

## Аналіз суміші аніонів I-III груп

**Прилади і реактиви:** всі прилади, реактиви і розчини, вказані в попередніх роботах по дослідженню та виявленню аніонів.

**Додатково:** універсальний індикаторний папір, крохмальний папір, пероксид водню (8%), сірчана кислота (4н).

Аніони в більшості випадків не заважають один одному при виявленні і їх аналіз ведуть частковим методом .

### Попередні дослідження

1. Розчин досліджують на наявність аніонів I групи.  
До 2-3 крапель слабо лужного розчину (рН = 7-9) додають 2-3 краплі розчину  $\text{BaCl}_2$ . Утворення білого осаду вказує на присутність аніонів I групи, які відкривають частковими реакціями.
2. Досліджують розчин на наявність аніонів II групи.  
До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 3-4 краплі  $\text{HNO}_3$  і 2-3 краплі  $\text{AgNO}_3$ . Утворення осаду вказує на присутність аніонів II групи. Визначення кожного з них проводять частковими реакціями.
3. Аніони III групи відкривають частковим методом.
4. За допомогою універсального індикаторного паперу визначають рН розчину. Якщо  $\text{pH} < 2$ , в розчині можуть бути присутні аніони:  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ .
5. Досліджують розчин на наявність аніона – окисника  $\text{NO}_2^-$ .  
До 5-6 крапель досліджуваного розчину, підкисленого 2н розчином сірчаної кислоти, додають 2-3 краплі йодиду калію і декілька крапель розчину крохмалю. При наявності аніону  $\text{NO}_2^-$  розчин забарвлюється в синій колір.
6. Досліджують розчин на наявність іонів-окисників.  
До 5-6 крапель досліджуваного розчину додають 2 краплі 1н розчину сірчаної кислоти, 2-3 краплі розведеного розчину перманганату калію. Якщо при цьому перманганат калію знебарвлюється, то в розчині можуть бути присутні аніони-відновники:  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{Br}^-$ , можливо, і  $\text{Cl}^-$ .
7. Досліджують розчин на наявність аніонів летких та нестійких кислот.  
До 3-4 крапель досліджуваного розчину приливають 3 краплі 4 н розчину сірчаної кислоти і злегка струшують пробірку. Якщо виділення газу не спостерігається, то розчин злегка нагрівають. Виділення бульбашок газу вказує на можливість присутності аніонів  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ .  
За властивостями газів  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{NO}_2$  (запах, колір) роблять висновок про їх можливий склад. На основі попередніх досліджень роблять висновок про те, які аніони можуть знаходитись в розчині. Після цього приступають до їх виявлення.

### Виявлення окремих аніонів

1. Сульфат-іон відкривають частковим методом із окремої проби розчину дією хлориду барію в підкисленому ( азотною або хлороводневою кислотою) середовищі.
2. Сульфит-іон відкривають із окремої порції розчину розкладанням сірчаною кислотою( при нагріванні). Оксид сірки (IV) , який виділяється, пропускають через розчин перманганату калію. Якщо в розчині присутні аніони  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ , то від них необхідно вивільнитись, так як вони заважають відкриттю аніона  $\text{SO}_3^{2-}$ . До 4 крапель досліджуваного розчину додають 4 краплі розчину хлориду барію. Одержаний осад відокремлюють, промивають водою і обробляють 2-3 каплями 2н розчину хлороводневої кислоти. Газ, що виділяється досліджують на наявність оксиду сірки (IV) .
3. Карбонат-іон відкривають із окремої порції розчину частковою реакцією. Якщо в розчині присутній аніон  $\text{SO}_3^{2-}$ , то його попередньо необхідно окислити, так як він буде заважати виявленню аніона  $\text{CO}_3^{2-}$ . Для цього до досліджуваного розчину додають 8% розчин перекису водню і нагрівають на водяній бані. Після цього досліджують розчин на

- наявність аніона  $\text{CO}_3^{2-}$ .
4. Силікат-іон відкривають із окремої проби досліджуваного розчину шляхом обробітку його хлоридом амонію або хлороводневою кислотою.
  5. Фосфат-іон відкривають із окремої проби розчину за допомогою магnezіальної суміші або молібденової рідини. Якщо в розчині присутні аніони другої групи та аніон  $\text{SiO}_3^{2-}$ , то відкриття фосфат-іону проводять наступним чином. До 5-6 крапель аналізованого розчину додають такий же об'єм хлориду барію. Осад відокремлюють, промивають і розчиняють в 2н хлороводневій кислоті. Одержаний розчин нейтралізують розчином аміаку до  $\text{pH} = 7-8$ , додають декілька кристаликів хлориду амонію та злегка нагрівають. Якщо з'являється осад полікремніевої кислоти, його відфільтровують і відкривають фосфат-іон за допомогою магnezіальної суміші або молібденової рідини.
  6. Сульфід-іон відкривають із окремої проби ацетатом свинцю або окисленням його до вільної сірки. Іони  $\text{S}^{2-}$  можуть заважати відкриттю аніонів  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ . Тому рекомендується їх усунути. Для цього до 5-6 крапель нейтрального або слаболужного розчину ( $\text{pH} = 7-9$ ) додають розчин  $\text{ZnSO}_4$  і нагрівають. Сульфід цинку, який утворився, відокремлюють, а у фільтраті відкривають аніони  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ .
  7. Хлорид-іон відкривають за допомогою нітрату срібла, якщо в досліджуваному розчині відсутні бромід-іони, то хлорид-іони визначають наступним чином. 5-6 крапель досліджуваного розчину підкислюють такою ж кількістю 2н розчину азотної кислоти і додають 5-6 крапель розчину  $\text{AgNO}_3$ . Осад відокремлюють, промивають водою і додають до осаду 6-8 крапель 12% розчину карбонату амонію. Осад відокремлюють, а у фільтраті відкривають аніон  $\text{Cl}^-$  розчином бромиду калію.
  8. Бромід-іон відкривають реакцією окислення його хлорною водою до вільного броду в присутності бензолу. Якщо присутні аніони  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ , то їх спочатку окислюють розчином перманганату калію в кислому середовищі. Для цього до 5-6 крапель досліджуваного розчину додають 2 краплі 2н розчину сірчаної кислоти і додають по каплях при помішуванні розчин перманганату калію до блідо-малинового забарвлення. В одержаному розчині відкривають бромід-іон.
  9. Йодид-іон відкривають окисленням його сірчаною кислотою. До 5 крапель досліджуваного розчину додають 2 краплі концентрованої сірчаної кислоти. Вільний йод, який виділився, виявляють вологим крохмальним папірцем. При наявності в розчині іонів-відновників аналіз ведуть таким же чином, що і при відкритті бромід-іонів.
  10. Нітрат-іон відкривають з дифеніламіном, якщо за попередніми дослідженнями в розчині відсутні аніони  $\text{NO}_2^-$ . Якщо ж розчин містить аніони  $\text{NO}_2^-$ , то їх слід попередньо видалити за допомогою хлориду амонію. До 4-5 крапель розчину додають 5-6 крапель розчину (або кілька кристаликів) хлориду амонію і обережно нагрівають. При цьому нітрит амонію, який утворюється, повністю руйнується з виділенням азоту.
  11. Нітрит-іон відкривають із окремої проби дією мінеральних кислот (виділення бурого газу) або йодидом калію.
  12. Ацетат-іон відкривають із окремих проб досліджуваного розчину дією концентрованої сірчаної кислоти або за допомогою розчину хлориду заліза (III).

### Контрольні запитання та завдання

1. Яким чином класифікують аніони?
2. За допомогою яких реактивів визначають належність аніонів до певної аналітичної групи?
3. Чи має значення  $\text{pH}$  досліджуваного розчину в аналізі суміші аніонів?
4. Як можна виявити аніони  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  при їх сумісній присутності?
5. Які аніони летких сполук виявляють за виділенням газу?
6. Перелічіть аніони-окисники. Як їх можна виявити в досліджуваному розчині?
7. Перелічіть аніони-відновники. Як їх можна виявити в досліджуваному розчині?
8. Як позбуваються дії  $\text{S}^{2-}$  іонів при відкритті аніонів II групи?

9. Чи можна відкрити аніони  $\text{NO}_3^-$  в присутності аніонів  $\text{NO}_2^-$ ? 10. Які аніони можуть бути присутніми в розчині з:
- а) сильно-кислим середовищем? б) лужним середовищем?
  - в) нейтральним середовищем?
11. Як виявляють фосфат-іони за наявності сульфат- та сульфід-іонів?
12. Які іони заважають відкриттю аніона  $\text{PO}_4^{3-}$  і як відкривають  $\text{PO}_4^{3-}$  аніон в присутності цих іонів?
13. Складіть схему аналізу суміші аніонів, що містяться в розчині:
- а)  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ; б)  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ;
  - в)  $\text{SO}_4^{2-}$ ;  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ; г)  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ .