

Аналіз суміші сухих солей (НДРС).

1. 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+} .
2. **Попередні випробування.** Із сухим зразком проби можна виконати реакції забарвлення полум'я. Для цього платинову дротинку після очищення занурюють у концентровану хлоридну кислоту і прожарюють у полум'ї газового пальника. Нагріту дротинку вносять у порошок проби, а потім знову у верхню частину полум'я. Жовте забарвлення свідчить про наявність у пробі Натрію, фіолетове – Калію, карміново-червоне – Стронцію, цегляно-червоне – Кальцію, жовто-зелене – Барію, зелене – Купрум. Слід пам'ятати, що полум'я забарвлюється тільки під час нагрівання летких хлоридів металів, і за результатами попередніх досліджень не можна робити остаточних висновків.
3. Після цього аналізовану суміш ділять на три частини: в одній виявляють катіони, в другій – аніони, третя – залишається для контролю.
4. Досліджувану суміш перш за все, розчиняють у воді. Для цього невелику кількість суміші обробляють в пробірці 15-20 каплями дистильованої води, у випадку необхідності нагрівають на водяній бані. Якщо суміш повністю розчиняється у воді, готують розчин і приступають до аналізу за п.4-7. Якщо ж суміш розчиняється у воді не повністю, то її аналізують за п. 8. В тому випадку, якщо суміш нерозчинна в кислотах, то її аналізують за п. 9.
5. Перш за все, звертають увагу на забарвлення розчину. За кольором розчину можна зробити попередній висновок про наявність або відсутність тих чи інших іонів, наприклад: Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Cr^{3+} , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.
6. Після цього визначають рН розчину. Лужна реакція середовища свідчить про присутність в розчині солей сильних основ і слабких кислот (Na_2S , K_2CO_3 , CH_3COONa та ін.). Кисла реакція вказує на присутність в розчині кислих солей або солей сильних кислот і слабких основ. Нейтральна реакція вказує на те що в розчині можуть бути солі сильних кислот і слабких основ ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$ та ін.).
7. Після цього приступають до відкриття катіонів та аніонів. Аналіз починають з виявлення катіонів. Із окремих проб розчину за допомогою групових реагентів визначають катіони яких аналітичних груп присутні в розчині.
8. Досліджують розчин на наявність катіонів I групи. До 3-4 капель розчину додають 2-3 краплі розчину карбонату натрію. Якщо осад не випадає, то в розчині присутні тільки катіони I групи.
9. Досліджують розчин на наявність катіонів II групи. Якщо при дії карбонату натрію на досліджуваній розчин випадає осад, то беруть нову пробу цього розчину і додають 2-3 краплі 2 н розчину соляної кислоти. Поява осаду свідчить про наявність катіонів II групи.
10. Досліджують розчин на наявність катіонів III групи. До 2-3 капель аналізованого розчину додають стільки ж 2 н розчину сірчаної кислоти і нагрівають. Випадання осаду вказує на присутність катіонів III групи.
11. Досліджують розчин на наявність катіонів IV групи. До 2-3 капель аналізованого розчину додають надлишок гідроксиду натрію (5-6 капель). Розчинення спочатку утвореного осаду свідчить про присутність катіонів IV групи.
12. Проводять дослідження розчину на наявність катіонів V групи. Якщо при дії надлишку розчину гідроксиду натрію осад не розчиняється, то це вказує на наявність катіонів V групи.
13. Проводять дослідження розчину на наявність катіонів VI групи. Для цього діють на аналізований розчин надлишком розчину аміаку. Якщо при дії надлишку розчину гідроксиду амонію осад розчиняється, то це вказує на наявність катіонів VI групи.
14. Після цього приступають до виявлення катіонів за окремими групами, за схемами аналізу суміші катіонів всіх шести груп.
15. Виявлення аніонів. Встановлення присутності тих чи інших катіонів в досліджуваному розчині значно полегшує виявлення аніонів. Користуючись

таблицею розчинності, можна наперед передбачити наявність в досліджуваному розчині окремих аніонів. Наприклад, якщо вихідна суміш солей добре розчиняється у воді і в розчині відкритий катіон

Ba^{2+} , то цей розчин може містити аніони I групи (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-}).

16. Якщо в аналізованій суміші відкритий катіон Ag^+ і суміш розчиняється у воді, то в ній відсутні галогенід-іони. Присутність аніонів SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, NO_2^- зазвичай встановлюють попутно з відкриттям катіонів з виділенням газів (SO_2 , CO_2 , NO_2) при підкисленні аналізованого розчину, коли проводять випробування на катіони II і III груп.
17. Зробивши попередні висновки, переходять до відкриття аніонів.
18. Так як аналізу аніонів заважають катіони II-VI груп, то їх відділяють кип'ятінням сухої суміші (або розчину) з розчином карбонату натрію. При цьому аніони переходять в розчин у вигляді натрієвих солей, а катіони II-VI груп випадають в осад.
19. Приблизно 0,1 г сухої суміші (або розчину) змішують в тиглі з 0,4 г карбонату натрію, приливають 50-60 капель води (якщо брали суху сіль, а не розчин) і кип'ятять 5 хвилин, додаючи воду замість тої, яка випаровується, після цього вміст тигля фільтрують. Отриманий розчин називають содовою витяжкою. В ньому відкривають аніони I-III груп, попередньо содову витяжку нейтралізують оцтовою кислотою для видалення надлишку карбонату натрію.
20. Досліджують одержаний розчин на наявність аніонів I групи. До 2-3 капель нейтрального або слабо лужного розчину додають 2 краплі розчину хлориду барію. Якщо осад випадає, то в розчині присутні аніони I групи.
21. Досліджують розчин на наявність аніонів II групи. 2 краплі розчину підкислюють 2 каплями 2 н розчину азотної кислоти і додають каплю нітрату срібла. Випадання осаду вказує на присутність аніонів II групи.
22. Якщо при дослідженні на аніони I і II груп осади не утворюються, то, можливо, присутні аніони III групи. Оскільки іони CO_3^{2-} і CH_3COO^- вводять при одержанні і подальшій нейтралізації содової витяжки, то їх відкривають в окремій порції сухої суміші дією соляної або сірчаної кислот.
23. Після цього приступають до відкриття аніонів за окремими групами, за схемами аналізу суміші аніонів всіх трьох груп.
24. Переведення в розчин і аналіз суміші, нерозчинної у воді, але розчинної в розведених кислотах.
25. Для цього 2-3 краплі розчину, який знаходиться над осадом, поміщають на предметне скло і випарюють насухо. Поява нальоту на склі свідчить про часткову розчинність суміші. При частковій розчинності відокремлюють розчин від частини, яка не розчинилась і аналізують окремо. Розчин аналізують за схемою аналізу суміші, розчинної у воді. Частину суміші, яка не розчиняється у воді та суху суміш, яка зовсім не розчиняється у воді, досліджують на розчинність у кислотах.
27. Невелику порцію суміші обробляють в пробірці при перемішуванні 2 н оцтовою кислотою. Спостерігають, виділення при цьому газів CO_2 , SO_2 , NO_2 , що необхідно врахувати при подальшому аналізі аніонів. Якщо суміш не розчиняється, розчин нагрівають.
28. Якщо суміш не розчиняється в оцтовій кислоті, то невелику порцію її обробляють 2 н соляною кислотою. Якщо вона розчиняється в соляній кислоті, то це свідчить про відсутність катіонів Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} .
29. Якщо суміш не розчиняється в соляній кислоті, пробують розчинність в 2 н азотній кислоті або в 2 н сірчаній кислоті. Якщо суміш розчинилась в сірчаній кислоті, то в ній відсутні катіони III групи.
30. Якщо суміш не розчиняється в розведених кислотах, то перевіряють розчинність в концентрованій азотній кислоті або "царській горілці". Якщо суміш при цьому розчиняється, то розчин обережно випарюють до видалення надлишку кислот, залишок розчиняють при нагріванні в невеликій кількості води і аналізують за ходом аналізу суміші всіх груп катіонів.
31. Переведення в розчин та аналіз суміші, не розчинної в кислотах.
32. Якщо суміш не розчинилась у воді, кислотах і "царській горілці", то вона може містити галогеніди: AgCl , AgBr , AgI та сульфати BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 , PbSO_4 .
33. Проводять розчинення сульфату свинцю. До проби речовини додають надлишок гідроксиду натрію та нагрівають. В одержаному розчині відкривають катіони Pb^{2+} характерними реакціями.

34. Проводять розчинення BaSO_4 , SrSO_4 , CaSO_4 . Сульфати переводять в карбонати кип'ятінням з концентрованим розчином карбонату натрію, розчиняють в 2н оцтовій кислоті і аналізують.
35. Проводять розчинення AgCl , AgBr . До проби додають надлишок розчину аміаку. В одержаному розчині відкривають Ag^+ .
36. Проводять розчинення йодиду срібла. Пробу речовини обробляють розчином тіосульфату натрію. В одержаному розчині відкривають аніон I^- характерними реакціями.

Контрольні запитання та завдання

1. Які попередні випробування виконують для визначення складу невідомої речовини?
2. Про що свідчить кисла реакція середовища розчину?
3. Під дією розчину натрій карбонату на досліджуваний розчин невідомої речовини осад не утворився. До якої аналітичної групи належать катіони речовини?
4. Як досліджують розчин на наявність катіонів II групи?
5. У результаті взаємодії досліджуваного розчину з сульфатною кислотою при нагріванні утворився осад. До якої аналітичної групи належить катіон речовини?
6. Як проводять дослідження розчину на наявність катіонів VI групи?
7. Якщо аналізована суміш розчиняється у воді та в ній відкритий катіон Ag^+ , про відсутність яких аніонів це свідчить?
8. Як відділяють аніони від катіонів II – VI груп?
9. Як досліджують розчин на наявність аніонів I групи?