

Тема: Систематичний хід аналізу катіонів всіх груп (суха задача)

Прилади та реактиви: всі прилади та реактиви, необхідні для визначення катіонів I, II, III, IV, V і IV групи.

Попередні випробування.

Одержавши для аналізу суміш сухих солей, досліджують її зовнішній вигляд і колір. Присутність в суміші кристалів синього кольору вказує на наявність солей Cu^{2+} , рожевих - солей Co^{2+} і Mn^{2+} , зелених - солей Fe^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , жовтий - солей Fe^{3+} .

Після цього аналізовану суміш ділять на дві частини: в одній виявляють катіони, а другу залишають для контролю.

Досліджувану суміш перш за все, розчиняють у воді. Для цього невелику кількість суміші обробляють в пробірці 15-20 краплями дистильованої води, у випадку необхідності нагрівають на водяній бані.

Перед початком аналізу необхідно на сам перед звернути увагу на колір і реакцію розчину (рН). Відсутність забарвлення дає можливість передбачити, що в розчині не має іонів Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Cr^{3+} . Нейтральна реакція розчину вказує, що катіони Sn^{2+} , Hg^{2+} , Sn^{4+} , Bi^{3+} відсутні. Після цього в окремих пробах розчину проводять реакції з сірчаною та хлороводневою кислотами, а також з хлоридом олова(II).

Якщо при дії HCl осад не випадає, то, очевидно не має катіонів Ag^+ , Hg_2^{2+} і можливо - Pb^{2+} .

Відсутність осаду при дії H_2SO_4 свідчить про те, що в досліджуваній суміші не має іонів Ba^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+} , можливо Ca^{2+} . Якщо ж при реакції з лужним розчином SnCl_2 не утворюється чорний осад, то відсутні катіони Bi^{3+} , Hg_2^{2+} , Hg^{2+} .

Після таких випробувань можна провести часткові реакції на катіони IV, V і IV груп.

Аналіз розчину без осаду

1. Відокремлення і відкриття катіонів II групи.

До досліджуваного розчину додають декілька капель концентрованої HCl , дають постояти 2 - 3 хвилини, відфільтровують, перевіряють повноту осадження.

Осад (I) містить катіони Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} у вигляді хлоридів.

Фільтрат (I) містить катіони I, III, IV, V і IV груп.

Осад (I) промивають водою, підкислюють HCl і досліджують за ходом аналізу катіонів II групи.

Якщо концентрація іонів Pb^{2+} в розчині мала, то в осаді (I) солі PbCl_2 може не бути, так як розчинність PbCl_2 достатньо велика. В цьому випадку іони Pb^{2+} необхідно відкривати в осаді сульфатів III групи.

2. Відокремлення і відкриття катіонів III групи.

До фільтрату додають декілька капель 2 н H_2SO_4 , 5-10 хвилин нагрівають на водяній бані, осадок що утворився відфільтровують, перевіряють повноту осадження.

Осад (II) містить BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4 і можливо основні солі Sb .

Фільтрат (II) містить катіони I, IV, V і IV груп.

Осад нагрівають декілька хвилин, попередньо додавши кілька капель концентрованої HCl для розчинення, можливо присутніх в ньому, основних солей Bi , Sb , Sn і відфільтровують.

Осад сульфатів, відокремлений від основних солей, переводять в карбонати. Для цього до осаду додають 3-4 мл насиченого розчину Na_2CO_3 і кип'ятять 5 хвилин, додають 1-2 мл воли і прозорий розчин зливають. До осаду знову приливають порцію насиченого розчину Na_2CO_3 і кип'ятять. Після цього осад карбонатів відфільтровують, промивають водою від іонів SO_4^{2-} , розчиняють в 2н оцтовій кислоті (2-3 мл) при нагріванні. В одержаному розчині містяться ацетати Ba , Sr , Ca , Pb . Для вилучення іонів Pb^{2+} додають KJ , осад PbJ_2 , який утворився, відфільтровують і в фільтраті відкривають катіони Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} за ходом аналізу катіонів III групи.

3. Відкриття катіонів I групи.

Іони NH_4^+ відкривають, нагріваючи декілька крапель розчину з лугом. Для відкриття катіонів K^+ і Na^+ беруть частину фільтрату (II) (1-2 мл) нейтралізують до слабо лужної реакції концентрованим розчином NH_4OH , додають декілька капель розчину нітрату амонію.

Осад, який випав відділяють, розчин випарюють на сухо і залишок прожарюють до повного видалення іону NH_4^+ . Прожарений таким чином осад розчиняють в 1-2 мл води, фільтрують, якщо розчин мутний і відкривають катіони K^+ і Na^+ .

4. Фільтрат (II), який містить катіони IV, V і IV груп, досліджують далі за ходом аналізу суміші катіонів IV, V і IV груп.

Аналіз суміші, що містить осад

Якщо аналізована суміш містить осад, то в ньому можуть бути:

1. Основні солі Sb , Sn , Bi , як результат гідролізу;
2. Хлориди Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} ;
3. Сульфати Ba^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+} , Ca^{2+} ;
4. Гідроксиди катіонів IV, V і IV груп, які можуть утворюватись при взаємодії цих катіонів з продуктами гідролізу.

До 3-4 мл досліджуваного розчину додають декілька крапель 2 н розчину HNO_3 і нагрівають при перемішуванні, потім кілька крапель концентрованої HCl , дають постояти 2-3 хвилини і відфільтровують.

Під дією кислот осад основних солей Sb , Sn , Bi розчиняється і в відокремленому осаді можуть знаходитись катіони II і III груп (PbCl_2 , Hg_2Cl_2 , AgCl , BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4), а у фільтраті - катіони всіх шести груп. Фільтрат досліджують за ходом аналізу суміші катіонів без осаду.

Дослідження осаду

Осад промивають на фільтрі або в пробірці гарячою водою, в промивних водах відкривають катіони Pb^{2+} . Якщо свинець відсутній, то осад промивають гарячою водою до повного видалення із нього PbCl_2 . Після цього осад обробляють невеликою кількістю (1 мл) концентрованої розчину аміаку. При цьому AgCl розчиняється і переходить в розчин, де його відкривають, а катіони Hg_2^{2+} залишається в осаді у вигляді $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ і Hg .

Осад після дії NH_4OH може містити: BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4 , $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ і Hg . Його промивають водою, додають 3-4 мл 30%

розчину ацетату амонію і кип'яють при перемішуванні. В розчині визначають іони Pb^{2+} .

Осад, що залишився може містити сульфати $BaSO_4$, $SrSO_4$, $CaSO_4$, його промивають один раз водою, а потім переводять в карбонати (див. аналіз розчину без осаду). Осад карбонатів відфільтровують, промивають водою, розчиняють в 2н оцтовій кислоті (2-3 мл) і досліджують за ходом аналізу катіонів III групи.

Контрольні запитання та завдання

1. Які катіони із суміші всіх шести аналітичних груп можна виявити дробними реакціями?
2. Охарактеризуйте розчинність хлоридів катіонів другої групи у воді. Як це явище використовують в аналізі?
3. Порівняйте розчинність сульфатів катіонів третьої групи і поясніть, чому при аналізі катіонів усіх шести аналітичних груп серед них може бути й плюмбум сульфат.
4. Які реакції лежать в основі виявлення катіонів Феруму (II) і Феруму (III)? У якому середовищі їх виконують?
5. Які реакції використовують для виявлення катіонів Ca^{2+} і Mg^{2+} ? Напишіть рівняння цих реакцій, зазначте умови і методику їх проведення.
6. Яким чином можна розділити суміш катіонів Fe (III), Mn (II) і Mg (II)? Напишіть рівняння відповідних реакцій.
7. З якою метою під час осадження катіонів п'ятої і шостої груп у вигляді гідроксидів добавляють ще й гідроген пероксид? Які процеси при цьому відбуваються?
8. Які сполуки утворюються при дії на катіони четвертої аналітичної групи надлишком лугу?
9. Який окисник використовують для окиснення катіонів Мангану (II) до перманганат-іонів, і в якому середовищі проводять цю реакцію?
10. Як відокремлюють катіони Купруму і Меркурію (II) від інших катіонів шостої групи? У чому розчиняються утворені продукти?