуді ЭҚК қатысынсыз жүргізеді?

Фотоколориметрлік талдау

33 - зертханалық жұмыс

Темірді (III) сульфосалицил қышқылы қатысында фотометрлік әдіспен анықтау

Жұмыстың мақсаты: фотоэлектрколориметрде жұмыс жасап үйрену; градуирлеу график әдісі арқылы Fe^{3+} құрамын анықтау.

Темір (III) сульфосалицил қышқылымен (2-окси-5-сульфобензолды) ерітіндінің қышқылдылығына байланысты бірнеше комплексті қосылыстыр түзеді. Егер рН 1,8-2,5 аралығында болса қызыл-күлгін түсті катионды комплекс түзіледі, оның жұтылу жолағы сәйкесінше $\lambda_{max} = 510$ нм және $\epsilon_{max} = 1,8 \cdot 10^3$ мәндері арқылы өрнектеледі. Ортаның рН-ы артқан сайын, яғни 4,0-8,0 аралығында – ерітіндінің түсі қоңыр-қызыл түске ауысады, бұл жағдайда анионды био-комплекс түзіледі. Сілтілі ортада ($9 < \text{pH} < 11,5$) жұтылу жолағы $\lambda_{max} = 416$ нм және $\epsilon_{max} = 5,8 \cdot 10^3$ мәндеріне сәйкес келетін сары түсті комплекс түзіледі. Ал егер рН > 12 мәнінен артса комплекс ыдырап, темір гидроксиді тұнбаға түседі.

Молекулярлы абсорбциялы талдау практикасында қышқыл және сілті ортасында түзілетін комплекстер қолданылады.

Реагенттер және қондырғылар

0,1 мг/мл концентрациялы темірдің стандартты ерітіндісі
Сульфосалицил қышқылы, 10 %-ты ерітіндісі.
Массалық үлесі 10% болатын аммиак ерітіндісі.

Ацетатты буфер ерітіндісі (рН = 5)
 Өлшеуіш колбалар 50,0 мл, өлшеуіш цилиндр 10 мл,
 градуирленген пипетка 5,00 мл, сүзгі қағаз.
 КФК-2 маркалы фотоэлектрколориметр, кюветалар 20 мм.

Жұмыстың орындалуы

1. Градуирлеу графигін тұрғызу

1 нұсқа	2 нұсқа
<p><i>Сілтілі орта.</i> Құрамында Fe^{3+} концентрациясы 0,05-0,50 мг болатын стандартты ерітінділер сериясын дайындайды. Ол үшін көлемі 50 мл-лік 6 өлшем колбасына пипеткамен 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; және 5,0 мл концентрациясы 0,1 мг/мл Fe^{3+}-дің стандартты ерітіндісінен құяды. Әрбір колбаға 5 мл сульфосалицил қышқыл ерітіндісін қосады және 5 мл аммиак қосып, дистилденген сумен сұйылту арқылы белгіге дейін толтырып, араластырады.</p>	<p><i>Қышқыл орта.</i> Құрамында Fe^{3+} концентрациясы 0,05-0,50 мг болатын стандартты ерітінділер сериясын дайындайды. Ол үшін көлемі 50 мл-лік 6 өлшем колбасына пипеткамен 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; және 5,0 мл концентрациясы 0,1 мг/мл Fe^{3+}-дің стандартты ерітіндісінен құяды. Әрбір колбаға 5 мл сульфосалицил қышқыл ерітіндісін қосады және ерітіндінің түсі өзгергенше рН 5-ке тең буфер ерітіндісін қосады және оның үстіне буфердің 2-3 мл артық мөлшерін қосып, дистилденген сумен сұйылту арқылы белгіге дейін толтырып, араластырады.</p>

Стандартты ерітіндідегі Fe^{3+} концентрациясын ($c_{ст}$) мына теңдік арқылы есептейді:

$$C_{баст} \cdot V_{баст} = c_{ст} \cdot V_{ст}$$

Стандартты ерітінділердің оптикалық тығыздығын өлшемес бұрын спектральды сипаттаманы оқып үйрену үшін 4-ші

ерітіндіні мысал етіп алып, өлшем жүргізеді. Бір кюветаны ($l = 20$ мм) зерттелетін ерітіндімен, екіншісін – бос немесе нөлдік ерітіндімен (холостой) толтырады. Кюветаларды алдын-ала зерттелетін ерітіндімен шайып, сосын ғана белгіге дейін толтыру керек. Кюветалардың сыртқы бетін, әсіресе жарық өтетін қабырғасын сүзгі қағазбен құрғата отырып, мұқияттап сүртеді. Боялған түсті ерітінділердің оптикалық тығыздығын әртүрлі жарық сүзгілерінде (светофильтр) кезекпен өлшеп алады. Өлшеудің нәтижелерін кестеге толтырады.

Толқын ұзындығы, нм	315	340	400	440	490	540
A						

Оптикалық тығыздық пен толқын ұзындығына $A = f(\lambda)$ байланысты график тұрғызып, қажетті жарық сүзгісін таңдап алады. Ерітіндінің жарықты максимальды сіңірілуіне кеткен толқын ұзындығы ең ықтималды болып табылады. Алынған нәтижелер бойынша темір сульфосалицилат ерітіндісі үшін қажетті жарық сүзгісін қолданады.

Таңдалған жарық сүзгісінде және 20 мм кюветада дайындалған 5 стандартты ерітіндінің оптикалық тығыздығы өлшенеді. Салыстыру ерітіндісі ретінде нөлдік ерітіндіні қолданады.

Өлшеу нәтижелерін мынадай кестеге толтырады.

Ерітіндідегі Fe^{3+} концентрациясы, мг/мл					
Оптикалық тығыздық A					

Градуирлеу графигін мына координаталарда тұрғызады: оптикалық тығыздық – Fe^{3+} концентрациясы, мг/мл.

2. Белгісіз ерітіндіні талдау.

Құрамында Fe^{3+} концентрациясы белгісіз бақылау ерітіндісін талдау үшін градуирлеу графигіне дайындалған стандартты ерітінділер әдістемесі қолданылады. Боялған ерітінділердің тығыздығын өлшеу жоғарыдағыдай жағдайда

өткізіледі. Градуирлеу графигі бойынша оптикалық тығыздығына байланысты белгісіз ерітіндінің концентрациясы табылады.

Бақылау ерітіндісіндегі Fe^{3+} мөлшері (m , мг) мына теңдікпен есептеледі:

$$m = c_x \cdot V,$$

мұндағы c_x – градуирлеу графигінен табылған ерітінді концентрациясы, мг/мл; V – колба көлемі, мл.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Фотометрлік талдау әдісі неге негізделген?
2. Негізгі жарық жұту заңы қандай анықтамамен және графикалық интерпретациялаумен түсіндіріледі?
3. Жарық жұтудың молярлы коэффициентінің сипаттамасы қандай және оның физикалық мәні неде?
4. Спектр сіңіру мәнін қандай координаталарда көрсетуге болады?
5. Негізгі жарық жұту заңдылығының талаптары қандай және одан қандай ауықушылықтар болуы мүмкін?
6. Жарық жұту талдау әдісінде қолданылатын қондырғылардың негізгі түйіндерін (узлы) атаңыз. Әрбір түйіннің мағынасын ашыңыз?

34 - зертханалық жұмыс

Бірге жүрген марганец пен хромды фотометрлік анықтау

Жұмыстың мақсаты: ерітіндіде бірге жүрген екі компонентті фотометрлік әдіспен анықтау.

MnO_4^- ионының максимальды жарық жұту аумағы - 500-550 нм, ал $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ионының бұл аумақта спектрі байқалмайды. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ерітіндісінің түсі және соған сәйкес оның жарық жұтылуы ортаның қышқылдылығына байланысты. $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ионының максимальды жарық жұту аумағы - 430 нм. MnO_4^- ионы бұл аумақта біршама жарық жұтып, хромды фотометрлік әдіспен тікелей анықтауға кедергі жасайды.

Анықтауды былай жүргізеді: алдымен MnO_4^- ионының оптикалық тығыздығы мен Mn(VII) концентрациясына байланысты толқын ұзындықтары $\lambda = 550$ нм және $\lambda = 430$ нм-де градуирлеу графигін тұрғызады. Содан соң $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ионының оптикалық тығыздығы мен Cr(VI) концентрациясына байланысты толқын ұзындығы $\lambda = 430$ нм-де градуирлеу графигін тұрғызады. Зерттелетін ерітіндінің оптикалық тығыздығын екі толқын ұзындығында өлшеп алады (550 нм және 430 нм). Толқын ұзындығы $\lambda = 550$ нм градуирлеу графигінен Mn(VII) құрамын анықтайды. Ал $\lambda = 430$ нм-де оптикалық тығыздық хром мен марганецтің тығыздықтарының қосындысын береді. Ерітіндідегі марганец құрамын біле отырып, толқын ұзындығы $\lambda = 430$ нм –де оның оптикалық тығыздығын табады (градуирлеу графигі бойынша). Тығыздықтардың қосындысынан марганецтің тығыздығын алып тастау арқылы хромның оптикалық тығыздығын табады. Хромның градуирлеу графигінен оның құрамын анықтайды.

Реактивтер және қондырғылар

Құрамында марганец концентрациясы 0,1 мг/мл болатын калий перманганатының стандартты ерітіндісі.

Құрамында хром концентрациясы 1,0 мг/мл болатын калий бихроматының стандартты ерітіндісі.

Күкірт қышқылы, H_2SO_4 1:1 қатынасындағы ерітінді.

Өлшеуіш колбалар 50,0 мл (13 дана), өлшеуіш цилиндр 10 мл, градуирленген пипетка 5,00 мл, сүзгі қағаз.

КФК-2 маркалы фотоэлектрколориметр, кюветалар 10 мм.

Жұмыстың орындалуы

Градуирлеу тәуелділігін тұрғызу үшін MnO_4^- ($T_{\text{Mn}} = 0,1$ мг/мл) және $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ($T_{\text{Cr}} = 1,0$ мг/мл) иондарының стандартты ерітінділері пайдаланылады. Көлемі 50,0 мл өлшеуіш колбаларына сәйкесінше марганец үшін 0,1 - 0,5 мг және хром үшін 1,0 - 5,0 мг (әрқайсысына 5 колбадан) болатын етіп ерітінділерді қосады, үстіне 5 мл 1:1 қатынасындағы күкірт қышқылын құяды. Ерітінділерді суытып, дистилденген сумен белгіге дейін сұйылтып, араластырады. Толқын ұзындығы $\lambda =$

550 нм және 430 нм-де Mn(VII)-ң оптикалық тығыздығын өлшейді, ал толқын ұзындығы $\lambda = 430$ нм-де Cr(VI) тығыздығы өлшенеді ($l = 10$ мм). Градуирлеу тәуелділігін тұрғызады.

Құрамында марганец және хром бар зерттелетін ерітіндіге 5 мл 1:1 қатынасындағы күкірт қышқылын қосып, ерітіндіні суытып, дистилденген сумен белгіге дейін сұйылтып, араластырады. Толқын ұзындығы $\lambda = 550$ нм және 430 нм-де оптикалық тығыздықты өлшейді. Марганец пен хром мөлшерін анықтайды.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Фотометриядағы градуирлеу графигінің маңызы неде?
2. Градуирлеу графигін тұрғызу талаптары және оның сандық анықтау орындалуы қандай?
3. Оптикалық тығыздық мәнінің ең ықтималды аумағы қандай және себебі неде?
4. Нөлдік ерітінді («холостой») ретінде үнемі суды қолдануға бола ма?
5. Нөлдік тәжірибе «холостой опыт» дегеніміз не және ол қалай орындалады? Оның мәні градуирлеу графигіне қалай әсер етеді?

35 - зертханалық жұмыс

Ерітіндідегі металдарды атомды-абсорбциялық әдіспен анықтау

Жұмыстың мақсаты: AAS-1 маркалы атомды-абсорбциялы спектретрияда жұмыс жасап үйрену; градуирлеу графигі әдісі бойынша металдарды анықтау; алынған нәтижелерді өңдеу.

Әдіс катодты шырақтан алынған спектральды сызықтарының резонансты шашырауынан туындаған пропан-ауа жалынын метал атомдарының сіңіруіне негізделген.

Реактивтер және қондырғылар

Концентрациясы 1 мг/мл болатын мыстың стандартты ерітіндісі.

Концентрациясы 0,1 мг/мл болатын никельдің стандартты ерітіндісі.

Концентрациясы 0,1 мг/мл болатын темірдің стандартты ерітіндісі.

Сыйымдылығы 100,0 мл өлшеуіш колбалар, пипеткалар 5,0 немесе 10,0 мл.

Жанарғысы бар ААС-1 маркалы атомды-абсорбциялы спектрометр.

Атомизатор: пропан – ауа жалыны.

Катодты шырақ.

Жұмыстың орындалуы

1. Жұмысшы стандартты концентрациясы 100 мкг/мл мыс ерітіндісін дайындау.

Концентрациясы 1 мг/мл болатын мыстың стандартты ерітіндісінен 10,00 мл аликвотты бөлігін сыйымдылығы 100,0 мл өлшеуіш колбасына алып, белгіге дейін дистилденген сумен сұйылтып, араластырамыз.

2. Градуирлеу графигін тұрғызу үшін стандартты ерітінділерді дайындау

Құрамында металдың концентрациясы 1, 2, 3, 5 және 8 мкг/мл болатын 5 стандартты ерітінділер сериясын дайындайды. Ол үшін көлемі 100 мл-лік өлшем колбасына пипеткамен сәйкесінше 1,00; 2,00; 3,00; 5,00 және 8,00 мл стандартты жұмысшы ($C = 100$ мкг/мл) ерітіндісінен құйып, белгіге дейін дистилденген сумен сұйылтып, араластырамыз.

3. Градуирлеу графигін тұрғызу.

Қондырғыны электр көзіне қосып, катодты шырақты жұмысшы қалпына келтіріп, жүйенің 10-15 минут қызуын күтеді.

Кесте – Резонансты сызықтардың толқын ұзындығы және катодты шырақтықтың максималды ток күші

Анықталатын элемент	Резонансты сызықтардың толқын ұзындығы, нм	Максималды ток күші, мА
Cu	324,7	20
Fe	248,3	20
Ni	232,0	20

Стандартты ерітінділердің абсорбциялау өлшемін жүргізгеннен кейін адсорбция – металл концентрациясы (мкг/мл) координатасында градуирлеу графигін тұрғызады.

4. Ерітіндідегі металдардың құрамын анықтау.

Зерттелетін ерітіндіні өлшем колбасында сұйылтып, дистилденген сумен белгіге дейін толтырып, араластырамыз. Жоғарыдағы жағдайдай стандартты ерітінділерді анықтау әдісі бойынша зерттелетін ерітіндіні фотометрлейміз. Градуирлеу графигінен 100 мл ерітіндідегі металдың құрамын табамыз.

Өзіндік бақылау сұрақтары

1. Атомды спектроскопия әдісінің маңыздылығы неде? Атомды спектроскопия әдісінің негізінде қандай физикалық процесстер орындалады?
2. Атомды эмиссионды және абсорбционды әдістер айырмашылығы неде?
3. Атом спектрлері қандай себептерден туындайды?
4. Атомды эмиссионды және атомды абсорбциялық спектроскопия талдау әдісінде қандай жанарғы қоспалары қолданылады?
5. Атомизатор дегеніміз не? Абсорбционды спектроскопияда атомизатордың рөлі қандай?
6. Атомды спектроскопия әдісінде шашырау қарқындылығы қалай есепке алынады?
7. Атомды-абсорбционды спектроскопия әдісінің ең ықтималды сезгіштігін қандай қондырғы орындай алады?
8. Абсорбционды спектроскопияда аналитикалық белгі ретінде қандай шама қолданылады?

Қосымша

АНАЛИТИКАЛЫҚ ТАРАЗЫНЫ ҚОЛДАНУ ЕРЕЖЕСІ

1. Өлшем жүргізер алдында таразының нөлдік нүктесін келтіру керек.
2. Өлшенетін затты және гирлерді таразының ыдысына жабық арретир жағдайында алып-салу керек.
3. Гирлер таразының оң жағына салынады және оларды тек қана пинцетпен ұстау керек.
4. Өлшенетін затты бірден таразының ыдысына салуға болмайды. Заттар құрғақ әрі таза ыдыста болу керек (бюкс, тигль, заттық шыны). Ұшқыш және гигроскопиялық заттар жабық ыдыста сақталуы жөн.
5. Өлшенетін зат пен таразы орналасқан ауаның температурасы бірдей болу керек (жылы заттарды өлшеуге болмайды!).
6. Өлшем жүргізу барысында таразының әйнектері жабық болуы тиіс.
7. Талдау барысындағы барлық өлшемдер бір таразыда орындалуы тиіс.
8. Таразыны тазалықта ұстап, шашыраған заттарды арнайы щеткамен тазарту керек.
9. Өлшенетін заттың салмағы таразыда көрсетілген жүйе салмағынан артық болмау керек.

АНАЛИТИКАЛЫҚ ХИМИЯ ЗЕРТХАНАСЫНДА ОРЫНДАЛАТЫН ҚАУІПСІЗДІК ЕРЕЖЕЛЕРІ

1. Зертханада бақылаусыз студенттің өзіне жұмыс жасауға болмайды.
2. Зертханада халатсыз жұмыс жасауға болмайды.
3. Лабораториялық үстел үстінде бөгде заттар болмауы тиіс (сумка, киім, кітап және т.б.).
4. Лабораторияда тамақ ішуге, темекі тартуға қатаң тыйым салынады.
5. Лабораторияда жұмыс жасағанда тыныштық, тазалық және жұмыс орнын таза ұстау керек.
6. Жұмысқа қажетті заттың сыртқы этикеткасымен мұқият таныс болу керек. Этикеткасы жоқ белгісіз затпен жұмыс істемеу керек.
7. Құрғақ, төгілгіш реактивтерді шпательмен немесе арнайы ыдыспен алу керек.
8. Қышқыл, сілті, аммиак, тұздар ерітіндісін қолдану үшін пипетка пайдалану керек.
9. Улы, қатты иісі бар, концентрлі қышқылдар мен сілтілер ерітіндісімен тартпа жәшігінің астында жұмыс жасау керек.
10. Химиялық заттардың дәмін татуға болмайды. Сұйықтықтың иісін білу үшін ақырын ғана алақанмен желпу арқылы байқау керек.
11. Қышқылдарды сұйылтқанда (әсіресе күкірт қышқылы) ақырындап араластыра отырып суға қосу керек (керісінше жасауға болмайды!).
12. Үлгілерді қышқылдарда немесе сілтілерде еріткенде тартпа жәшігінің астында жұмыс жасау керек.
13. Органикалық еріткіштермен жұмысты (эфир, спирт, бензол және т.б.) от көзінен аулақ жасаған жөн (электр пеші, муфель пеші).
14. Су моншасында немесе электр пешінде ерітінділерді қыздырғанда ыстық ерітінді шашырап кетпеу үшін үнемі бақылап, араластырып тұру керек.
15. Жермен залалдандырылмаған электрқондырғыларымен жұмыс жасамау керек.

16. Центрифугамен жұмысты мұқият орындаңыздар, пробиркалар тепе-теңдікте болу керек. Жұмыс жасап тұрған центрифуганың роторын қолмен ұстамаңыз және аузы ашық күйінде приборды қосуға болмайды.
17. Зертханалық жұмыстан кейінгі қалдықтарды (қағаз, сүзгі қағаз, шыны сынығы және т.б.) раковинаға тастамаңыз.
18. Зертханадағы лабораториялық ыдыстармен, реактивтермен және приборлармен мұқият жұмыс жасаңыз. Реактивтерді, суды және электрэнергиясын үнемдеп қолданыңыз.
19. Зертханалық жұмыс аяқталған соң жұмыс орныңызды тазалап, қолыңызды жуып шығыңыз.

ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

1. Основы аналитической химии в 2-х книгах. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения: Учеб. для вузов / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др.; Под редакцией Ю.А. Золотова.- М.: Высш. шк., 1996. – 383 б.
2. Основы аналитической химии в 2-х книгах. Кн. 2. Методы химического анализа: Учеб. для вузов / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др.; Под редакцией Ю.А.Золотова.- М.: Высш. шк., 1996. – 461 б.
3. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х ч. Кн.1. Титриметрический гравиметрический и методы анализа: Учеб. для студентов, обучающихся по химико-технол. спец. – М.: Дрофа, 2002. – 368б.
4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х ч. Кн.2: Физико-химические методы анализа: Учеб. для студентов, обучающихся по химико-технол. спец.- М.: Дрофа, 2003.- 384б.
5. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2-х кн. Кн.1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. Учеб. для вузов. –М.: Высш. шк., 2003.- 615б.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2-х кн. Кн.2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: Учеб. для вузов. – М.: Высш. шк., 2003.- 559б.
7. Дорохова Е.Н., Прохорова В.Г. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: Учеб. для почвенно-агрохим. спец. ун-тов и вузов. – М.: Высш. шк., 1991. – 256б.
8. Тикунова И.В. Практикум по аналитической химии и физико-химическим методам анализа: Учеб. пособие / И.В. Тикунова, Н.А. Шаповалов, А.И. Артеменко.- М.: Высш. шк., 2006.- 208 б.
9. Основы аналитической химии. Практическое руководство: Учеб. пособие для вузов / В.И. Фадеева, Т.Н. Шаховцова, В.М. Иванов и др.; Под редакцией Ю.А. Золотова.- М.: Высш. шк., 2001. – 463б.
10. Васильев В.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум: Пособие для вузов / В.П. Васильев, Р.П. Морозова, Л.А. Кочергина; Под. ред. В.П. Васильева.- М.:Дрофа, 2004.-416 б.
11. Практикум по физико-химическим методам анализа / Под ред. О.М. Петрухина.- М.: Химия, 1987. 248б.
12. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство: Учеб. пособие для вузов / В.Б. Алесковский, В.В. Бардин, М.И. Булатов и др.; Под ред. В.Б. Алесковского – Л.: Химия, 1988. – 376б.

Зертханалық дәптерді толтыру ережесі

Талдау кезінде жүргізілген барлық катиондар мен аниондардың аналитикалық реакцияларын, жұмыстың жасалу ретін, көзге көрінетін өзгерісті зертханалық дәптерде кесте күйінде толтыру керек.

Катиондарға тән аналитикалық реакциялар

Катион	Реактив	Реакция теңдеуі	Жасалу реті	Газдардың, тұнбалардың қасиеттері
NH_4^+	NaOH, KOH	$\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- = \text{NH}_3 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$	Су моншасында қыздырылады	Сулы индикатор қағазының түсінің өзгеруі немесе $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ ерітіндісімен ылғалданған қағаздың қараюы
Ag^+	HCl	$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow$	HNO_3 қышқылы қатысында жүреді	$\text{AgCl} \downarrow$ ірімшік тәрізді ақ тұнба, ауада қараяды, HNO_3 қышқылында ерімейді. Мына ерітінділерде ериді: NH_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, KCN, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ $\text{AgCl} \downarrow + 2\text{NH}_3 = [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$

Пысықтауға арналған кестеде катиондарға топтық реактивтердің әсері және түзілген тұнба мен газдардың қасиеттері толтырылады.

Катиондарға топтық реактивтердің әсерінің пысықтау кестесі

Реагент	HCl	H ₂ SO ₄	NaOH	NH ₄ OH	Na ₂ CO ₃ (NH ₄) ₂ CO ₃	Na ₂ HPO ₄	K ₄ [Fe(CN) ₆]	KI
Катион								
NH₄⁺	-	-	NH ₃ ↑					
Na⁺	-	-	-					
Ag⁺	AgCl↓ ақ тұнба, HNO ₃ ерімейді. NH ₃ , (NH ₄) ₂ CO ₃ ериді	Ag ₂ SO ₄ ↓ ақ тұнба, NH ₃ ериді	AgOH↓ ақ тұнба, ауада Ag ₂ O қараяды, минералды қышқылда ериді					
Pb²⁺	PbCl ₂ ↓ ақ ұлпа тәрізді тұнба, ыстық суда ериді	PbSO ₄ ↓ ақ тұда, NaOH ериді	Pb(OH) ₂ ↓ ақ тұнба, минералды қышқылда ериді					

Катиондардың қоспасын талдау ЕСЕБІ

1. Зерттелетін үлгінің сыртқы түрін жазу. (Үлгі ақ түсті...)
2. Универсальды индикатор қағазы арқылы ерітіндінің рН-н анықтау

зерттелетін үлгі	реагент	байқау	құрамы		Қорытынды
			тұнба	ерітінді	
Алғашқы ерітінді	HCl (2M)	Ақ тұнба түзілді	T ₁ AgCl, PbCl ₂ , Hg ₂ Cl ₂ ,	E ₁ K ⁺ , Na ⁺ , NH ₄ ⁺	II анал. топ катиондары бар
T ₁	H ₂ O, t ⁰	T ₁ көлемі азаяды	T ₂ AgCl, Hg ₂ Cl ₂	E ₂ Pb ²⁺	Pb ²⁺ болуы мүмкін
E ₂	KJ	Сары тұнба түзілді	T ₃ PbJ ₂	-	Үлгіде ионы Pb ²⁺ табылды
E ₂	K ₂ Cr ₂ O ₇	Сары тұнба түзілді	T ₄ PbCrO ₄	-	

МАЗМҰНЫ

1 бөлім. НЕОРГАНИКАЛЫҚ ЗАТТАРДЫ САПАЛЫҚ ТАЛДАУ.....	2
Катиондарды талдау	6
<i>1 Зертханалық жұмыс</i>	
I, II топ катиондарына тән реакциялар.....	6
<i>2 Зертханалық жұмыс</i>	
I - II топ катиондар қоспасына бақылау есеп.....	11
<i>3 Зертханалық жұмыс</i>	
III-IV топ катиондарына тән реакциялар.....	13
<i>4 Зертханалық жұмыс</i>	
I-III катиондар қоспасына бақылау есеп.....	19
<i>5 Зертханалық жұмыс</i>	
III-IV катиондар қоспасына бақылау есеп.....	21
<i>6 Зертханалық жұмыс</i>	
V-VI топ катиондарына тән реакциялар.....	22
<i>7 Зертханалық жұмыс</i>	
IV-VI катиондар қоспасына бақылау есеп.....	28
<i>8 Зертханалық жұмыс</i>	
I-VI катиондар қоспасына бақылау есеп.....	30
Аниондарды талдау	34
<i>9 Зертханалық жұмыс</i>	
Аниондарға тән сапалық реакциялар.....	34
<i>10 Зертханалық жұмыс</i>	
Аниондарға тотықтырғыштар мен тотықсыздандырғыштардың, күкірт қышқылының, BaCl_2 және AgNO_3 реактивтерінің әсері.....	38
<i>11 Зертханалық жұмыс</i>	
Аниондар қоспасына бақылау есеп (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{2-} , F^- , NO_3^- , Cl^- , Br^- , I^- , CNS^- , BO_3^{3-} , SiO_3^{2-}).....	43
2 бөлім. САНДЫҚ ТАЛДАУ	
Гравиметрлік талдау	47
<i>12 Зертханалық жұмыс</i>	
Барийді гравиметрлік әдіспен анықтау.....	47
<i>13 Зертханалық жұмыс</i>	
Темірді (III) гравиметрлік әдіспен анықтау.....	49
<i>14 Зертханалық жұмыс</i>	
Кристаллогидраттағы суды гравиметрлік әдіспен анықтау.....	51

Титриметрлік талдау	54
Қышқылды-негіздік титрлеу	
15 Зертханалық жұмыс	
Натрий тетрабораты мен тұз қышқылының стандартты ерітінділерін дайындау.....	54
16 Зертханалық жұмыс	
Бура бойынша тұз қышқылын стандарттау. Натрий карбонатын анықтау.....	56
17 Зертханалық жұмыс	
Судың карбонатты кермектілігін анықтау.....	58
18 Зертханалық жұмыс	
Бірге жүрген Na_2CO_3 және NaOH қоспасын анықтау.....	60
19 Зертханалық жұмыс	
Бірге жүрген Na_2CO_3 және NaHCO_3 қоспасын анықтау.....	62
20 Зертханалық жұмыс	
Фосфор қышқылын анықтау.....	64
Комплексонометрлік титрлеу	67
21 Зертханалық жұмыс	
Қоспадағы кальций мен магнийді комплексонометрлік әдіспен анықтау.....	67
22 Зертханалық жұмыс	
Қоспадағы мыс пен цинкты комплексонометрлік әдіспен анықтау.....	69
23 Зертханалық жұмыс	
Кері титрлеу әдісімен алюминийді комплексонометрлік титрлеу.....	71
	73
Тұндырып титрлеу.	
24 Зертханалық жұмыс	73
Цинкты тұндыру әдісімен анықтау.....	
Тотығу-тотықсыздану титрлеу	76
25 Зертханалық жұмыс	
Темірді дихроматометрлік анықтау.....	78
26 Зертханалық жұмыс	
Мысты иодометрлік анықтау.....	82
27 Зертханалық жұмыс	
Темірді перманганатометрлік анықтау.....	85
28 Зертханалық жұмыс	
Кері титрлеу әдісімен нитрит-иондарын анықтау.....	88

Талдаудың физика-химиялық әдістері	88
29 Зертханалық жұмыс	
Техникалық үлгідегі нитратты анықтау.....	
30 Зертханалық жұмыс	
Натрий карбонаты мен сілті қоспасын потенциометрлік титрлеу.....	90
31 Зертханалық жұмыс	
Цинкты калий феррацианид ерітіндісімен амперметрлік титрлеу.....	92
32 Зертханалық жұмыс	
Мысты амперметрлік титрлеу әдісімен анықтау.....	94
Фотоколориметрлік талдау	
33 Зертханалық жұмыс	
Сульфосалицил қышқыл қатысында темірді (III) фотометрлік анықтау.....	96
34 Зертханалық жұмыс	
Бірге жүрген марганец пен хромды фотометрлік анықтау.....	99
35 Зертханалық жұмыс	
Ерітіндідегі металдарды атомды-абсорбциялық әдісімен анықтау.....	101
	104
	104
Қосымша	105
Аналитикалық таразыны қолдану ережесі.....	108
Аналитикалық химия зертханасындағы қауіпсіздік ережесі.....	
Әдебиеттер тізімі.....	
Зертханалық журналды толтыру ережесі.....	109
Катиондарға топтық реагенттің әсерін тексеретін кесте.....	110
Катиондар қоспасын талдау бақылауының есебі....	111
Мазмұны.....	