

рид-иона, что устанавливается пробой с AgNO_3 . (Электролит-коагулятор NH_4NO_3 вводят в промывную жидкость, чтобы не допустить пептизации осадка; добавка NH_3 служит для увеличения pH до 5, уменьшающего растворимость осадка.)

Промытый осадок высушивают в сушильном шкафу при $\sim 100^\circ\text{C}$ в течение 1 ч (не вынимая фильтра из воронки). Затем помещают свернутый фильтр во взвешенный тигель и прокалывают на горелке или в муфельной печи до постоянной массы.

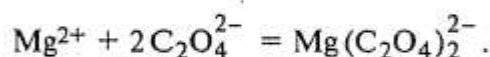
Массу железа (г) рассчитывают по формуле

$$m(\text{Fe}) = m(\text{Fe}_2\text{O}_3) F \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{п}}},$$

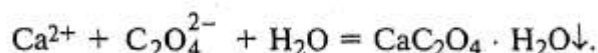
где $F = 2M(\text{Fe})/M(\text{Fe}_2\text{O}_3)$.

Работа 8.3. Отделение кальция от магния и определение кальция

Сущность работы. Отделение кальция от магния проводят действием избытка раствора $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, который полностью осаждает ионы кальция, но не осаждает Mg^{2+} , образующий с ионами $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ комплексное соединение:



В основе определения кальция лежит реакция осаждения:



Форма осаждения $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Поскольку осадок $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ обычно бывает загрязнен оксалатом магния, необходимо переосаждение.

Гравиметрическая форма CaSO_4 .

Реактивы, посуда. Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ – 4,5- и 0,1%-е растворы. Хлороводородная кислота HCl – концентрированная. Аммиак NH_3 – 2,5%-й раствор. Метиловый оранжевый – 0,1%-й раствор. Нитрат серебра AgNO_3 – 1%-й раствор. Серная кислота H_2SO_4 – концентрированная.

Колба мерная вместимостью 100 мл. Пипетка вместимостью 20 мл. стакан вместимостью 300–400 мл. стакан вместимостью 100 мл. стеклянная палочка с резиновым наконечником. Воронка. Асбестовая сетка. Фильтр – белая лента.

Выполнение работы. Анализируемый раствор, содержащий не более 0,2 г кальция, в мерной колбе вместимостью 100 мл разбавляют до метки водой и перемешивают.

Аликвоту раствора (20 мл) пипеткой переносят в стакан вместимостью 300 мл, разбавляют водой до 150–200 мл, прибавляют 1 каплю метилового оранжевого, 5 мл концентрированной HCl

и 50 мл 4,5%-го раствора $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Нагревают почти до кипения и медленно, по каплям, при помешивании добавляют 2,5%-го раствора аммиака до перехода розовой окраски в желтую. стакан с осадком помещают в сосуд для бани, наполненный холодной водой (воду в сосуде меняют несколько раз).

После часового стояния декантируют прозрачную жидкость через фильтр с белой лентой. Затем 2–3 раза промывают осадок методом декантации 0,1%-м раствором $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, переносят осадок на фильтр и промывают на фильтре 2–3 раза тем же раствором до отрицательной реакции на Cl^- (проба с AgNO_3 , подкисленным HNO_3). Полученный осадок $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ переосаждают.

Для переосаждения осадок растворяют в 50 мл горячей разбавленной (1:100) хлороводородной кислоты; раствор разбавляют до 200 мл и добавляют к нему 1 г оксалата аммония, растворенного в небольшом объеме горячей воды; смесь нагревают почти до кипения и снова осаждают кальций, нейтрализуя кислый раствор аммиаком, как и при первом осаждении. Осадок тщательно промывают 0,1%-м раствором $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ и высушивают, затем вместе с фильтром помещают в тигель и после озольнения фильтра прокаливают до полного удаления углерода.

К осадку, состоящему из CaCO_3 и CaO , после охлаждения тигля добавляют 2–3 капли воды и 5–7 капель концентрированной H_2SO_4 . Воду и кислоту приливают к осадку медленно по стенке тигля, удерживая его в наклонном положении, выжидая некоторое время после прибавления каждой капли, пока тигель остынет. Затем тигель устанавливают на фарфоровом треугольнике, укрепленном на некотором расстоянии над асбестовой сеткой. Под сетку подводят горелку и осторожно нагревают до полного прекращения выделения паров H_2SO_4 . (Под тягой!) После этого сетку убирают и прокаливают тигель с CaSO_4 до постоянной массы на открытом пламени горелки.

Массу CaO (г) рассчитывают по формуле

$$m(\text{CaO}) = m(\text{CaSO}_4) F \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{п}}},$$

где $F = M(\text{CaO})/M(\text{CaSO}_4)$.

Работа 8.4. Разделение и определение меди и никеля методом электрогравиметрии

Сущность работы. Разделение и последовательное определение меди и никеля в растворе основано на различии в потенциалах выделения этих металлов. При напряжении ~ 2 В медь полностью осаждается из кислых растворов; осаждения никеля в этих условиях не происходит. Для полного выделения никеля из рас-