

УЧЕБНИК ДЛЯ ВЫСШЕЙ ШКОЛЫ

ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ



ПРАКТИЧЕСКОЕ
РУКОВОДСТВО



УЧЕБНИК ДЛЯ ВЫСШЕЙ ШКОЛЫ

ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ПРАКТИЧЕСКОЕ РУКОВОДСТВО

Под редакцией
акад. Ю. А. Золотова,
д-ра хим. наук Т. Н. Шеховцовой,
канд. хим. наук К. В. Осколка

2-е издание



Москва
Лаборатория знаний

92

УДК 543
ББК 24.5я73
О-75

Серия основана в 2009 г.

Авторский коллектив:

Ю. А. Барбалат, А. В. Гармаш, О. В. Моногарова, Е. А. Осипова,
К. В. Осколок, Н. А. Пасекова, Г. В. Прохорова,
Н. М. Сорокина, В. И. Фадеева, Е. Н. Шаповалова,
Н. В. Шведене, Т. Н. Шеховцова, О. А. Шпигун

Основы аналитической химии : практическое
О-75 руководство / Ю. А. Барбалат [и др.] ; под ред. акад.
Ю. А. Золотова, д-ра хим. наук Т. Н. Шеховцовой
и канд. хим. наук К. В. Осколка. — 2-е изд. — М. : Ла-
боратория знаний, 2018. — 462 с. : ил. — (Учебник для
высшей школы).

ISBN 978-5-00101-143-9

Книга написана преподавателями химического факультета МГУ имени М. В. Ломоносова и служит дополнением к учебнику «Основы аналитической химии» (6-е изд., 2014 г.). В руководстве представлены практические работы по общему курсу аналитической химии. Порядок подготовки и выполнения работ обычно предваряется небольшой теоретической частью и описанием методики и техники эксперимента.

Для студентов классических университетов, а также химико-технологических, педагогических, сельскохозяйственных, медицинских, фармацевтических и военно-химических высших учебных заведений.

УДК 543
ББК 24.5я73

Учебное издание

Серия: «Учебник для высшей школы»

ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Практическое руководство

Ведущий редактор канд. биол. наук *Н. Г. Иванова*

Художественный редактор *В. А. Прокудин*

Технический редактор *Т. Ю. Федорова*

Корректор *Т. В. Редькина*

Компьютерная верстка: *В. И. Савельев*

Подписано в печать 23.11.17. Формат 70×100/16.

Усл. печ. л. 37,7. Заказ 8521.

Издательство «Лаборатория знаний»

125167, Москва, проезд Аэропорта, д. 3

Телефон: (499) 157-5272

e-mail: info@pilotLZ.ru, <http://www.pilotLZ.ru>

Отпечатано в АО «Первая Образцовая типография»

Филиал «Чеховский Печатный Двор»

142300, Московская область, г. Чехов, ул. Полиграфистов, д.1

Сайт: www.chpd.ru, E-mail: sales@chpd.ru, тел. 8(499)270-73-59

ISBN 978-5-00101-143-9

© Лаборатория знаний, 2018

Оглавление

Предисловие	3
Глава 1. Химические методы качественного анализа	5
1.1. Основные положения	5
1.2. Техника выполнения реакций	11
1.3. Аппаратура и методика выполнения основных операций	13
1.4. Реакции обнаружения катионов	14
1.4.1. Первая группа катионов	15
Литий	15
Аммоний	16
Натрий	17
Калий	19
Магний	20
1.4.2. Вторая группа катионов	23
Кальций	23
Стронций	24
Барий	25
1.4.3. Третья группа катионов	27
Серебро	27
Ртуть(I)	29
Свинец	30
Вольфрам	33
1.4.4. Четвертая группа катионов	34
Цинк	34
Алюминий	36
Олово(II)	40
Олово(IV)	41
Ванадий(V)	42
Хром(III)	44
Молибден(VI)	46
1.4.5. Пятая группа катионов	47
Титан	47
Цирконий	49
Сурьма(III, V)	50
Висмут(III)	53
Марганец(II)	55
Железо(II)	56
Железо(III)	57
1.4.6. Шестая группа катионов	58
Кобальт	58
Никель	61
Медь	62
Кадмий	64
Ртуть(II)	65

1.5. Реакции обнаружения анионов	68
1.5.1. Первая группа анионов	68
Борат	68
Карбонат	71
Силикат	72
Фосфат	73
Арсенит и арсенат	74
Сульфат	76
Сульфит	78
Тиосульфат	79
Оксалат	81
Фторид	81
Тартрат	83
Цитрат	84
1.5.2. Вторая группа анионов	84
Сульфид	84
Хлорид	85
Бромид	87
Иодид	88
Иодат	89
Тиоцианат	91
Бензоат	91
Бромат	92
1.5.3. Третья группа анионов	92
Нитрат	92
Нитрит	94
Ацетат	95
Салицилат	97
1.6. Обнаружение органических соединений	97
1.6.1. Спирты	98
1.6.2. Фенолы	100
1.6.3. Альдегиды	101
1.6.4. Кетоны	105
1.6.5. Карбоновые кислоты	107
1.6.6. Амины	108
1.6.7. Аминокислоты	110
1.6.8. Нитросоединения	112
1.6.9. Полигалогенозамещенные алифатические соединения	112
1.6.10. Тиокетоны и меркаптаны	113
Глава 2. Методы разделения	115
2.1. Осаждение	115
2.1.1. Анализ смеси катионов кислотнo-щелoчным методом	118
Систематический ход анализа	121
2.1.2. Анализ смеси анионов	127
Систематический ход анализа	130
2.2. Жидкость-жидкостная экстракция	134
2.2.1. Основные понятия. Количественные характеристики. Экстрагенты	134
2.2.2. Схемы экстракционного разделения катионов	139
Работа 1. Смесь катионов Cu(II), Hg(II), Zn, Cd	139

Работа 2. Смесь катионов Cu(II), Hg(II), Co(II), Ni(II), Cd	141
Работа 3. Смесь катионов Cu(II), Zn, Mg, Mn(II), Al	143
Глава 3. Качественный анализ конкретных объектов	146
3.1. Анализ искусственной смеси твердых веществ (солей или оксидов)	146
3.2. Анализ сплавов	150
3.3. Анализ минералов	154
3.4. Анализ руд	157
Глава 4. Выполнение измерений, представление и обработка результатов количественного химического анализа	159
4.1. Измерение аналитического сигнала	159
4.2. Обработка результатов методами математической статистики	163
Глава 5. Гравиметрические методы	170
5.1. Основные положения	170
5.2. Техника работы	172
Работа 1. Определение серы в растворимых сульфатах (например, в смеси $\text{NaCl} + \text{Na}_2\text{SO}_4$)	181
Работа 2. Определение бария в водорастворимых веществах (например, в смеси $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{NaCl}$)	183
Работа 3. Определение алюминия	183
Работа 4. Осаждение гидроксида алюминия мочевиной (гомогенное осаждение)	184
Работа 5. Определение железа(III)	184
Работа 6. Определение железа(III) и алюминия при совместном присутствии	185
Работа 7. Определение никеля в стали	186
Работа 8. Определение магния 8-гидроксихинолином	187
Работа 9. Определение цинка 8-гидроксихинолином	188
Работа 10. Определение цинка антралиновой кислотой	189
Глава 6. Титриметрические методы	190
6.1. Основные положения	190
6.2. Техника работы	191
6.2.1. Посуда для титрования	191
6.2.2. Растворы, применяемые в титриметрии	195
6.3. Кислотно-основное титрование в водном растворе	197
Работа 1. Стандартизация соляной кислоты по карбонату натрия	197
Работа 2. Стандартизация раствора гидроксида натрия по соляной кислоте	198
Работа 3. Стандартизация раствора гидроксида натрия по щавелевой кислоте	199
Работа 4. Определение аскорбиновой кислоты	199
Работа 5. Определение карбонат- и гидрокарбонат-ионов или карбонат- ионов и щелочи при совместном присутствии	200
Работа 6. Определение фосфорной кислоты	201
Работа 7. Определение соляной и борной кислот при совместном присутствии с двумя индикаторами	202

Работа 8. Определение тетрабората натрия	203
Работа 9. Определение солей аммония формальдегидным методом . . .	204
Работа 10. Определение хлоридов натрия и аммония при совместном присутствии с применением ионного обмена	205
Работа 11. Определение формальдегида в растворе	206
6.4. Комплексонометрическое титрование	207
Работа 12. Определение кальция и магния при совместном присутствии	208
Работа 13. Определение меди	210
Работа 14. Определение цинка	210
Работа 15. Определение меди и цинка при совместном присутствии. . .	211
Работа 16. Определение железа	212
Работа 17. Определение железа в рудах	213
Работа 18. Определение алюминия.	214
6.5. Окислительно-восстановительное титрование.	215
6.5.1. Иодометрия	215
Работа 19. Стандартизация раствора тиосульфата по дихромату калия .	215
Работа 20. Определение меди	216
Работа 21. Определение меди в сплавах	217
Работа 22. Определение железа(III) и меди(II) при совместном присутствии	217
Работа 23. Определение мышьяка(III).	218
Работа 24. Определение сахаров	219
6.5.2. Дихроматометрия	220
Работа 25. Определение железа	221
Работа 26. Определение железа в рудах	222
Работа 27. Определение хрома и марганца в сталях	222
6.5.3. Перманганатометрия	225
Работа 28. Стандартизация раствора перманганата калия по оксалату натрия	225
Работа 29. Определение железа	226
Работа 30. Определение пероксида водорода в гидроперите	227
Работа 31. Определение окисляемости водной вытяжки из почвы	227
6.6. Осадительное титрование	228
Работа 32. Определение сульфат-ионов методом бариметрического осадительного титрования.	228
Глава 7. Кинетические методы анализа	230
7.1. Основные положения	230
Работа 1. Определение формальдегида в растворах	231
Работа 2. Определение хрома(VI) в растворах	232
Работа 3. Определение меди(II) в растворах	234
Работа 4. Определение молибдена(VI) в растворах	235
Глава 8. Хроматографические методы анализа	237
8.1. Плоскостная хроматография	237
8.1.1. Бумажная хроматография	238
Работа 1. Разделение и обнаружение катионов методом одномерной бумажной хроматографии	240
Работа 2. Разделение и идентификация фенолов	242
Работа 3. Разделение и обнаружение катионов методом радиальной хроматографии	243
Работа 4. Разделение и идентификация аминокислот	245

8.1.2. Тонкослойная хроматография	246
Работа 5. Разделение и обнаружение катионов Hg(II), Cd, Bi(III), Pb(II), Cu(II) методом одномерной восходящей ТСХ	248
Работа 6. Разделение галогенидов методом одномерной восходящей ТСХ	249
Работа 7. Контроль качества аспирина методом ТСХ	249
Работа 8. Разделение и идентификация кверцетина и рутина методом тонкослойной хроматографии	251
Работа 9. Разделение и идентификация аминокислот методом тонкослойной хроматографии	251
Работа 10. Разделение в идентификация глицерина, этиленгликоля и 1,2-пропиленгликоля	254
Работа 11. Разделение смеси метилового оранжевого, ксиленолового оранжевого, родамина С и родамина Ж методом ТСХ с видеоденситометром	254
Работа 12. Разделение смеси метиленового синего, тимолового синего и бромфенолового синего методом ТСХ	255
8.2. Колоночная хроматография	256
8.2.1. Хроматографические параметры	257
8.2.2. Газовая хроматография	260
Работа 13. Качественный и количественный анализ смеси паров алифатических спиртов	262
Работа 14. Качественный и количественный анализ смеси углеводов	264
Работа 15. Разделение смеси бензола и хлорбензола и их определение в смеси методом внутреннего стандарта.	266
Работа 16. Определение примесей спиртов и эфиров в этиловом спирте	267
8.2.3. Жидкостная хроматография	269
8.2.3.1. Адсорбционная ВЭЖХ	270
Работа 17. Разделение и определение нитроанилинов методом нормально-фазовой хроматографии	270
Работа 18. Определение бензола, нафталина и антрацена в их смеси методом обращенно-фазовой ВЭЖХ	271
Работа 19. Разделение и определение фенолов обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографией	273
8.2.3.2. Ионообменная хроматография	274
Работа 20. Отделение анионов от катионов с помощью катионообменников	276
Работа 21. Отделение алюминия от железа(III), меди(II) и цинка методом анионообменной хроматографии	277
8.2.3.3. Ионная хроматография	278
Работа 22. Определение неорганических анионов в воде методом двухколоночной ионной хроматографии	279
Работа 23. Определение неорганических анионов в воде методом одноколоночной ионной хроматографии.	281
Глава 9. Электрохимические методы анализа	283
9.1. Потенциометрические методы	283
9.1.1. Прямая потенциометрия (ионометрия)	284
Работа 1. Определение рН раствора с использованием стеклянного электрода	285
Работа 2. Определение фторида в водах с использованием фторид- селективного электрода	286
Работа 3. Определение нитрата методом добавок	288
Работа 4. Определение активности ионов натрия.	290

9.1.2. Потенциометрическое титрование	291
9.1.2.1. Кислотно-основное титрование	294
Работа 5. Определение фосфорной кислоты в растворе	294
Работа 6. Определение соляной и уксусной кислот в растворе при их совместном присутствии	295
Работа 7. Определение соляной и борной кислот в растворе при их совместном присутствии	296
9.1.2.2. Окислительно-восстановительное титрование	297
Работа 8. Определение кобальта(II) в растворе	297
Работа 9. Определение марганца(II) в растворе	298
Работа 10. Определение марганца, хрома и ванадия в растворе	299
9.1.2.3. Осадительное титрование	300
Работа 11. Определение иодида и хлорида в растворе при совместном присутствии	300
Работа 12. Определение свинца(II) в растворе	302
9.1.2.4. Комплексонометрическое титрование	303
Работа 13. Определение железа(III) в растворе	303
9.2. Кулонометрические методы	304
Работа 14. Кулонометрическое титрование соляной кислоты с потенциометрической (рН-метрической) индикацией конечной точки титрования	306
Работа 15. Кулонометрическое титрование тиосульфата с визуальным обнаружением конечной точки титрования	308
Работа 16. Кулонометрическое титрование тиосульфата с бипотенциметрическим обнаружением конечной точки титрования	309
Работа 17. Кулонометрическое титрование тиосульфата с бипотенциметрическим обнаружением конечной точки титрования	310
9.3. Вольтамперометрические методы	312
9.3.1. Характеристики классической полярограммы	312
9.3.2. Характеристики циклической вольтамперограммы	315
9.3.3. Характеристики переменноточковой полярограммы	315
Работа 18. Вольтамперометрическое определение гексацианоферрата(II) с использованием печатных (планарных) электродов (screen-printed electrodes)	316
Работа 19. Идентификация и определение ионов тяжелых металлов методом анодной инверсионной вольтамперометрии	319
9.3.4. Вольтамперометрия органических соединений	321
Работа 20. Вольтамперометрическое определение тирозина на графитовом электроде	322
9.3.5. Амперометрическое титрование	323
Работа 21. Амперометрическое титрование цинка раствором $K_4Fe(CN)_6$	324
Работа 22. Амперометрическое титрование дихромата раствором гидрохинона	326
Работа 23. Амперометрическое титрование никеля(II) раствором ЭДТА	327
9.4. Кондуктометрические методы	328
Работа 24. Кондуктометрическое титрование смеси соляной и уксусной кислот	330
Глава 10. Оптические спектроскопические методы анализа	332
10.1. Основы аналитической оптической спектроскопии	332
10.2. Приборы для оптического спектрального анализа	338

10.3. Атомная спектроскопия в УФ и видимой областях	342
10.3.1. Основные положения	342
10.3.2. Общие указания к практическим работам по атомной спектрометрии и мерам безопасности	346
10.3.3. Визуальный атомно-эмиссионный метод анализа	347
Работа 1. Наблюдение и изучение дугового спектра железа	348
Работа 2. Обнаружение легирующих добавок в стали	350
Работа 3. Полуколичественное определение хрома и марганца в стали	350
10.3.4. Атомно-эмиссионный спектрометрический метод анализа.	351
Работа 4. Количественный анализ стали	351
10.3.5. Атомно-эмиссионный метод фотометрии пламени	358
Работа 5. Определение натрия и калия при совместном присутствии методом градуировочного графика.	358
Работа 6. Определение натрия и калия при совместном присутствии методом ограничивающих растворов	359
Работа 7. Определение натрия и лития при совместном присутствии методом ограничивающих растворов	360
Работа 8. Определение калия и стронция при совместном присутствии методами градуировочного графика и ограничивающих растворов	361
Работа 9. Изучение взаимного влияния натрия и кальция на их определение при совместном присутствии	362
Работа 10. Определение калия и натрия в пробах водопроводной или речной воды методом добавок	363
10.3.6. Атомно-абсорбционный метод анализа	364
Работа 11. Определение меди и цинка в природной воде	364
Работа 12. Определение железа в меди при совместном присутствии	366
Работа 13. Определение магния в присутствии фосфат-ионов	367
Работа 14. Определение свинца и никеля в медно-цинковых сплавах.	369
10.4. Абсорбционная молекулярная спектроскопия (фотометрические методы анализа) в УФ и видимой области	370
10.4.1. Законы поглощения электромагнитного излучения	371
10.4.2. Способы и оптимизация условий определения веществ фотометрическим методом	374
10.4.3. Дифференциальные фотометрические методы	378
10.4.4. Исследование кислотно-основных равновесий	380
10.4.5. Анализ двухкомпонентных смесей	383
10.4.6. Анализ однокомпонентных систем фотометрическим методом	386
Работа 15. Определение никеля в виде комплекса с диметилглиоксимом в присутствии окислителей	387
Работа 16. Определение железа(III) в виде комплекса с сульфосалициловой кислотой.	388
Работа 17. Определение фосфора в виде фосфорномолибденовой сини	390
Работа 18. Определение марганца в виде комплекса с формальдоксимом	391
Работа 19. Определение титана в виде пероксидного комплекса	392
Работа 20. Определение хрома в виде комплекса с дифенилкарбазоном	392
10.4.7. Определение больших количеств веществ методом дифференциальной абсорбционной спектроскопии	394
Работа 21. Определение меди в медных сплавах в виде аммиачного комплекса	395
Работа 22. Определение меди в медных сплавах в виде аквакомплексов	396

Работа 23. Определение никеля в растворе его соли в виде аквакомплексов	397
Работа 24. Определение больших количеств марганца в виде перманганат-иона	397
10.4.8. Анализ двухкомпонентных смесей без предварительного разделения	398
Работа 25. Спектрофотометрический анализ двухкомпонентной смеси: метиловый фиолетовый — бриллиантовый зеленый	398
Работа 26. Спектрофотометрический анализ двухкомпонентной смеси: 3-нитрофенол — 4-нитрофенол	401
Работа 27. Спектрофотометрическое определение папаверина гидрохлорида и дибазола в смеси способом Фирордта	403
Работа 28. Спектрофотометрическое определение равновесных концентраций сопряженных кислотно-основных форм метилового оранжевого в растворе	404
Работа 29. Определение аналитической концентрации метилового оранжевого в растворах различной кислотности	406
10.4.9. Определение констант диссоциации органических кислот	407
Работа 30. Определение константы кислотной диссоциации тимолового синего (тимолсульфоталеина)	409
Работа 31. Определение константы кислотной диссоциации фенолового красного (фенолсульфоталеина)	410
Работа 32. Определение константы кислотной диссоциации бромкрезолового синего (тетрабром- <i>m</i> -крезолсульфоталеина)	411
10.5. Люминесцентный метод анализа	411
10.5.1. Основные характеристики и законы молекулярной фотолюминесценции	413
10.5.2. Интенсивность люминесценции и концентрация люминофора	417
10.5.3. Тушение люминесценции	418
Работа 33. Оптимизация условий флуориметрического определения веществ на примере родамина 6Ж	420
Работа 34. Флуориметрическое определение циркония в виде комплекса с морином	423
Работа 35. Флуориметрическое определение бора в виде комплекса с бензоином	424
Глава 11. Рентгенофлуоресцентный метод анализа	427
11.1. Основные положения	427
11.2. Качественный анализ	428
Номенклатура рентгеновских линий	428
Идентификация рентгеновских линий	429
11.3. Количественный анализ	431
Градуировка спектрометра	432
Проведение измерений. Обработка результатов	433
Работа 1. Качественный и полуколичественный анализ почв	434
Работа 2. Количественный анализ металлических сплавов	436
Работа 3. Определение хлорорганических соединений в нефти	438
Работа 4. Определение серы в автомобильном топливе	441
Работа 5. Определение свинца в бензине	443
Приложение	446
Реактивы и растворы для качественного анализа	446