

## Лабораторна робота № 5

### **Концентрування домішок Pb(II) на стронцій сульфаті за рахунок ізоморфного співосадження**

Співосаджуючи домішки Pb (II) на SrSO<sub>4</sub>, досягають вибіркового, селективного його концентрування. При цьому утворюються ізоморфні змішані кристали (іонні радіуси плюмбуму та стронцію – 1,32 Å і 1,27 Å, відповідно). За вмісту від 0,1 мкг і більше плюмбум кількісно співосаджується зі 40 мг стронцій сульфату під час осадження калій сульфатом у загальному об'ємі розчину – 100 мл. Потім стронцій сульфат переводять у карбонат, розчиняють у розведеній хлоридній або ацетатній кислоті і визначають плюмбум атомно-абсорбційним або полярографічним методом.

*Мета роботи:* навчитися концентрувати мікрокількості Pb(II) у складних об'єктах, використовуючи метод ізоморфного співосадження.

*Завдання роботи:*

- 1) провести співосадження плюмбуму на стронцій сульфаті;
- 2) провести атомно-абсорбційне визначення плюмбуму в одержаному концентраті.

#### ***Апаратура і матеріали:***

Нітратна кислота розведена, 1:1.

Хлоридна кислота, 1 М розчин.

Сульфатна кислота, 0,5 % розчин.

Калій сульфат, 5 % розчин.

Стронцій нітрат, T<sub>Sr</sub>=20 мг/мл.

Натрій карбонат, насичений розчин.

Атомно-абсорбційний полуміневівий спектрофотометр.

Досліджуваний зразок.

#### ***Хід виконання роботи***

Наважку зразка солі, яка містить мікрокількості Pb (II) (0,1–0,3 г), переносять у склянку, додають 5 мл HNO<sub>3</sub> (1:1), розчиняють за нагрівання, випаровують до сухого залишку, після чого сухий залишок розчиняють за нагрівання в 25 мл дистильованої води. До га-

рячого розчину доливають за неперервного перемішування 1 мл  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  і 5 мл  $\text{K}_2\text{SO}_4$ . Продовжують нагрівати розчин на водяній бані приблизно 1 год, а потім залишають на 12 год. Осад центрифугують або фільтрують, промивають 3–4 рази 20 мл 0,5 % розчином  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і кількісно переносять у склянку. До промитого осаду додають 10 мл насиченого розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  і нагрівають 10 хв на водяній бані, періодично суміш перемішують. Маточний розчин зливають, а процедуру обробки насиченим розчином  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  повторюють ще 3–4 рази для повного перетворення сульфату в карбонат. Одночасно проводять “сліпу” пробу зі всіма реактивами. Одержаний осад карбонатів розчиняють в 1 М  $\text{HNO}_3$  і визначають Pb (II) атомно-абсорбційним або полярографічним методом способом градуйованого графіка або добавок. За одержаними експериментальними результатами розраховують вміст Pb (II).

Атомно-абсорбційне визначення плюмбуму виконують аналогічно як в лабораторній роботі № 2.

### ***Запитання до захисту лабораторної роботи***

1. Класифікація та приклади типів осаджуваних хімічних сполук, які застосовують у практиці аналітичної хімії. Способи проведення концентрування за методом осадження. Метод виникаючих реагентів, його переваги та недоліки.
2. Поясніть терміни та відмінності між ними: *осадження, співосадження, сумісне осадження, фракційне осадження*. Назвіть способи запобігання співосадження.
3. Назвіть чинники, які впливають на повноту осадження, та поясніть механізм їхньої дії. Які величини характеризують повноту осадження?
4. Органічні та неорганічні осаджувачі – переваги та недоліки їхнього застосування.
5. Осадження матриці та осадження мікрокомпонента: особливості використання кожного зі способів.
6. Механізми співосадження. Первинна та вторинна обмінна адсорбція, правило Панета-Фаянса-Гана. Рівняння Хлопіна та його використання в аналізі.

7. Наведіть приклади використання неорганічних колекторів в аналізі та поясніть особливості використання відомих способів проведення співосадження.
8. Використання органічних співосадників у концентруванні, типи органічних колекторів, механізми співосадження та шляхи покращення вибірковості вилучення елементів.
9. Керована кристалізація та її види. У чому полягає різниця між керованою та некерованою кристалізацією, спрямованою кристалізацією та зонним топленням? Способи проведення спрямованої кристалізації.
10. Чи можна під час фотометричного визначення крохмалю замінити операцію центрифугування простим фільтруванням? Відповідь аргументуйте.
11. Розрахуйте об'єм 1 М розчину гідроксиду натрію, необхідний для кількісного (99,9 %) осадження феруму (III) з 200 мл його розчину, що містить 0,28 г/л  $\text{Fe}^{3+}$  та 45 мг/л  $\text{Sc}^{3+}$ . Розрахуйте ступінь співосадження скандію, якщо  $K_{\text{S,Sc(OH)}_3}^T = 2 \cdot 10^{-30}$ ;  $K_{\text{S,Fe(OH)}_3}^T = 1 \cdot 10^{-17}$ . Відповідь:  $V(\text{NaOH}) = 3$  мл;  $D = 5 \cdot 10^{12}$ .
12. Розрахуйте рН початку виділення та кількісного ( $10^{-6}$  М) осадження Y(III) дією 0,1 М гідроксиду натрію з  $5 \cdot 10^{-4}$  М його розчину ( $K_{\text{S,Y(OH)}_3}^T = 3,2 \cdot 10^{-25}$ ). Відповідь:  $\text{pH}_{\text{поч}} = 6,9$ ;  $\text{pH}_{\text{кін}} = 7,8$ .
13. Для розділення селенід- та сульфід-іонів використовують 0,05 М розчин купрум (II) ацетату. Якою повинна бути концентрація 8-оксихіноліну, щоб провести кількісне розділення, якщо в умовах експерименту слабкі електроліти практично повністю продисоційовані ( $K_{\text{s,CuSe}}^T = 1 \cdot 10^{-49}$ ;  $K_{\text{s,CuS}}^T = 6,3 \cdot 10^{-36}$ ;  $\beta_{\text{Cu(Ox)}_2} = 2,51 \cdot 10^{23}$ )? Відповідь:  $C(\text{OxH}) = 0,79$  М.
14. У лабораторії виконують розділення кадмію та купруму(II), барботуючи їх розчин сірководнем. Яка концентрація хлоридної кислоти повинна бути в цьому розчині, щоб провести кількісне розділення, якщо в 100 г розчину за н.у. може розчинитися 291 мл  $\text{H}_2\text{S}$  ( $K_{\text{s,CuS}}^T = 6,3 \cdot 10^{-36}$ ;  $K_{\text{s,CdS}}^T = 1,6 \cdot 10^{-28}$ ;  $K_{\text{a,H}_2\text{S}}^T = 1 \cdot 10^{-7}$ ;  $K_{\text{a,HS}^-}^T = 2,5 \cdot 10^{-18}$ )? Відповідь:  $C_{\text{HCl}} = 1,14 \cdot 10^{-4}$ .
15. Чи можливе фракційне розділення  $5,0 \cdot 10^{-4}$  М йодиду та  $3,0 \cdot 10^{-2}$  М бромиду дією: а)  $\text{AgNO}_3$ ; б)  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$  ( $K_{\text{s,AgI}}^T = 8,3 \cdot 10^{-17}$ ;  $K_{\text{s,AgBr}}^T = 5,3 \cdot 10^{-13}$ ;  $K_{\text{s,Hg}_2\text{I}_2}^T = 4,5 \cdot 10^{-29}$ ;  $K_{\text{s,Hg}_2\text{Br}_2}^T = 5,8 \cdot 10^{-23}$ )? Відповідь підтвердіть розрахунком. Відповідь: а) неможливе; б) неможливе.