

Тема: Систематичний хід аналізу катіонів IV, V, VI груп

Прилади і реактиви: всі прилади і реактиви, необхідні для визначення катіонів IV, V, VI груп.

Аналіз починають з попередніх проб та відкриття катіонів. Фіксують колір суміші та визначають рН. Якщо розчин безбарвний, то в ньому відсутні катіони, які надають розчину певного кольору, але можуть бути присутні катіони Fe^{2+} і Mn^{2+} колір яких важко помітити в розведених розчинах. В розчинах жовтого кольору можлива присутність Fe^{3+} і Co^{2+} . Зелений колір вказує на наявність Ni^{2+} або Fe^{3+} і Cu^{2+} , світло-зелений - Fe^{2+} , темно-зелений - Cr^{3+} , синьо-зелений - Cu^{2+} і Ni^{2+} або Fe^{3+} і Cu^{2+} .

При рН > 1 відсутні іони сурьми, олова, вісмуту, ртуті; при рН > 7 можлива присутність солей миш'яку.

Проводять часткові реакції на катіони:

1. Fe^{2+} з $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворює темно-синій осад - турнбулева синь. 2. Fe^{3+} з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворює темно-синій осад – берлінська лазурь.
3. Hg^{2+} з KJ утворює червоно-оранжеве забарвлення.
4. $\text{Sb}^{3+}, \text{Sb}^{5+}, \text{Bi}^{3+}$ виявляють гідролізом. Для цього порцію розчину розбавляють в 5 - 10 раз. Повне або часткове розчинення білого осаду, який утворився, в винній кислоті свідчить про присутність солей сурьми, а розчинення в азотній кислоті – солей вісмуту.
5. $\text{As}^{3+}, \text{As}^{5+}$ відновленням в AsH_3 . 6. Al^{3+} алюміноном.
7. Sn^{2+} дією солей вісмуту або ртуті (II) у фільтраті після відокремлення осаду, одержаного дією луку.
8. Bi^{3+} з солями олова (II) в лужному середовищі; якщо відсутні іони Hg , $\text{Sn}(\text{II})$, Sb .
9. Cr^{3+} реакцією окислення в надхромову кислоту. 10. Mn^{2+} реакцією окислення до іону MnO_4^- .
11. Cu^{2+} дією надлишку NH_4OH . 12. Ni^{2+} з диметилгліоксимом.
13. Co^{2+} з NH_4CNS або кристалічним $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Після цього приступають до систематичного аналізу

1. Відокремлюють вісмут і сурму у вигляді основних солей. Декілька капель досліджуваного розчину розбавляють водою і кип'ятять. Випадання осаду свідчить про наявність катіонів сурми та вісмуту. Для їх виділення із досліджуваної суміші додають до всього досліджуваного розчину декілька капель 2 н HCl або NaCl , розводять дистильованою водою і кип'ятять. Осад (I) основних солей, який виділився при цьому, відфільтровують від розчину (I), обробляють невеликою кількістю (1-2 мл) 2 н розчину HNO_3 .

Азотнокислий розчин відокремлюють, нейтралізують насиченим розчином соди і відкривають вісмут реакцією з сіллю олова (II). Осад, який залишився після обробки азотною кислотою, розчиняють в концентрованій хлороводневій кислоті, нейтралізують також содою і відкривають в одержаному розчині сурму (дією $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

2. Розчин (I), який залишився після вилучення солей сурми та вісмуту, трошки упарюють і відокремлюють катіони IV групи.

Для цього до розчину додають поступово при помішування розчин концентрованого NaOH до лужної реакції на лакмус, 5-6 капель перекису водню, після цього ще декілька капель того ж луку до сильно лужної реакції, нагрівають декілька хвилин та фільтрують.

Одержують розчин (II) з катіонами IV групи у вигляді AlO_2^- , ZnO_2^{2-} , CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} , SnO_3^{2-} і осад (II), який містить катіони V і IV групи у вигляді гідроксидів та оксидів.

3. Відкривають катіони IV групи.

Для цього розчин (II) нейтралізують 2н HCl до кислої реакції і проводять дослідження за ходом аналізу суміші катіонів IV групи.

4. Розділяють катіони IV і V групи.

Осад (II), який залишився після відокремлення катіонів IV групи, розчиняють в невеликій кількості 2 н азотної кислоти (при нагріванні), додають при цьому декілька капель H_2O_2 для розчинення можливого в осаді MnO_2 . Одержаний розчин нітратів катіонів V і IV групи нейтралізують 2 н розчином соди до появи муті, додають 2 - 3 кратний об'єм концентрованого розчину аміаку і нагрівають до 40-50° С. При цьому гідроксиди катіонів V групи випадають в осад (III), а катіони VI групи залишаються в розчині (III) у вигляді аміакатів.

5. Осад (III), який містить гідроксиди заліза, марганцю та магнію, обробляють розчином NH_4Cl для розчинення $Mg(OH)_2$ і в одержаному розчині відкривають Mg^{2+} .

Гідроксиди заліза та марганцю, які залишились в осаді, можна розчинити в 2 н HCl і досліджувати на катіони заліза та марганцю.

6. Розчин, який містить аміакати VI групи , нейтралізують HCl (pH= 3-4) і аналізують аналогічно, як суміш катіонів VI групи .

Контрольні запитання і завдання:

1. Які катіони із суміші катіонів IV, V, VI груп можна виявити дробними реакціями?
2. У якому вигляді відокремлюють вісмут і сурьму?
3. Які сполуки утворюються при дії на катіони четвертої аналітичної групи надлишком лугу?
4. Як відокремлюють та відкривають катіони IV групи? 5. Для чого і як розділяють катіони IV і V груп?
6. В чому розчиняється осад гідроксидів заліза та марганцю? 7. Як аналізують розчин аміакатів VI групи?