

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ УКРАЇНИ
ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ
(ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ)

Затверджено
Вченою радою ЗНУ
Протокол № від 2012

Запоріжжя
2012

УДК: 54(076)
М 545

Методичні вказівки до лабораторних робіт з аналітичної хімії

(якісний аналіз) /Т.В. Панасенко, Л.О. Омелянчик, О.В. Ткачук, В.В. Перетяцько.-

Запоріжжя: ЗНУ.- 2012.-60 с.

Методичні вказівки призначені для студентів, що навчаються за напрямом підготовки 6.040102 “Біологія” та 6.040106 “Екологія, охорона навколишнього середовища та збалансоване природокористування”. В даних вказівках систематизовані якісні реакції катіонів за кислотно-лужною класифікацією та аніонів за розчинністю солей Аргентуму та Барію а також наведені схеми розподілу катіонів при їх сумісній присутності. Методичні вказівки включають хід аналізу суміші сухих солей.

Рецензент: кандидат хімічних наук,

доцент кафедри хімії ЗНУ Н.П.Лашко

Відповідальний за випуск: доктор фармацевтичних наук,

професор Л.О. Омелянчик

Зміст

1. I група катіонів	4
2. II група катіонів	7
3. III група катіонів	11
4. Систематичний хід аналізу суміші катіонів I, II, III груп	16
5. IV група кат іонів	17
6. V група катіонів	24
7. VI група катіонів	31
8. Систематичний хід аналізу IV, V, VI груп	36
9. Систематичний хід аналізу катіонів всіх груп	38
10.Класифікація аніонів	40
11.Перша група аніонів	42
12.Друга група аніонів	45
13.Третя група аніонів	48
14.Аналіз суміші аніонів I – III груп	50
15.Аналіз суміші сухих солей (НДРС)	53
16.Література	50
17.Таблиця I, таблиця 2	51
18.Таблиця 3	52

Ведення лабораторного журналу

Результати робіт виконаних в лабораторії, повинні записуватись в лабораторний журнал. Всі записи виконуються під час заняття. Не слід починати новий дослід, поки результати попереднього не занесені в журнал. Ніякі помітки на чорнових (чи окремих листках паперу) не допускаються.

При вивченні характерних реакцій того чи іншого іону в журнал записують назву вихідної речовини і реактиву, рівняння реакції і її зовнішній ефект, властивості одержаного осаду (колір, структура, розчинність і т.п.), а також умови виконання реакції (табл. 1).

При виконанні контрольних робіт рекомендується єдина форма запису результатів. Зразок запису в лабораторному журналі приведений в табл. 2.

КИСЛОТНО-ЛУЖНА КЛАСИФІКАЦІЯ КАТІОНІВ

Згідно кислотно-лужної класифікації катіони поділяють на 6 груп (табл. 3).

Катіони за кислотно-лужною класифікацією, за винятком катіонів I групи, можна розділити на катіони кислотної (II і III) та лужної (IV, V, VI) груп.

ХАРАКТЕРИСТИКА ПЕРШОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ КАТІОНІВ

До першої групи катіонів відносяться K^+ , Na^+ , NH_4^+ на відміну від катіонів інших груп майже всі солі натрію, калію і амонію добре розчиняються у воді. Катіони K^+ , Na^+ , NH_4^+ безбарвні. Гідроксиди натрію і калію $NaOH$ і KOH - добре розчиняються у воді і є сильними основами. Гідрат аміаку $NH_3 \cdot H_2O$ є слабкою основою: це нестійке з'єднання, легко розкладається на аміак і воду навіть при кімнатній температурі. Гідролізу піддаються всі солі амонію, а також натрієві та калієві солі слабких кислот. Аналітичною ознакою катіонів першої групи є відсутність групового реактиву.

Солі амонію є нестійкими і легко розкладаються при нагріванні. Ця властивість використовується при видаленні солей амонію з суміші солей катіонів першої групи. В організмі людини натрій у вигляді його розчинних солей (хлориду, фосфату і гідрокарбонату) міститься в основному в позаклітинних рідинах: плазмі крові, лімфі і травних соках. Осмотичний тиск плазми крові підтримується на необхідному рівні в основному за рахунок хлориду натрію. Калій також міститься в усіх тканинах організму людини, але на відміну від натрію калій знаходиться всередині клітин. Іон калію відіграє важливу роль в деяких біохімічних процесах, визначена концентрація калію в крові необхідна для нормальної роботи серця.

Сполуки натрію, калію і амонію знаходять застосування у фармації. Хлорид натрію входить до складу ізотонічного розчину і кровозамінників, а також

застосовується як допоміжний засіб при виготовленні різних лікарських препаратів. Гідрокарбонат натрію NaHCO_3 застосовують при підвищеній кислотності шлункового соку. Саліцилат натрію використовують при лікуванні ревматизму. 10% розчин аміаку у воді називають нашатирним спиртом і використовують при виведенні хворого із стану запаморочення.

І група катіонів

Прилади та реактиви: пробірки, скляні палички, фарфорові чашки (або тиглі), лакмусовий папір, лійки, фільтри, електроплитки, водяні бані.

Розчини: калію хлорид (0,5 н), натрію гексанітрокобальтат (III), натрію гідротартрат (1 н), розчин Неслера, амонію хлорид (0,5 н), калію гідроксид (2 н) натрію хлорид (0,5 н), калію гексагідроксоантімонат (V).

Характерні реакції катіонів K^+

1. Реактив $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ - натрію гексанітрокобальтат (III).

Катіони калію з гексанітрокобальтатом (III) натрію $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ утворюють жовтий осад комплексної солі $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

До краплі розчину солі калію (KCl або KNO_3) приливають 1-2 краплі розчину гексанітрокобальтату (III) натрію. Цю реакцію проводять в слабо кислому або нейтральному середовищі, так як луки розкладають реактив з виділенням бурого осаду $\text{Co}(\text{OH})_3$, а мінеральні кислоти розчиняють осад комплексної солі. Цій реакції заважають катіони NH_4^+ , які утворюють з гексанітрокобальтатом (III) натрію осад білого кольору $(\text{NH}_4)_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

2. Реактив $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ - гідротартрат натрію.

Катіони калію з гідротартратом натрію $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ утворюють білий кристалічний осад $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$.

В пробірку поміщають 4-5 капель розчину солі калію і додають стільки ж капель розчину гідротартрату натрію, перемішують скляною паличкою (потерти паличкою стінки пробірки).

Напишіть рівняння реакції.

Цю реакцію необхідно проводити тільки в нейтральному середовищі, так як осад розчиняється в кислотах і лугах. Реакція малочутлива, її слід проводити при надлишку реактиву, охолодженні, перемішуванні розчину. Цій реакції заважають катіони NH_4^+ , так як утворюють осад $\text{NH}_4\text{HC}_4\text{H}_4\text{O}_6$.

Характерні реакції катіонів NH_4^+

1. Реактив Неслера - $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$, KOH .

Реактив Неслера з катіонами амонію утворює осад червоно-бурого кольору або жовте забарвлення (при малих кількостях іонів NH_4^+).



В пробірку поміщають 1 каплю розчину NH_4Cl , 5 капель води і додають 2-3 краплі реактиву Неслера.

Катіони K^+ і Na^+ не мішають відкриттю NH_4^+ цією реакцією. В присутності катіонів лужних груп відкривати NH_4^+ цим реактивом не можна, так як всі вони утворюють з лугом, який знаходиться в ньому, осад гідроксидів.

Слід осадити лугом погано розчинні гідроксиди, відкинути осад, а потім відкривати катіони NH_4^+ реактивом Неслера.

2. Реактив - гідроксиди лужних металів KOH (NaOH).

Катіони NH_4^+ з лугами утворює гідроксид амонію, який при нагріванні легко розкладається з виділенням аміаку.

До 2-3 капель розчину солі амонію додають 3-4 краплі лугу і ставлять на водяну баню. Аміак виявляють по запаху або лакмусовому папірцю змоченому водою.

Напишіть рівняння реакції.

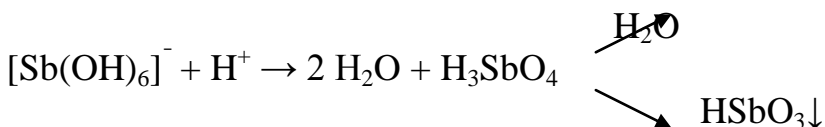
Характерні реакції катіонів Na^+

1. Реактив гексагідроксоантимонат (V) калію $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$

Катіони Na^+ з гексагідроксоантимонатом (V) $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ утворюють білий кристалічний осад $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$.

До 2-3 капель розчину солі натрію (NaCl) додають рівний об'єм реактиву (потерти скляною паличкою стінки пробірки). Напишіть рівняння реакції.

Цю реакцію проводять в нейтральному середовищі, так як в кислому середовищі реактив розкладається з виділенням білого аморфного осаду метасурмяної кислоти HSbO_3 , що заважає даній реакції:



Реакція малочутлива, тому її проводять з надлишком реактиву, при охолодженні та перемішуванні.

В лужному середовищі осад розчиняється:



Хід аналізу катіонів I групи

В окремій пробі досліджуваного розчину відкривають NH_4^+ - іони реактивом Неслера. Якщо іони NH_4^+ виявлені, то їх необхідно видалити з досліджуваного розчину, так як вони заважають відкриттю катіонів K^+ та Na^+ .

Для цього досліджуваний розчин (15-20 капель) випарюють в фарфоровій чашці або тиглі насухо і сухий залишок прожарюють до повного видалення іонів NH_4^+ . Пробу на повноту видалення іонів NH_4^+ роблять декілька разів, по мірі його видалення, тобто, взявши кристалик прожареного осаду, розчиняють його в 1-2 каплях води і добавляють реактив Неслера.

Коли іони NH_4^+ видалені з осаду повністю, весь прожарений осад розчиняють в 1-2 мл води, фільтрують і в окремих порціях отриманого розчину відкривають катіони K^+ за допомогою розчину гексанітрокобальтату (III) натрію та катіони Na^+ - гексагідроксоантимонатом (V) калію.

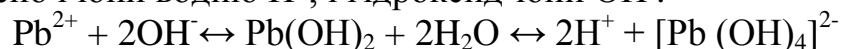
Контрольні запитання

1. Які катіони I групи і якими реактивами можна виявити без розділення?
2. Які катіони заважають відкриттю іонів K^+ та Na^+ ?
3. Чому відкриття катіону K^+ гідротартратом натрію необхідно проводити в нейтральному середовищі? Напишіть рівняння реакції.
4. Чому реакція катіону Na^+ з гексагідроксоантимонатом (V) калію повинна проводитись в нейтральному середовищі?
5. Як можна виявити при сумісній присутності K^+ і NH_4^+ ; K^+ і Na^+ ; Na^+ і NH_4^+ ?

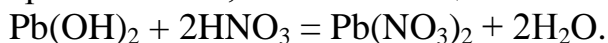
ХАРАКТЕРИСТИКА ДРУГОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ КАТІОНІВ

До другої аналітичної групи катіонів відносяться іони Pb^{2+} , Hg^+ , Ag^+ . Солі цих катіонів майже всі погано розчиняються у воді. Добре розчиняються тільки нітрати катіонів цієї групи, а також ацетат срібла і свинцю. Катіони Pb^{2+} , Hg^+ , Ag^+ безбарвні.

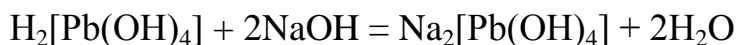
Гідроксиди срібла та ртуті (I) є нестійкими сполуками і в момент утворення розпадаються на відповідний оксид і воду. Гідроксид свинцю $\text{Pb}(\text{OH})_2$ є важко розчинним слабким електролітом і має амфотерні властивості, тобто при дисоціації утворюють одночасно і іони водню H^+ , і гідроксид-іони OH^- :



При дисоціації гідроксиду свинцю (II) за типом кислоти утворюється комплексний іон $[\text{Pb}(\text{OH})_4]^{2-}$. Цим і пояснюється взаємодія амфотерних гідроксидів з кислотами і лугами. При додаванні до гідроксиду свинцю (II) кислоти зростає концентрація іонів водню. Згідно з правилом Ле-Шательє, дисоціація $\text{Pb}(\text{OH})_2$ по типу кислоти пригнічується, а за типом основи посилюється. У результаті осад $\text{Pb}(\text{OH})_2$ розчиняється і утворюється сіль, в якій свинець є катіоном:



При додаванні до гідроксиду свинцю (II) лугу зростає концентрація іонів OH^- . Рівновага в системі знову порушується, але тепер переважає дисоціація $\text{Pb}(\text{OH})_2$ по типу кислоти. Тоді реакція взаємодії з лугом проходить з утворенням комплексної солі:



або



Солі катіонів другої групи піддаються гідролізу і їх розчини мають кислу реакцію. Іони Pb^{2+} , Ag^+ і Hg_2^{2+} здатні утворювати комплексні сполуки. Катіон Ag^+ утворює комплексні іони з аміаком, CN^- , SO_3^{2-} та ін. Завдяки цій здатності можна переводити в розчин солі срібла (AgCl , AgBr тощо) у вигляді розчинних комплексних солей, що широко застосовується в якісному аналізі.

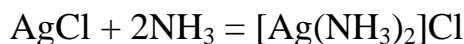
Груповим реактивом для другої аналітичної групи є розбавлена хлоридна кислота або її розчинні у воді солі. При дії групового реактиву утворюються білі сирністі осадки PbCl_2 , AgCl , Hg_2Cl_2 , причому іони Pb^{2+} повністю не осаджуються. Всі розчинні сполуки свинцю і ртуті отруйні. Сполуки катіонів другої групи знаходять широке застосування в медицині і фармації. Іони срібла в дуже низькій концентрації стерилізують воду і пригнічують розвиток бактерій. Нітрат срібла використовують при лікуванні захворювань очей. Колларгол (колоїдне срібло) застосовують для промивання гнійних ран, сечового міхура і при гнійних кон'юнктивітах. Протаргол - препарат срібла - застосовують як в'яжучий засіб для зм'якшення слизових оболонок верхніх дихальних шляхів. Основний ацетат свинцю (II) застосовується для примочок і компресів, оксид свинцю (II) PbO - для виготовлення свинцевого пластиру.

II група катіонів

Характерні реакції катіонів Ag^+

1. Реактив HCl , KCl .

З аніонами Cl^- катіони Ag^+ утворюють відповідно білий аморфний осад хлориду срібла AgCl . До 2 крапель розчину AgNO_3 додають 2 краплі розведеної HCl . До розчину з осадом додають 5 крапель концентрованого розчину аміаку і збовтують до розчинення, потім ще додають 6 крапель концентрованої азотної кислоти:



2. Реактив KJ .

З аніонами J^- катіони Ag^+ утворюють жовтий аморфний осад йодиду срібла AgJ .

Напишіть рівняння реакції.

3. Реактив хромат калію K_2CrO_4 .

Хромат іони CrO_4^{2-} утворюють з катіонами Ag^+ осад цегляного кольору Ag_2CrO_4 , розчинний в HNO_3 та NH_4OH .

Тому реакцію можна проводити в нейтральному або слабо лужному середовищі. Беруть в пробірку 2-3 краплі розчину

AgNO_3 і добавляють 3-4 краплі дистильованої води і 1-2 краплі розчину K_2CrO_4 .

Напишіть рівняння реакції.

Характерні реакції катіонів Hg_2^{2+}

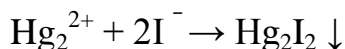
1. Реактив NH_4OH .

При дії на хлорид ртуті утворюється чорний осад, за рахунок виділення металічної ртуті:



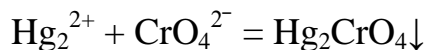
2. Реактив KI .

З розчином KI катіони Hg_2^{2+} утворюють осад брудно-зеленого кольору:



3. Реактив K_2CrO_4 .

Іони CrO_4^{2-} , при нагріванні, утворюють з Hg_2^{2+} осад червоно-бурого кольору:

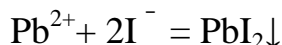
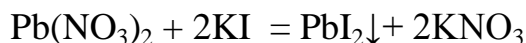


Осад нерозчинний в лугах і розведеній CH_3COOH , а розчинний в концентрованій HNO_3 .

Характерні реакції катіонів Pb^{2+}

1. Реактив KI .

З аніонами I^- утворюють яскраво-жовтий осад PbI_2 .



До 2 крапель розчину $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ додають 2 краплі розчину KI . До отриманого розчину додають 0,5 мл води і 3-4 краплі розведеної CH_3COOH , нагрівають 2 хвилини, а потім охолоджують під холодною водою, з'являються золоті краплинки. (Реакція "золотого дощу").

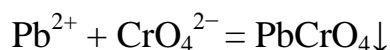
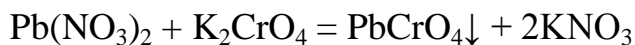
2. Реактив H_2SO_4 .

Іони SO_4^{2-} осаджують катіони Pb^{2+} у вигляді білого кристалічного осаду. Напишіть рівняння реакції. Осад розчиняється при нагріванні в лугах:



3. Реактив K_2CrO_4 .

З аніонами CrO_4^{2-} утворюють осад жовтого кольору PbCrO_4 , який не розчиняється в оцтовій кислоті, але розчиняється в лугах та азотній кислоті.



Хід аналізу катіонів II групи.

До досліджуваного розчину (2-3 мл) додають рівний об'єм спирту або ацетону для зниження розчинності $PbCl_2$ та 2 н розчин хлороводневої кислоти. Осад хлоридів, який утворився, відфільтровують. У фільтраті роблять пробу на повноту осадження катіонів II групи, додаючи до нього ще 1-2 краплі хлороводневої кислоти. Відсутність помутніння в пробі означає, що катіони II групи осаджені повністю.

Осад хлоридів, не знімаючи з фільтра, промивають невеликими порціями (1-2 мл) гарячої води. Хлорид свинцю при цьому розчиняється і переходить в промивні води, де його відкривають реакцією з KI. Якщо катіони Pb^{2+} відкриті, то осад промивають водою до повного усунення із нього $PbCl_2$.

Після цього осад, який залишився на фільтрі, обробляють невеликою кількістю (1-2 мл) розчину NH_4OH . Почорніння осаду при цьому є ознакою наявності в ньому катіонів ртуті Hg_2^{2+} . В одержаному аміачному розчині відкривають катіони Ag^+ . Для цього розчин підкислюють розведеною азотною кислотою для розрушення аміачного комплексу $[Ag(NH_3)_2]Cl$, якщо він є в розчині. Помутніння розчину при підкисленні означає випадання осаду $AgCl$, тобто наявність в розчині катіонів Ag^+ .

Контрольні запитання

1. Які катіони відносяться до II аналітичної групи? Назвати групові реактиви.
2. Чому до суміші катіонів II групи спочатку приливають розчин HCl , а потім NH_3 ?
3. За допомогою яких реакцій можна відкривати Ag^+ ?
4. На чому базується відділення Pb^{2+} від Ag^+ , Hg_2^{2+} ?
5. Як відкрити Pb^{2+} ?
6. Чому при дії NH_4OH на суміш $AgCl$ і Hg_2Cl_2 відбувається почорніння осаду? Що переходить при цьому в розчин?
7. За допомогою яких реакцій можна відкрити іон Hg_2^{2+} ?
8. Яку роль відіграє HNO_3 при відкритті Ag^+ ?
9. Який із катіонів II групи проявляє амфотерні властивості?
10. Хід аналізу: а) Pb^{2+} і Ag^+ ;
б) Pb^{2+} і Hg_2^{2+} ;
в) Ag^+ і Hg_2^{2+}

ХАРАКТЕРИСТИКА ТРЕТЬОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ КАТІОНІВ

До третьої групи катіонів відносяться іони двовалентних металів Ba^{2+} , Sr^{2+} та Ca^{2+} . Ці катіони безбарвні. Галогеніди, нітрати і ацетати цих катіонів добре

розчиняються у воді. Гідроксиди катіонів цієї групи є сильними електролітами та розчинність їх зменшується в послідовності $\text{Ba}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Sr}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$. Сульфати барію, стронцію і кальцію погано розчиняються у воді, тому груповим реактивом є сірчана кислота. Найменш розчинний сульфат барію, а найбільш розчинний - сульфат кальцію. Внаслідок цього при додаванні сірчаної кислоти до суміші катіонів третьої групи осад BaSO_4 виділяється миттєво, навіть з розведених розчинів, осад SrSO_4 - через деякий час, а CaSO_4 - тільки з концентрованих розчинів солей кальцію. Осадження CaSO_4 завжди буває неповним. Солі барію і кальцію широко поширені в природі. Природна вода містить в розчині солі кальцію, чим обумовлена її твердість. Кальцій є одним з основних структурних компонентів кісток людини і тварин. Він необхідний для здійснення процесу передачі нервових імпульсів, для скорочення скелетних і гладких м'язів, кальцій бере участь в процесі згортання крові. Сполуки кальцію і барію входять до складу багатьох фармацевтичних препаратів. Сульфат кальцію (гіпс) застосовують при накладанні пов'язок і виготовленні зубних порошків. Хлорид і глюконат кальцію використовують для лікування при алергічних захворюваннях. Сульфат барію застосовується при рентгеноскопичних дослідженнях шлунка і кишечника як контрастний засіб (BaSO_4 не пропускає рентгенівські промені).

III група катіонів (група сірчаної кислоти)

Прилади та реактиви: пробірки, лійки, фільтри, електроплитки, водяна баня.

Розчини: Барію хлорид (0,5 н) або барію нітрат (0,5 н), калію хромат (0,5 н), оцтова кислота (2 н), калію біхромат (0,5 н), натрію ацетат (0,5 н), стронцію хлорид (0,5 н) або стронцію нітрат (0,5 н), гіпсова вода, кальцію хлорид (0,5 н), калію гексаціаноферрат (II) (0,5 н), натрію карбонат або калію карбонат (3н), амонію сульфат (насичений).

Характерні реакції катіону Ba^{2+}

1. Реактив K_2CrO_4 .

З іонами CrO_4^{2-} катіони Ba^{2+} утворюють світло-жовтий кристалічний осад BaCrO_4 , нерозчинний в оцтовій кислоті.

В пробірку поміщають 3 краплі розчину хлориду барію, додають 3 краплі розчину хромату калію і 3 краплі розчину оцтової кислоти.

Напишіть рівняння реакції.

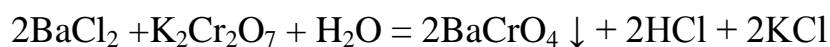
Ця властивість відрізняє BaCrO_4 від SrCrO_4 , осад якого розчиняється в оцтовій кислоті. Катіони Ca^{2+} з хромат-іонами осад не утворюють. Тобто катіони Ba^{2+} можна відкривати даною реакцією в присутності катіонів Sr^{2+} та

Ca^{2+} .

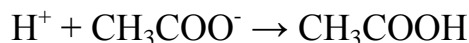
2. Реактив $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Аналогічно взаємодіють з іонами Ba^{2+} іони $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2+}$:

В пробірку помішають 3 краплі хлориду барію, додають 3 краплі розчину біхромату калію і 4-5 капель розчину ацетату натрію і нагрівають на водяній бані :



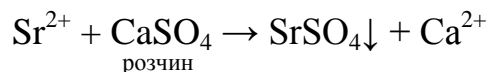
В осад при даній реакції випадає не BaCr_2O_7 , а BaCrO_4 , так як біхромат барію нестійкий в водних розчинах. Кислоту, яка утворюється в ході реакції, зв'язують дією ацетату натрію, при цьому утворюється мало дисоційована оцтова кислота:



Характерні реакції катіону Sr^{2+}

1. Реактив CaSO_4 (гіпсова вода).

Катіони Sr^{2+} відкривають дією розчину CaSO_4 (гіпсова вода). Ця реакція базується на суттєво різній розчинності сульфатів стронцію та кальцію ($\text{ДР SrSO}_4 < \text{ДР CaSO}_4$)



До порції досліджуваного розчину (4-6 капель) додають рівний об'єм гіпсової води, нагрівають суміш на водяній бані 4-5 хвилин і дають постояти. Випадання невеликої кількості кристалічного осаду буде ознакою наявності катіонів Sr^{2+} .

Характерні реакції катіонів Ca^{2+}

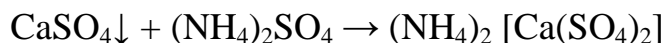
1. Реактив $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Катіони кальцію можна відкривати дією оксалату амонію в оцтовокислому середовищі, при цьому утворюється осад CaC_2O_4 , практично нерозчинний в оцтовій кислоті.

В пробірку наливають 3 краплі розчину CaCl_2 , каплю розчину оцтової кислоти, потім додають 3 краплі розчину оксалату амонію і 2 краплі розчину аміаку. Напишіть рівняння реакції.

Цій реакції заважають катіони Ba^{2+} і Sr^{2+} , які необхідно усунути із сфери реакції. Із всіх реакцій ця реакція найбільш чутлива.

В ході аналізу катіони Ba^{2+} усувають перед відкриттям іонів Sr^{2+} , тому для перевірки на катіони Ca^{2+} необхідно провести відділення катіонів Sr^{2+} . Для цього використовують реакцію з сульфатом амонію. На відміну від SrSO_4 , сульфат кальцію значно розчиняється в надлишку сульфату амонію з утворенням нестійкої комплексної солі:

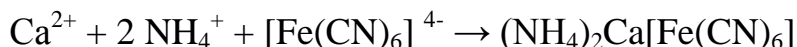


Sr^{2+} іони переходять в осад і можуть бути відділені від іонів Ca^{2+} , які залишаються в розчині у вигляді даної комплексної солі.

2. Реактив $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Дана реакція характерна, іони Ca^{2+} в присутності NH_4^+ при нагріванні з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворюють білий кристалічний осад. Дана реакція малочутлива. Катіони Ba^{2+} і Sr^{2+} даної реакції не дають.

До досліджуваного розчину приливають невелику кількість розчинів NH_4Cl і $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ та нагрівають до кипіння. Через деякий час випадає білий кристалічний осад комплексної солі:



Хід аналізу катіонів III групи

1. Виявлення та вилучення іонів Ba^{2+} .

В пробірку поміщають 3 краплі досліджуваного розчину, 3 краплі ацетату натрію та 3 краплі біхромату калію.

Якщо випадає осад, який свідчить про наявність цих іонів в досліджуваному розчині, то необхідно провести реакцію їх видалення із фільтрату, в якому знаходяться катіони III групи, тим же реактивом. Осад біхромату барію одфільтровують та відбирають. У розчині який залишився, перевіряють повноту осадження іонів барію, додаючи 1 каплю розчину ацетату натрію і 1-2 краплі розчину хромату калію.

2. Переосадження іонів Sr^{2+} і Ca^{2+}

Фільтрат після вилучення іонів Ba^{2+} містить аніони CrO_4^{2-} , які заважають відкриттю катіонів Sr^{2+} і Ca^{2+} . Для їх вилучення фільтрат нагрівають до кипіння, додають по каплях концентрований розчин гідроксиду амонію до лужного середовища, а потім розчин карбонату калію або натрію (Зн). Потім знову нагрівають 7-10 хвилин на киплячій водяній бані. Випадає осад $CaCO_3$, $SrCO_3$. Цей осад відфільтровують, промивають на фільтрі гарячою водою від іонів CrO_4^{2-} , які мають жовтий колір. Фільтрат та промивні води відкидають.

Промитий осад розчиняють у гарячій 2н оцтовій кислоті і в отриманому розчині відкривають катіони Sr^{2+} і Ca^{2+} .

Якщо при нагріванні Na_2CO_3 або K_2CO_3 осад не утворюється, то це вказує на відсутність у розчині катіонів Sr^{2+} і Ca^{2+} .

3. Виявлення катіонів Sr^{2+} .

У окремі порції розчину (3-4 краплі відкривають Sr^{2+} реакцією з гіпсовою водою (5-6 капель). Якщо результат реакції позитивний, тобто у розчині виявлені катіони Sr^{2+} , то їх треба вилучити, так як вони заважають відкриттю катіонів Ca^{2+} .

Для цього розчин, у якому знаходяться катіони Sr^{2+} і Ca^{2+} , нагрівають до кипіння, та додають до нього насичений розчин $(NH_4)_2SO_4$, знову нагрівають 10 хв. на киплячій водяній бані. Катіони Sr^{2+} при цьому випадають у вигляді $SrSO_4$, який відфільтровують та відкидають. У фільтраті роблять пробу на повноту вилучення іонів Sr^{2+} , після чого можна проводити реакції на катіони Ca^{2+} , які залишилися в розчині у вигляді комплексних іонів $[Ca(SO_4)_2]^{2-}$.

4. Виявлення катіонів Ca^{2+} .

Фільтрат, який залишився після вилучення іонів Sr^{2+} нагрівають, підкислюють 2н оцтовою кислотою, додають оксалат амонію, розчин аміаку і нагрівають. Поява білого осаду свідчить про наявність катіонів Ca^{2+} .

Контрольні запитання

1. Яка розчинність сульфатів катіонів III групи? Чому при дії групового реактиву (H_2SO_4) на розчин, який містить катіони III групи, катіони Ca^{2+} осаджуються не повністю (необхідно проводити додаткове осадження.)?
2. Присутність яких речовин знижує розчинність сульфату кальцію?
3. Чи можливо виявити Ba^{2+} в присутності Ca^{2+} і Sr^{2+} ?
4. Чи можливо виявити Ca^{2+} реакцією з оксалатом амонію в присутності Sr^{2+} і Ba^{2+} ?
5. Які реакції будуть відбуватись, якщо до розчину, який містить іони Ca^{2+} і Sr^{2+} , прилити надлишок розчину сульфату амонію?

6. Яким реактивом можна виявити іони Ca^{2+} в присутності іонів Sr^{2+} і Ba^{2+} ?
7. Для чого переводять сульфати катіонів III групи в карбонати ?
8. Як виявити катіони III групи при їх сумісній присутності ?

Систематичний хід аналізу суміші катіонів I, II та III груп.

Прилади та реактиви: всі прилади та реактиви, необхідні для аналізу катіонів I, II та III груп. Додатково - 2 н розчин амонію карбонату.

Аналіз розчину без осаду

Розчин (без осаду) який містить суміш катіонів I, II та III груп, досліджують за наступною схемою.

Із окремої проби відкривають NH_4^+ реактивом Неслера. Після цього до досліджуваного розчину (1,5 мл) додають 3-4 краплі концентрованої хлороводневої кислоти. Осад (1), який випав, промивають водою (15-20 капель), підкисленим 2 н розчином хлороводневої кислоти та досліджують за ходом аналізу катіонів II групи. Потім роблять пробу на повноту осадження катіонів II групи.

До розчину (1), який містить катіони I та III груп і частково катіони Pb^{2+} приливають декілька капель концентрованого розчину NH_4OH до лужного середовища, нагрівають до $70-80^\circ \text{C}$ а потім приливають 2 н розчин $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ в об'ємі, рівному об'єму суміші. Осад карбонатів (2), який випав, відділяють, розчиняють в 5-6 каплях 2 н оцтової кислотита досліджують за ходом аналізу катіонів III групи, попередньо доосадивши катіони Pb^{2+} додаванням розчину йодиду калію.

У фільтраті (2) після осадження катіонів III групи та Pb^{2+} залишаються тільки катіони I групи (NH_4^+ , K^+ , Na^+). Для того, щоб дослідити фільтрат на катіони K^+ , Na^+ (катіони NH_4^+ відкривають із початкового розчину), його випарюють і сухий залишок прожарюють до повного видалення із нього іонів NH_4^+ . Після цього прожарений осад розчиняють в декількох каплях води. Якщо необхідно фільтрують і в одержаному розчині відкривають катіони K^+ , Na^+ відповідними реакціями, додержуючи всіх умов їх проведення.

Аналіз розчину з осадом

Досліджуваний розчин може містити осад хлоридів II групи і сульфатів III групи. Тому перш за все відфільтровують осад і аналізують окремо осад і розчин.

1. Аналіз осаду.

Осад ділять на три частини, одну досліджують на хлориди II групи, другу - на сульфати III групи, третю - залишають для контролю.

Для цього першу частину осаду переносять на лійку з фільтром, промивають гарячою водою для усунення із нього $PbCl_2$, в фільтраті відкривають катіони Pb^{2+} йодидом калію.

Після цього цей же осад на фільтрі обробляють концентрованим розчином аміаку. Якщо при цьому осад на фільтрі почорніє - в ньому знаходиться одновалентна ртуть.

В аміачному фільтраті відкривають іони срібла, руйнуючи аміачний комплекс срібла кислотою (HCl , HNO_3 до кислого середовища).

Другу частину осаду піддають наступній обробці. Щоб перевести сульфати III групи в розчин: осад переносять в фарфорову чашку, добавляють 3-4 мл 3н розчину Na_2CO_3 або K_2CO_3 кип'ятять 5-7 хвилин, після чого розводять водою (2-3 мл), дають осаду відстоятися і фільтрують. Ще раз повторюють цю операцію. Осад, який залишився містить вже не сульфати а карбонати Ca^{2+} , Sr^{2+} і Ba^{2+} , відфільтровують, промивають водою від іонів SO_4^{2-} розчиняють в 1-2 мл 2н оцтової кислоти. В розчині будуть знаходитись іони: Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Pb^{2+} . До розчину приливають розчин йодиду калію (для доосадження іонів свинцю). Осад PbI_2 , який випав, усувають, а в фільтраті відкривають катіони III групи за відповідним ходом аналізу.

2. Аналіз розчину, одержаного після відокремлення осаду, проводять за схемою аналізу розчину без осаду.

ХАРАКТЕРИСТИКА ЧЕТВЕРТОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ КАТІОНІВ

До четвертої групи катіонів відносяться іони Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} .

Добре розчиняються у воді сульфати, нітрати, хлориди, броміди і йодиди алюмінію, цинку і хрому (III). Іони Al^{3+} і Zn^{2+} безбарвні, сполуки хрому (III) пофарбовані в зелений чи фіолетовий колір. Гідроксиди катіонів четвертої групи важкорозчинні і є слабкими електролітами. Крім того, вони володіють амфотерними властивостями. Ця властивість гідроксидів використовується в систематичному ході аналізу. Груповим реактивом є $NaOH$ в надлишку. Гідроксиди алюмінію, хрому (III) і цинку розчиняються в надлишку лугу і при дії групового реактиву переходять у розчин у вигляді сполук $Na[Al(OH)_4]$, $Na_2[Zn(OH)_4]$, $Na_3[Cr(OH)_6]$. Так як гідроксиди катіонів четвертої аналітичної групи є дуже слабкими основами, солі цих катіонів у водних розчинах гідролізовані. Солі дуже слабких кислот, наприклад сульфідів, карбонати алюмінію і хрому(III), піддаються необоротному гідролізу і не можуть існувати у водному розчині. Іони Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} мають здатність до комплексоутворення. Для

сполук хрому(III) характерна схильність до окисно-відновних реакцій, що використовується при аналізі. Однією з найбільш характерних реакцій відкриття катіона Cr^{3+} є окислення його до жовтого іона CrO_4^{2-} . Сполуки катіонів четвертої групи входять до складу багатьох лікарських препаратів. Гідроксид алюмінію $\text{Al}(\text{OH})_3$ володіє адсорбуючими властивості і тому застосовується як зовнішній засіб у присипках, а всередину - при отруєннях. Його також застосовують при захворюваннях шлунково-кишкового тракту. Галун $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ застосовують як кровоспинний засіб і для припікань. Сульфат цинку ZnSO_4 застосовують у вигляді очних крапель, а оксид цинку ZnO входить до складу багатьох мазей для лікування шкірних захворювань.

IV група катіонів

Прилади та реактиви: пробірки, лійки, фільтри, електроплитки, водяні бані, залізні ошурки, ізоаміловий спирт, діетиловий ефір, цинк (гранули), вата.

Розчини: цинку хлорид (0,5н), натрію ацетат (0,5н), сірководнева вода або амонію сульфід, калію гексаціаноферат (II), оцтова кислота (2н), амонію тетрароданометркурат (II), сірчаної кислоти (2н), кобальту хлорид (0,5н), олова (III) хлорид (0,5н), гідроксиду калію або натрію (2н), вісмуту нітрат (0,5н), ртуті (II) хлорид (0,2н), олова (IV) хлорид (0,5н), хлороводневої кислоти (конц., 10%, 2н), солі алюмінію (хлорид, нітрат або сульфат) (0,5н), амонію гідроксид (конц., 2н), алюмінію (0,1%), амонію карбонат (2н), солі хрому (хлорид або нітрат) (0,5н), калію перманганат (0,1н), пероксиду водню (3%), натрію метаарсеніт (0,5н) або натрію моногідроарсеніт (0,5н), свинцю ацетат (0,5н), срібла нітрат (0,1н), амонію хлорид (0,5н), магнію хлорид (0,5н), натрію карбонат (квасці).

Характерні реакції катіонів Zn^{2+}

1. Реактив Na_2S або $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

Катіони Zn^{2+} можна відкривати реакцією з Na_2S або $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ в присутності CH_3COONa , який зв'язує кислоту, яка утворюється (при $\text{pH}=2$ ця реакція є специфічною).

Наливають в пробірку 3-4 краплі розчину хлориду цинку, добавляють 2-3 краплі розчину ацетату натрію і 5-7 крапель сульфиду натрію або сульфиду амонію. Напишіть рівняння реакції.

2. Реактив гексаціаноферат (II) калію $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

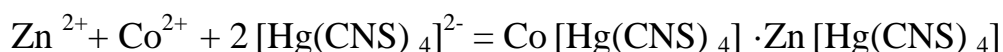
З гексаціанофератом (II) калію катіони Zn^{2+} утворює білий осад $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$, не розчинний в оцтовій кислоті. Напишіть рівняння реакції.

Проведенню вказаних реакцій заважають катіони Sn^{2+} , солі яких в присутності оцтової кислоти легко піддаються гідролізу.

3. Реактив тетрароданомеркуріат амонію $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$.

Менш чутливою, ніж реакції вказані вище, але більш характерною є реакція з тетрароданомеркуріатом амонію.

До 1 мл досліджуваного розчину додають кілька капель 2н сірчаної кислоти, потім рівний об'єм 0,02 % розчину $CoCl_2$ і декілька капель тетрароданомеркурату амонію $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$. При наявності в розчині катіонів Zn^{2+} випадають голубі кристали $Co[Hg(CNS)_4] \cdot Zn[Hg(CNS)_4]$.



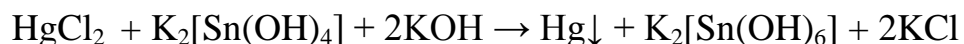
Ні один із катіонів цієї групи не заважає даній реакції. Із катіонів інших груп заважають катіони $Co^{2+}, Cu^{2+}, Ag^+, Pb^{2+}, Mn^{2+}$, якщо їхня концентрація значно перевищує концентрацію катіонів Zn^{2+} .

Характерні реакції катіонів Sn^{2+} та Sn^{4+}

Катіони олова відкривають, використовуючи відновні властивості катіонів двовалентного олова Sn^{2+} .

1. Реактив солі вісмуту та ртуті.

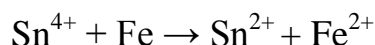
Якщо до лужного розчину солей, які містять катіони Sn^{2+} , прилити розчин нітрату вісмуту або хлориду ртуті, з'являється чорний бархатний осад металічного вісмуту або сірий осад ртуті:



В пробірку вносять 4 краплі розчину, який містить катіон Sn^{2+} , добавляють 2н розчин гідроксиду калію (натрію) до розчинення утвореного осаду, додають 1-2 краплі розчину нітрату вісмуту або хлориду ртуті.

2. Реактив металічне залізо.

Металічне залізо відновлює Sn^{4+} до Sn^{2+} в присутності хлороводневої кислоти:



В пробірку поміщають 4-5 капель розчину хлориду олова (IV), додають 2 краплі концентрованої HCl та декілька залізних стружок, нагрівають на водяній бані. До одержаного розчину додають 7-8 капель розчину лугу, відділяють осад. До 2-3 капель розчину, після відділення осаду, додають 1-2 краплі розчину нітрату вісмуту або хлориду ртуті.

Характерні реакції катіонів Al^{3+}

1. Реактив солі амонію.

Для відкриття катіонів Al^{3+} використовують загально аналітичну реакцію гідролізу алюмінатів в присутності солей амонію.

В пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі алюмінію і додають по каплях розчин аміаку до утворення білого осаду. Осад розчиняють в концентрованому розчині NaOH . Напишіть рівняння реакції утворення $\text{Al}(\text{OH})_3$ та його розчинення.

До одержаного розчину додають декілька кристалів NH_4Cl і кип'ятять до зникнення запаху аміаку. Утворюється білий осад $\text{Al}(\text{OH})_3$:



Цій реакції заважають катіони Cr^{3+} , так як хроміти гідролізують легше, ніж алюмінати.

2. Реактив алюмініон (амонійна сіль аурінтрикарбонової кислоти).

Алюмініон утворює з катіоном Al^{3+} червоний осад комплексної солі.

До 4-5 капель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі розчину оцтової кислоти і 4-5 капель розчину алюмініону (0,1 %). Суміш нагрівають на водяній бані, додають NH_4OH до лужної реакції а потім 3-4 краплі 2 н розчину $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Випадання червоного аморфного осаду або червоне забарвлення є ознакою наявності катіону Al^{3+} .

3. Реактив алізарин (1,2-диоксиантрахіон).

Дана реакція чутлива але її протіканню заважають катіони Cr^{3+} , Zn^{2+} .

В пробірку поміщають 3 краплі солі алюмінію, додають розчин аміаку до слабо лужного середовища (утворення $\text{Al}(\text{OH})_3$), нагрівають і додають 4-5 капель розчину алізарину.

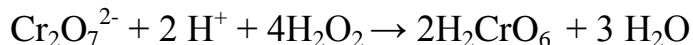
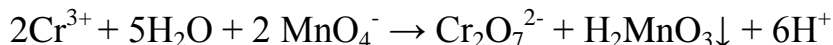
Виконання крапельним методом: на клаптик фільтрувального паперу наносять 1 каплю солі алюмінію, потім папір тримають 1-2 хвилини над концентрованим розчином аміаку. Утворену пляму змочують розчином алізарину. Утворення яскраво-червоного забарвлення - "алюмінієвого лаку" є свідком наявності у розчині іону Al^{3+} .

Характерні реакції катіонів Cr^{3+}

1. Реактив - окисники H_2O_2 , $KMnO_4$, $(NH_4)_2S_2O_8$.

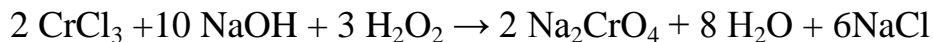
Найбільш характерною та специфічною для катіонів Cr^{3+} є реакція окислення їх до хромато- або біхромат-іонів і далі до надхромових кислот (H_2CrO_6 , $H_2Cr_2O_{12}$ і т.д.), які забарвлені в інтенсивний синій колір.

До 4-5 крапель розчину солі хрому (III) додають 3-4 краплі розчину H_2SO_4 , 10 крапель розчину $KMnO_4$ і нагрівають декілька хвилин на водяній бані. Малиновий колір розчину переходить в оранжевий. Після цього розчин охолоджують, додають декілька крапель суміші ізоамілового спирту та кілька крапель перекису водню. Після легкого струшування верхній шар забарвлюється в синій колір, при наявності в розчині катіонів Cr^{3+} :



2. Реактив H_2O_2 (в лужному середовищі)

В пробірку з 3-4 краплями розчину солі хрому (III) додають 3-5 крапель розчину $NaOH$ і 2-3 краплі 3 % розчину H_2O_2 . Суміш нагрівають і спостерігають утворення CrO_4^{2-} жовтого кольору :



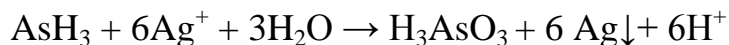
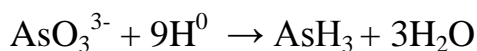
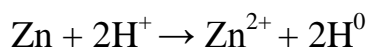
Після цього розчин охолоджують і додають 2 н розчин H_2SO_4 до переходу жовтого забарвлення в оранжеве. При додаванні перекису водню та суміші ізоамілового спирту з ефіром з'являється синє забарвлення органічного шару.

Характерні реакції катіонів As^{3+} , As^{5+}

Миш'як в досліджуваних розчинах знаходиться переважно у вигляді аніонів AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} і тільки в сильно кислому середовищі переходить в катіонну форму : As^{3+} , As^{5+} .

1. Реактив - водень в момент виділення

Водень в момент виділення відновлює As^{3+} , As^{5+} до AsH_3 . В добре вимиту пробірку поміщають один кусочок гранульованого цинку, кілька крапель 10 % хлороводневої кислоти і 3-4 краплі розчину Na_3AsO_3 (або Na_2HAsO_4) .У верхню частину пробірки поміщають ватний тампон, змочений розчином ацетату свинцю (для поглинання можливих домішок сірководню). Отвір накривають кусочком фільтрувального паперу, змоченого розчином нітрату срібла або хлориду ртуті. Утворюється темна пляма металічного срібла або ртуті :



2. Реактив магнезіальна суміш (MgCl_2 , NH_4OH , NH_4Cl)

З магнезіальною сумішшю іони AsO_4^{3-} утворюють білий дрібнокристалічний осад $\text{NH}_4\text{MgAsO}_4$. Цій реакції заважає присутність інших катіонів цієї групи, так як всі вони утворюють з NH_4OH осадні гідроксидів. Тому до порції досліджуваного розчину спочатку додають розчин NH_4OH до лужного середовища, осад який випав відфільтровують, а потім додають до фільтрату розчин NH_4Cl і повільно, по краплях розчин MgCl_2 :



Цей осад розчинний в мінеральних кислотах.

3. Реактив AgNO_3 .

В нейтральному середовищі іони AsO_4^{3-} утворюють з іонами Ag^+ осад шоколадного кольору Ag_3AsO_4 , а іони AsO_3^{3-} - жовтий осад Ag_3AsO_3 . Ці осадні розчинні в розведеній азотній кислоті та гідроксиді амонію.

Напишіть рівняння реакцій.

Систематичний хід аналізу катіонів IV групи

Із початкового розчину частковими реакціями перевіряють наявність іонів:

- а) миш'яку - реакцією відновлення;
- б) олова – реакцією з нітратом вісмуту (попередньо відновивши Sn^{4+} до Sn^{2+});
- в) хрому – по темно-зеленому забарвленню розчину і по утворенню надхромових кислот;
- г) алюмінію – алізаринном.

Остаточні висновки роблять проводячи систематичний хід аналізу.

1. Відділення катіонів Al^{3+} , Sn^{4+} .

До 2-3 мл досліджуваного розчину додають стільки ж розчину аміаку, кілька капель перекису водню і нагрівають на водяній бані 6-7 хвилин.

В осад випадають гідроксиди $\text{Al}(\text{OH})_3$ і $\text{Sn}(\text{OH})_4$, осад відфільтровують, розчиняють в 1-2 мл розбавленої хлороводневої кислоти і, розділивши на дві частини, відкривають катіони алюмінію та олова.

Алюміній відкривають реакцією з алюмініном.

Катіон Sn^{4+} відкривають будь-якою реакцією, попередньо відновивши його до Sn^{2+} нагріванням з залізними стружками.

В розчині після відділення осаду $\text{Al}(\text{OH})_3$ і $\text{Sn}(\text{OH})_4$ присутні іони CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} , $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. Цей розчин нейтралізують оцтовою кислотою до нейтрального середовища (по лакмусу) і додають Na_2CO_3 (насичений розчин або кристалічний). При цьому випадає осад основної солі цинку $(\text{ZnOH})_2\text{CO}_3$, осад фільтрують, розчиняють в 2 н хлороводневій кислоті і відкривають цинк однією із характерних реакцій.

2. Відкриття хрому і миш'яку.

Після видалення осаду основної солі цинку в фільтраті залишаються іони CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} . Хром відкривають, переводячи іони CrO_4^{2-} , в надхромові кислоти. Миш'як визначають, відновленням іонів AsO_4^{3-} до AsH_3 .

Контрольні запитання

1. Чому IV групу катіонів називають групою амфотерних гідроксидів ? В чому полягає властивість амфотерності ? Напишіть рівняння реакцій.
2. Солі яких катіонів IV групи підлягають гідролізу :
 - а) в більшій мірі; б) в меншій мірі?
3. Чому олово і миш'як у вигляді катіонів існують тільки у сильно кислому середовищі?

4. В якому середовищі буде протікати окислення катіону Cr^{3+} до Cr^{6+} при взаємодії його: а) з перекисом водню; б) з перманганатом калію? Напишіть рівняння реакцій.
5. Чому при дії розчину гідроксиду амонію на суміш катіонів IV групи всі катіони утворюють осади гідроксидів, а катіон цинку залишається в розчині?
6. Вкажіть склад осаду, який утворюється при дії насиченого розчину карбонату натрію на розчин, який містить хлориди цинку та алюмінію? Напишіть рівняння реакцій.
7. Чому при дії розчину аміаку і перекису водню на суміш катіонів IV групи в осад випадають тільки гідроксиди алюмінію та олова ?

ХАРАКТЕРИСТИКА П'ЯТОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ КАТІОНІВ

До п'ятої аналітичної групи катіонів відносяться іони Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} . Іони Mn^{2+} і Mg^{2+} - безбарвні, іони Fe^{2+} - блідо-зелені, а іони Fe^{3+} - жовті. Нітрати, сульфати і хлориди катіонів цієї групи добре розчиняються у воді. Гідроксиди катіонів цієї групи слабкі важкорозчинні електроліти. Вони не розчиняються в надлишку лугу і в розчині аміаку, чим відрізняються від гідроксидів четвертої та шостої груп. Груповим реактивом є NaOH .

Всі солі катіонів п'ятої аналітичної групи піддаються гідролізу, особливо солі заліза(III).

Іони Fe^{2+} , Fe^{3+} легко утворюють комплексні сполуки. Ця властивість широко використовується не тільки для відкриття, а й для маскування іонів Fe^{3+} .

Елементи п'ятої аналітичної групи мають змінну ступінь окислення (крім магнію) і тому для них характерні окисно-відновні реакції. Ця властивість використовується для відкриття іонів Mn^{2+} (окислення до фіолетового іона MnO_4^-).

Свіжоосаджені сульфідні та гідроксидні елементів п'ятої аналітичної групи аморфні і здатні досить легко переходити в колоїдний стан. Це відбувається в тому випадку, коли за певних умов зростання часток важкорозчинної сполуки затримується і утворюються так звані колоїдні частинки. Таким чином, важкорозчинні сполуки не випадають в осад, а утворюють колоїдний розчин, що займає проміжне положення між грубими суспензіями та істинними розчинами. Якщо в колоїдний розчин додати надлишок будь-якого електроліту, відбувається процес коагуляції: утворюються великі частки які починають швидко осідати. Коагуляції також сприяє підвищення температури. Схильність сульфідів і гідроксидів утворювати колоїдні розчини ускладнює аналіз, тому що колоїдні частинки не можуть бути відокремлені центрифугуванням. Тому осадження необхідно вести в умовах, що сприяють руйнуванню колоїдних часток, тобто при нагріванні розчину і додавання до нього електроліту. Промивати такі осади треба гарячою водою з невеликою кількістю електроліту (зазвичай додають хлорид або

нітрат амонію). Якщо цього не зробити, то при промиванні водою електроліт з осаду повністю видалається і частинки осаду знову утворюють колоїдний розчин.

Залізо, марганець і магній відносяться до елементів, необхідних для життєдіяльності організму людини. Залізо входить до складу гемоглобіну і ряду ферментів. Більша частина заліза міститься в гемоглобіні еритроцитів, частина знаходиться в печінці в сполученні з білком. Марганець бере участь в обміні вуглеводів. Кількість магнію в природній воді визначає її твердість. Солі магнію необхідні для живлення рослин, тому що магній входить до складу хлорофілу. Магній міститься в тілі людини, в основному в кістковій тканині, і, крім того, регулює роботу серця. У медицині знайшли застосування перманганат калію KMnO_4 , розчин якого використовується як антисептичний засіб. Препарати заліза застосовують при анемії. Сульфат магнію використовується як проносне, заспокійливий та спазмолітичний засіб.

V група катіонів

Прилади та реактиви: пробірки, лійки, фільтри, електроплитки, водяні бані, лакмусовий або універсальний індикаторний папір, оксид свинцю, амоній персульфат, алюміній (залізо або цинк), натрій тіосульфат.

Розчини: заліза (II) сульфат (0,5н), амонію гідроксид (конц., 2н), диметилглюксиму, хлороводневої кислоти (конц., 2 н), α, α -дипіридил (0,5 %), калію гексаціаноферат (II) (0,5 н), калію гексаціаноферат (III) (0,5 н), заліза (III) сульфат (0,5 н),), заліза (III) хлорид (0,5 н), амонію роданід (0,5 н) або калію роданід (0,5 н), марганцю нітрат (0,5 н) або марганцю сульфат (0,5 н), азотної кислоти (конц., 2н), натрію гідроксид або калію гідроксид (2 н), міді сульфат (0,5 н), бромної води, срібла нітрату (0,1 н), солі магнію (нітрат, сульфат або хлорид)(0,5 н), амонію хлорид (0,5 н), вісмуту хлорид (0,5 н), олова хлорид (0,5 н), калію або натрію хлорид (2 н), калію йодид (0,5 н), винної кислоти (2 н), перекису водню (3 %).

Характерні реакції катіонів Fe^{2+}

1. Реактив диметилглюксим (реактив Чугаєва).

Диметилглюксим утворює з катіоном Fe^{2+} комплексну сіль кармінно-червоного кольору складу: $[\text{Fe}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2]$.

В пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі заліза (II), додають розчину аміаку до лужного середовища (проба лакмусовим або універсальним папірцем) і 2-3 краплі розчину диметилглюксиму.

2. Реактив α, α' -дипіридил.

α, α' -дипіридил з катіоном Fe^{2+} утворює в кислих розчинах комплексну сполуку червоного кольору.

В пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі заліза (II), додають 2-3 краплі розчину хлороводневої кислоти і 2-3 краплі розчину реактиву.

3. Реактив калію гексаціаноферат (III).

З гексаціанофератом (III) калію катіон Fe^{2+} утворює темно-синій осад турнбуленової сині $\text{Fe}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$. Напишіть рівняння реакції. Осад нерозчинний в слабо лужному середовищі, розчинний в надлишку реактиву, розрушається в лужному середовищі.

Практично реакцію виконують наступним чином: до 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі 2 н розчину хлороводневої кислоти і 1-2 краплі реактиву. В солянокислому середовищі реакція є практично специфічною, так як осад, які утворюють катіони Mn^{2+} , Bi^{3+} з реактивом розчинні в соляній кислоті.

Характерні реакції катіонів Fe^{3+}

1. Реактив калію гексаціаноферат (II) .

З гексаціанофератом (II) калію цей катіон утворює темно-синій осад берлінської лазурі $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$. Напишіть рівняння реакції.

Реакцію проводять в слабо кислому середовищі (1-2 краплі 2 н розчину HCl). З цим реактивом дають осад катіони Mn^{2+} , Bi^{3+} , Fe^{2+} . Колір цих осадів менш характерний, ніж у берлінської лазурі: $\text{Mn}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – білого кольору, $\text{Fe}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – білий, синіє на повітрі по мірі окислення, осад з катіонами Bi^{3+} - брудно-жовтого кольору. Тому темно-синій осад берлінської лазурі $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ і більша чутливість роблять цю реакцію дуже характерною для катіонів Fe^{3+} .

2. Реактив роданід-іони.

Роданід-іони з катіонами Fe^{3+} утворюють роданід заліза – розчинну сполуку інтенсивного темно-червоного кольору. Реакція зворотня але дуже чутлива. В пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі заліза (III) , додають 1-2 краплі насиченого розчину NH_4CNS або KCNS .

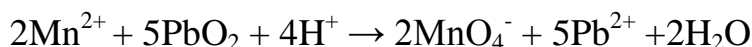
Характерні реакції катіонів Mn^{2+}

Найбільш характерними і навіть специфічними для катіонів Mn^{2+} є реакції окислення. Ці реакції дозволяють відкривати катіони Mn^{2+} в присутності катіонів інших аналітичних груп.

1. Реактив оксид свинцю (IV)

В кислому середовищі катіони Mn^{2+} окислюють оксидом свинцю (IV).

До 1 мл азотної кислоти додають небагато порошку PbO_2 , нагрівають до кипіння а потім додають 1 краплю розведеного в 10 разів розчину нітрату або сульфату марганцю і знову нагрівають. Після відстоювання помічаємо рожево-фіолетове забарвлення розчину, характерне для іонів MnO_4^- :



Цій реакції заважають іони – відновники (наприклад, галогенід-іони та ін.) і надлишок самих катіонів Mn^{2+} , так як при цьому може протікати реакція:



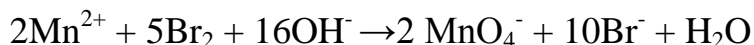
2. Реактив – галогени.

Окислення катіонів Mn^{2+} галогенами в лужному середовищі.

Хлорна або бромна вода в лужному середовищі окисляють катіони Mn^{2+} в $\text{MnO}(\text{OH})_2$ – осад темно-бурого майже чорного кольору.



Цю реакцію проводять в присутності каталізатора CuSO_4 , тоді катіони Mn^{2+} окисляються до MnO_4^- (рожево-фіолетове забарвлення):



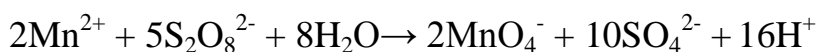
Цій реакції заважає присутність іонів – відновників.

В пробірку поміщають 1 краплю досліджуваного розчину, після чого розчин з пробірки виливають. На стінках пробірки залишається мінімальна кількість досліджуваного розчину. До нього додають 2 краплі 2 н розчину гідроксиду натрію та 1 краплю розчину сульфату міді, 5-6 капель бромної води і кип'ячать.

3. Реактив персульфат амонію.

Окислення катіонів Mn^{2+} персульфатом амонію.

В пробірку поміщають декілька кристалів $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, після цього додають 2 мл розчину HNO_3 і 2-3 краплі розчину AgNO_3 в якості каталізатора. Суміш нагрівають до $70-80^\circ\text{C}$, вносять сліди розчину марганцю і спостерігають забарвлення розчину в результаті утворення іонів MnO_4^- :



Характерні реакції катіонів Mg^{2+}

1. Реактив гідрофосфат натрію Na_2HPO_4 в присутності NH_4OH і NH_4Cl утворює з катіонами Mg^{2+} білий кристалічний осад $MgNH_4PO_4$.

Реакцію проводять при додаванні NH_4Cl , щоб уникнути утворення осаду $Mg(OH)_2$.

До 1 мл досліджуваного розчину додають кілька крапель розчину NH_4OH (до запаху аміаку), стільки ж розчину NH_4Cl , а потім повільно по краплях Na_2HPO_4 . Напишіть рівняння реакції.

2. Реактив магnezон.

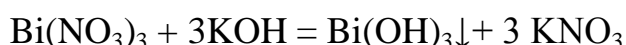
Барвник магnezон, розчин якого в лужному середовищі забарвлений в червоний або червоно-фіолетовий колір, має властивість адсорбуватися на осаді $Mg(OH)_2$ з утворенням продуктів адсорбції, забарвлених в синій колір.

В пробірку поміщають 1-4 краплі розчину хлориду магнію, 1-2 краплі лужного розчину магnezону і, якщо розчин набув жовтого кольору, додають кілька крапель розчину гідроксиду натрію.

Характерні реакції катіонів Bi^{3+}

1. Реактив – луги $NaOH$, KOH .

При дії лугів на розчини солей вісмуту утворюється осад гідроксиду вісмуту:

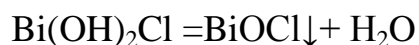


розчинний в розбавлених кислотах.

В пробірку поміщають 2 краплі розчину солі $Bi(NO_3)_3$ і додають 2 краплі розчину $NaOH$ або KOH відмічають випадання осаду гідроксиду вісмуту білого кольору.

2. Гідроліз солей вісмуту.

Солі вісмуту гідролізують в водних розчинах з утворенням основних солей, у вигляді осаду.

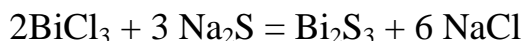


Осад розчинний в HCl , нерозчинний у винній кислоті. Дана реакція специфічна.

В пробірку поміщають 2-3 краплі розчину $BiCl_3$, додають 10 крапель води. До осаду, який утворився, додають концентровану соляну кислоту.

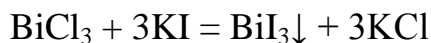
3. Реактив сульфід натрію.

Солі вісмуту в присутності сульфідів металів утворюють коричнево-чорне забарвлення.

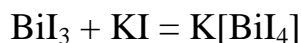


4. Реактив йодид калію.

Катіони Bi^{3+} можна відкрити за допомогою KI , при цьому утворюється чорний осад BiI_3 .



При цьому необхідно уникати надлишку йодиду калію, так як осад BiI_3 розчиняється в надлишку KI з утворенням комплексної солі $\text{K[BiI}_4]$ червонувато-жовтого кольору:



В пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі вісмуту, додають 1-2 краплі розчину KI і спостерігають утворення осаду.

Характерні реакції катіонів Sb^{3+}

1. Реактив метали .

Реакція відновлення катіонів сурьми до вільної сурьми, яка випадає у вигляді чорних клаптів, дією металів. Реакцію проводять у середовищі HCl , в якій сурьма знаходиться у стані катіонів та комплексних іонів. $[\text{SbCl}_6]^{3-}$, $[\text{SbCl}_6]^-$.

Дослідний розчин (1мл) підкислюють декількома краплями розчину хлороводневої кислоти, опускають кусок алюмінію, заліза або цинку і кип'ятять. Поверхня металу вкривається чорним нальотом сурьми. При великих кількостях сурьми в досліджуваному розчині з'являються чорні клапті.

3. Реактив $2\text{Na}_2 \text{S}_2\text{O}_3$.

Катіони сурьми можна відкривати реакцією з тіосульфатом, яка супроводжується утворенням оранжево-червоного осаду Sb_2OS_2 :

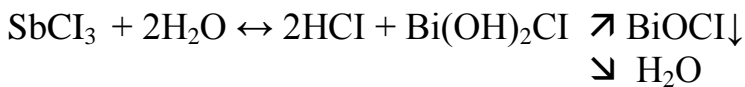
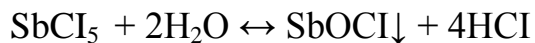
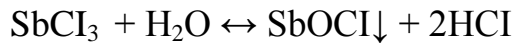


2-3 краплі розчину хлориду сурьми (III) підкислюють однією каплею сірчаної кислоти, додають 5-6 капель води, кристалик тіосульфату натрію і нагрівають. Цій реакції заважають катіони Bi^{3+} , тому що утворюють чорний осад, який буде маскувати сіркоокис сурьми.

Систематичний хід аналізу катіонів V групи

У ході аналізу катіонів V групи необхідно мати на увазі деякі особливості їх сполук:

а). Гідроліз солей вісмуту і сурьми. Солі цих катіонів дуже легко можуть бути піддані гідролізу з утворенням осадів основних солей:



Основні солі сурьми розчиняються в винній кислоті, що дає змогу відділити сурьму від вісмуту. Для попередження гідролізу, з метою утримати іони сурьми та вісмуту в розчині, до них додається кислота.

б) Розчинність гідроксиду магнію в розчині хлориду амонію.

На відміну від інших гідроксидів, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (білого кольору) легко розчинний в солях амонію, тобто не випадає в осад при дії NH_4OH на розчини солей. Ця властивість використовується в ході аналізу для вилучення катіонів Mg^{2+} від інших катіонів.

в) Нерозчинність MnO_2 в розведеній HNO_3 .

Із вихідного розчину в окремих порціях відкривають катіони :

Fe^{2+} - реакцією з $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Fe^{3+} - реакцією з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Mn^{2+} - однією з характерних реакцій.

1. Відокремлюють вісмут і сурьму у вигляді основних солей.

Наявність осаду у вихідному розчині свідчить про присутність сполук сурьми, у вигляді основних солей.

Вісмут може випадати при цьому частково або взагалі не випадати, так як його основні солі краще розчинні. Назвати катіони V аналітичної групи, груповий реактив.

При наявності осаду в досліджуваному розчині, для повного вилучення із нього основних солей вісмуту і сурьми, додають декілька капель 2н розчину KCl або NaCl , розводять дистильованою водою (на 1\3) і кип'ятять. Осад основних солей (I), який випав, відділяють від розчину (I) і обробляють розчином винної кислоти, в якій розчиняються основні солі сурьми.

Виннокислий розчин (II) відокремлюють від осаду (II) і відкривають в ньому сурьму. Осад (II), який містить основні солі вісмуту розчиняються в азотній кислоті (1:1) при нагріванні і в розчині відкривають іони Bi^{3+} реакціями з йодидом калію або сіллю олова (II) в лужному середовищі.

Якщо початковий розчин не містить осаду, то спочатку роблять пробу на наявність в ньому солей вісмуту та сурьми. Для цього декілька капель досліджуваного розчину розбавляють водою і кип'ятять. При випаданні осаду, в результаті такої проби, проводять відокремлення основних солей сурьми і вісмуту описаним вище методом

2. До фільтрату (I), який залишився після відокремлення солей вісмуту та сурьми, або до досліджуваного розчину, якщо він не містив вказаних солей, додають NaOH до слабо лужного середовища, декілька капель 3% перекису водню до окислення Fe^{2+} в Fe^{3+} і Mn^{2+} в MnO_2 і кип'ятять 2-3 хвилини (для розкладу надлишку перекису водню).

В осад (III) випадають $\text{Fe}(\text{OH})_3, \text{MnO}_2, \text{Mg}(\text{OH})_2$.

Осад (III) відокремлюють від розчину (III), промивають водою та обробляють розчином NH_4Cl для розчинення $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

В одержаному розчині (IV) відкривають катіони Mg^{2+} , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ та MnO_2 , які залишились в осаді (IV), розчиняють в 2 н азотній кислоті, в якій розчиняється $\text{Fe}(\text{OH})_3$, та перевіряють одержаний розчин (V) на катіони Fe^{3+} .

Осад (V) MnO_2 , який залишився, розчиняють в декількох краплях концентрованої хлороводневої кислоти і перевіряють на вміст катіонів Mn^{2+} , якщо результати, одержані по п.3 недостатньо переконливі.

Контрольні запитання

1. Назвати катіони V аналітичної групи, групові реактиви.
2. Якими властивостями володіють гідроксиди катіонів V аналітичної групи?
3. В чому розчиняється гідроксид магнію? Як виділити магній із гідроксидів катіонів V аналітичної групи.
4. Напишіть рівняння реакції, яке підтверджує властивості $\text{Fe}(\text{III})$ як окисника.
5. Як проходить гідроліз солей вісмуту?
6. Як відокремити іони Mn^{2+} від Fe^{3+} і Bi^{3+} .
7. Як відокремити Bi^{3+} від заліза.

ХАРАКТЕРИСТИКА ШОСТОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ КАТІОНІВ

До шостої аналітичної групи катіонів відносяться катіони Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} . Хлориди, сульфати і нітрати цих катіонів добре розчиняються у воді. Розчини солей міді (II) пофарбовані в блакитний колір, кобальту(II) - в рожевий, а нікелю (II) - в зелений.

Гідроксиди катіонів цієї групи є важко-розчинними слабкими електролітами. Гідроксиди $\text{Cu}(\text{OH})_2$ та $\text{Hg}(\text{OH})_2$ нестійкі і розкладаються на відповідні оксид і воду, $\text{Cu}(\text{OH})_2$ при нагріванні, а $\text{Hg}(\text{OH})_2$ при звичайній температурі.

Солі катіонів шостої аналітичної групи піддаються гідролізу у водних розчинах.

Для катіонів цієї групи характерні реакції комплексоутворення. Розчини аміаку осаджують Cu , Hg , Co , Ni , Cd у вигляді гідрооксидів. При надлишку аміаку вони розчиняються, утворюючи комплексні сполуки $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. Мідь, ртуть і кобальт мають змінну ступінь окислення, тому для них характерні окисно-відновні реакції. Деякі з цих реакцій використовуються для відкриття окремих іонів. Наприклад, іон Hg^{2+} відкривають відновленням його до $\text{Hg}(\text{I})$ і потім до вільної ртуті дією SnCl_2 .

Мідь належить до числа мікроелементів, дуже малі кількості яких необхідні для нормальної життєдіяльності живих організмів. Добрива, що містять мідь, сприяють зростанню рослин на деяких малородючих ґрунтах, підвищують їх стійкість проти посухи і холоду. У людському організмі мідь виявлена в складі еритроцитів. Вона помітно впливає на підвищення опірності організму до шкідливого впливу деяких факторів зовнішнього середовища.

VI група катіонів

Прилади та реактиви: пробірки, лійки, фільтри, електроплитки, водяні бані, лакмусовий або універсальний індикаторний папір, фарфорові чашки, аміловий або ізоаміловий спирт, гліцерин, тіомочевина.

Розчини : амонію гідроксид (конц., 2н), диметилглюксиму (реактив Чугаєва), міді нітрат або сульфат(0,5н), калію гексаціаноферат (II) (0,5 н), нікель нітрат (0,5 н), перекису водню (3 %), амонію роданід або калію роданід (насичений), кобальту нітрат або хлорид (0,5 н), азотної кислоти (2н), сірчаної кислоти (2 н), кадмію нітрат або хлорид) (0,5 н), олова хлорид (0,5 н), калію йодид (0,5 н), сірководневої води, ртуті (II) нітрат (0,2 н).

Характерні реакції катіонів Cu^{2+}

1. Реактив гідроксид амонію.

Загально аналітична реакція з надлишком амонію є характерною на катіони Cu^{2+} внаслідок утворення аміакату міді $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ яскравого синього кольору. Аміакати Ni^{2+} , Co^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , які утворюються, безбарвні або мають невиразне забарвлення і не заважають відкриттю катіонів міді.

2. Реактив гексаціаноферрат (II) калію $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

З гексаціаноферратом (II) калію катіони Cu^{2+} утворюють червоно-бурий осад $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, який не розчиняється в розбавлених кислотах, але розкладається в

лужному середовищі з виділенням осаду $\text{Cu}(\text{OH})_2$, тому реакцію треба проводити в кислому або нейтральному середовищі. Напишіть рівняння реакції.

Характерні реакції катіонів Ni^{2+}

1. Реактив диметилгліоксим (реактив Чугаєва).

Диметилгліоксим в аміачному середовищі утворює з катіонами Ni^{2+} яскраво-рожевий осад комплексної солі:



Осад диметилгліоксиму нікелю розчинний в сильних лугах і кислотах.

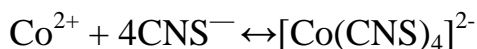
Цій реакції заважають катіони Cu^{2+} , які в аміачному середовищі утворюють яскраво-синій аміакат міді, який маскує колір диметилгліоксиму нікелю. Із катіонів інших груп заважають катіони Fe^{2+} , які утворюють з диметилгліоксимом червоне забарвлення. У зв'язку з цим дану реакцію зручніше проводити крапельним методом.

До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі перекису водню (для окислення Fe^{2+} , Fe^{3+}), потім декілька крапель концентрованого розчину NH_4OH . Осад, який при цьому не розчинився, відфільтровують, каплю поміщають на фарфорову пластинку або чашку і додають до неї 1-2 краплі диметилгліоксиму.

Характерні реакції катіонів Co^{2+}

1. Реактив роданід калію або амонію.

З надлишком роданід-іонів катіони кобальту утворюють розчинний комплекс яскраво-синього кольору. Реакція зворотня, тому необхідний надлишок реактиву:



Цей комплекс нестійкий у водному середовищі, більш стійкий в ефірі або спирті.

В пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі кобальту, додають 0,5 мл амілового спирту з ефіром і 3-5 крапель насиченого розчину NH_4CNS або розчину KCNS . Вміст пробірки струшують і спостерігають колір органічного шару.

Цій реакції заважають катіони Fe^{3+} , які утворюють з іонами CNS^- сполуки інтенсивного червоного кольору, які маскують колір комплексної сполуки іонів Co^{2+} .

Тому, якщо в розчині присутні іони Fe^{3+} , спочатку присипають порошок фториду натрію, з яким іони Fe^{3+} утворюють безбарвний стійкий комплекс, а потім додають роданід амонію або калію.

2. Реактив $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

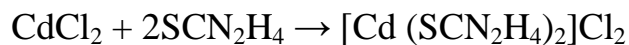
З кристалічним $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ катіони кобальту в спиртовому середовищі утворюють кристали CoS_2O_3 голубого кольору.

При додаванні до солей кобальту деякої кількості гліцерину а потім концентрованого лугу в співвідношенні 1:2:1 спостерігається синьо-фіолетове забарвлення за рахунок утворення комплексної сполуки кобальту з гліцерином. При малих кількостях катіонів Co^{2+} забарвлення голубе. Складіть рівняння реакцій.

Характерні реакції катіонів Cd^{2+}

1. Реактив сульфід натрію, сірководнева вода.

Катіони кадмію утворюють з сульфід-іонами жовтий осад CdS . Цій реакції заважають всі катіони VI групи, тому катіони Cd^{2+} повинні бути відокремлені від решти катіонів в ході аналізу. Для зв'язування решти іонів VI групи можна використати властивість катіонів Co^{2+} утворювати нестійкий безбарвний комплекс з тіомочевиною:



Цей комплекс легко розкладається при дії сульфідних іонів, випадає осад CdS . Комплекси інших катіонів стійкі і сірководнем не розкладаються.

В пробірку наливають 3-4 краплі розчину солі кадмію, додають 3-4 кристалики тіомочевини, перемішують, дають постояти 2-3 хвилини а потім додають 5-6 крапель сірководневої води. Складіть рівняння реакції утворення сульфиду кадмію.

Характерні реакції катіонів Hg^{2+}

1. Реактив КJ- йодид калію.

Катіони Hg^{2+} з невеликою кількістю йодиду калію утворюють характерний червоно-оранжевий осад HgJ_2 , який розчинний в надлишку КJ:

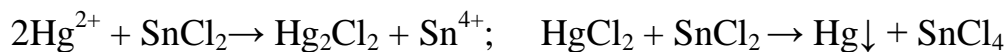


Беруть 4-5 крапель розчину нітрату ртуті (II), додають 1 краплю розчину КJ, або опускають в розчин паличку, змочену розчином КJ. В останньому випадку кругом палички утворюється яскраво-червона пляма HgJ_2 , яка швидко зникає. Цю ж реакцію можна проводити на фільтрувальному папері: наносять 1 краплю розчину КJ а потім краплю розчину солі ртуті (II).

Даній реакції заважають катіони Ag^+ , Pb^{2+} , тому катіони Hg^{2+} можна відкривати після повного осадження катіонів II і III груп.

2. Реактив SnCl_2 – хлорид олова.

При дії на розчин з катіонами Hg^{2+} (2-3 краплі) надлишком розчину хлориду олова (3-4 краплі) утворюється спочатку білий осад Hg_2Cl_2 , який потім чорніє внаслідок виділення вільної ртуті:



Інші катіони VI групи не заважають цій реакції.

Систематичний хід аналізу катіонів VI групи

Голубий колір розчину свідчить про присутність іонів Cu^{2+} , світло-зелений – іонів Ni^{2+} , рожевий – іонів Co^{2+} , безбарвний – іонів Hg^{2+} і Cd^{2+} .

В окремих порціях розчину, який аналізується, виконують попередні проби на наявність катіонів:

1. Cu^{2+} - надлишком NH_4OH ,
2. Hg^{2+} - йодидом калію,
3. Ni^{2+} - диметилгліоксимом в аміачному середовищі,
4. Cd^{2+} - сірководневою водою в присутності тіомочевини,
5. Co^{2+} - реакцією з $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в спиртовому середовищі.

До розчину, який аналізується, додають 1,5 – 2 кратний об'єм 2н розчину аміаку і нагрівають 2 – 3 хвилини. Відокремлюють осад (I), в якому знаходяться солі $\text{Co}(\text{OH})\text{Cl}$, $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ і розчин (I), який містить аміакати: $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$; $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$; $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$.

Осад (I) обробляють 5-6 каплями 2н розчину H_2SO_4 , при цьому $\text{Co}(\text{OH})\text{Cl}$ розчиняється, а $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ залишається в осаді. У фільтраті відкривають Co^{2+} розчином NH_4CNS . Осад розчиняють, додавши 5 капель азотної кислоти, приливають 6-8 капель води і відкривають катіон Hg^{2+} реакцією з KJ .

Розчин (I) підкисляють 2н розчином H_2SO_4 , додають декілька кристалів $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ і нагрівають на киплячій бані 3 хвилини до повного осадження сульфїду міді чорного або чорно-бурого кольору.

Осад (II) відокремлюють від розчину (II), в якому знаходяться іони Cu^{2+} і Ni^{2+} і розчиняють в гарячій 2н HNO_3 . Іон Cu^{2+} відкривають характерними реакціями.

Розчин (II) ділять на дві частини. В першій відкривають катіон Cd^{2+} реакцією з сірководневою водою, а в другій - катіон Ni^{2+} реакцією з диметилгліоксимом.

Контрольні запитання

1. Чому груповим реактивом на катіони VI групи є надлишок розчину NH_4OH ?
2. Чому катіони Cu^{2+} можна відкривати надлишком розчину NH_4OH в присутності всіх інших катіонів ?
3. Які катіони заважають відкриттю іона Ni^{2+} розчином диметилглюксиму ? Як можна відкрити катіони Ni^{2+} в присутності катіонів Fe^{2+} ?
4. Яким чином маскують іони Fe^{3+} , які заважають відкриттю іонів Co^{2+} ?
5. Для чого використовують тіомочевину при відкритті іонів Cd^{2+} сірководневою водою ?
6. Чому при дії 2н розчину NH_4OH на суміш катіонів VI групи в осад переходять тільки катіони Co^{2+} і Hg^{2+} ?
7. На чому базується різна здатність іонів Cd^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} до взаємодії з $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$?

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. Sb^{3+} , Sb^{5+} , 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. As^{3+} , As^{5+} відновленням в AsH_3 .
6. Al^{3+} алюмініоном.
7. Sn^{2+} дією солей вісмуту або ртуті (II) у фільтраті після відокремлення осаду, одержаного дією лугу.
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 сурьму у вигляді основних солей.

Декілька крапель досліджуваного розчину розбавляють водою і кип'ятять. Випадання осаду свідчить про наявність катіонів сурьми та вісмуту. Для їх виділення із досліджуваної суміші додають до всього досліджуваного розчину декілька крапель 2н 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) 2н 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 сурьму (дією $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

2. Розчин (I), який залишився після вилучення солей сурьми 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 крапель перекису водню, після цього ще декілька крапель того ж лугу 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 2н азотної кислоти (при нагріванні), додають при цьому декілька крапель H_2O_2 для розчинення можливого в осаді MnO_2 . Одержаний розчин нітратів катіонів V і IV групи нейтралізують 2н розчином соди до появи муті, додають 2-3 кратний об'єм концентрованого розчину аміаку і нагрівають до $40-50^\circ\text{C}$. 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 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ і в одержаному розчині відкривають Mg^{2+} .

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

5. Розчин, який містить аміаки VI групи, нейтралізують НСІ (рН= 3-4) і аналізують аналогічно, як суміш катіонів VI групи.

Систематичний хід аналізу катіонів всіх груп

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

Попередні випробування.

Перед початком аналізу необхідно на самперед 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 НСІ 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 НСІ, 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 НСІ 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 2н 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'яють 5 хвилин, додають 1-2 мл воли і прозорий розчин зливають. До осаду знову приливають порцію насиченого розчину Na_2CO_3 і кип'яють. 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^+ .

3. 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 2н 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) концентрованою 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'ятять 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.

ОСОБЛИВОСТІ АНАЛІЗУ АНІОНІВ

Методика якісного аналізу аніонів відрізняється від методики аналізу катіонів. В основі поділу аніонів на аналітичні групи лежить різна розчинність солей барію і срібла. Можливі різні варіанти поділу аніонів на групи. У цьому підручнику пропонується найбільш поширений поділ аніонів на три аналітичні групи.

Перша група аніонів: фосфат-іон PO_4^{3-} , сульфат-іон SO_4^{2-} , сульфат-іон SO_3^{2-} , карбонат-іон CO_3^{2-} , тиосульфат-іон $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, метаборат-іон BO_2^- (або тетраборат-іон $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$) і оксалат-іон $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$. Перераховані іони утворюють з іонами барію Ba^{2+} важкорозчинні у воді солі. Груповим реактивом є BaCl_2 в нейтральному або слабколужному середовищі.

Друга група аніонів: хлорид-іон Cl^- , бромід-іон Br^- , йодид-іон I^- , сульфід-іон S^{2-} . Аніони другої групи утворюють з іонами Ag^+ важкорозчинні у воді і нерозчинні

в розведеній азотній кислоті солі. Груповим реактивом є AgNO_3 в присутності розведеної азотної кислоти.

Третя група аніонів: нітрат-іон NO_3^- , нітрит-іон NO_2^- і ацетат-іон CH_3COO^- . Срібні та барієві солі цих аніонів добре розчинні у воді. Групового реактиву немає.

Загальноприйнятого систематичного ходу аналізу аніонів немає. На відміну від аналізу катіонів при аналізі аніонів найбільш доцільно виявляється безпосереднє виявлення окремих аніонів без попереднього розділення. Ця можливість обумовлена тим, що аніони здебільшого не заважають відкриттю один одного. Відповідно до цього групові реактиви застосовуються не для поділу груп, а для їх виявлення.

При виконанні часткових реакцій на аніони необхідно мати на увазі, що зовнішній вигляд осадів багатьох іонів, отриманих з барієвими або срібними солями, однаковий. Тому особливу увагу слід приділяти характеру і ступеню розчинності тих чи інших осадів в кислотах або інших реактивах. Розчинним у вказаній кислоті ми вважаємо такий осад, який, отримуємо з 2-3 крапель розчину, розчиняється при додаванні кількох крапель розведеної кислоти без залишку або з дуже незначним залишком. Але якщо при додаванні приблизно 10 крапель кислоти або іншого реактиву розчинення не настає або не відбувається помітного прояснення розчину, осад вважається нерозчинним.

Класифікація аніонів

За класифікацією, яка найбільш часто застосовується, всі аніони поділяють на три групи в залежності від розчинності солей барію та срібла, які вони утворюють.

Група	Аніони	Груповий реагент	Характеристика групи
I	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$	Хлорид барію BaCl_2 в нейтральному або слабо лужному середовищі	Солі барію практично нерозчинні в воді
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}	Нітрат срібла AgNO_3 в присутності HNO_3	Солі срібла практично нерозчинні в воді і в розбавленій азотній кислоті
III	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	Групового реагента немає	Солі барію і срібла розчинні в воді

ХАРАКТЕРИСТИКА АНІОНІВ ПЕРШОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

До першої групи аніонів ставляться аніони PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, VO_2^- , $\text{V}_4\text{O}_7^{2-}$ і $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$. Груповим реактивом є BaCl_2 в нейтральному або слаболужному середовищі, так як важкорозчинні барієві солі цих аніонів, за винятком BaSO_4 , розчинні в кислотах. Іон Ag^+ утворює з аніонами даної групи (крім SO_4^{2-}) важкорозчинні у воді солі, легко розчинні в розведеній азотній кислоті. Всі аніони цієї групи безбарвні.

Для організму людини велике значення мають фосфати і карбонати. Фосфатні і гідрокарбонатні буферні суміші підтримують певну величину рН внутрішнього середовища живого організму.

Наявність карбонатів і сульфатів у питній воді визначає її побутові та смакові якості. Крім того, присутність сульфатів немінерального походження є показником санітарного забруднення води (наприклад, стічними водами).

В якості лікарських речовин використовують сульфат магнію (проносне і гіпотензивний засіб), гідрокарбонат натрію (при шлункових захворюваннях), борну кислоту і тіосульфат натрію (антисептичні засоби).

Перша група аніонів

Прилади і реактиви: тиглі, фільтри, амоній хлорид, етиловий спирт.

Розчини: натрію сульфат (0,5н), барію хлорид (0,5н), срібла нітрат (0,1н), свинцю нітрат або ацетат (0,5н), натрію або калію гідроксид (2н), натрію сульфід (0,5н), хлороводнева кислота (2н), йодна вода, калію перманганат (0,1н), натрію або калію карбонат (0,5н), вапняна або баритова вода, натрію гідрофосфат (0,5н), натрію силікат (0,5н), натрію тіосульфат (0,5н), натрію тетраборат (0,5н), сірчаної кислоти (конц.), магнію хлорид (0,5н), амонію гідроксид (2н), амонію хлорид (0,5н), амонію молібдат або молібденова рідина, азотна кислота (конц.).

Характерні реакції аніонів SO_4^{2-}

1. Реактив BaCl_2 .

Хлорид барію утворює з аніоном SO_4^{2-} білий осад BaSO_4 , нерозчинний в кислотах і лугах.

2. Реактив солі свинцю.

Солі свинцю – $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ – дають білий осад PbSO_4 , розчинний в надлишку лугів. Складіть рівняння всіх реакцій.

Характерні реакції аніонів SO_3^{2-}

1. Реактив BaCl_2 .

Хлорид барію з аніонами SO_3^{2-} утворює білий осад BaSO_3 , легко розчинний в кислотах.

2. Реактив йодна вода.

Йодна вода стає безбарвною при додаванні сульфідів. До 4-5 капель розчину сульфїту натрію додають 5 капель розчину соляної кислоти і 2-3 краплі розчину йоду.

3. Реактив перманганат калію.

Обезбарвлення перманганату калію в кислому середовищі. Наливають в пробірку 4-5 капель сульфїту натрію, 5 капель сірчаної кислоти і 2-3 краплі розчину перманганату калію. Складіть рівняння реакцій.

Характерні реакції аніонів CO_3^{2-} 1. Реактив BaCl_2 .

Розчин хлориду барію осаджує аніони CO_3^{2-} у вигляді білого осаду BaCO_3 , розчинного в кислотах (за винятком сірчаної)

2. Реактив вапняна або баритова вода.

Виділення CO_2 можна виявити по помутнінню вапняної води (або баритової води).

В пробірку поміщають 5-8 капель розчину карбонату натрію і додають такий же об'єм 2н хлороводневої кислоти. В пробірку вставляють піпетку з 2-3 каплями вапняної води. Спостерігають помутніння вапняної води в піпетці. Складіть рівняння реакцій.

Характерні реакції аніонів PO_4^{3-}

Фосфат-іон є аніоном ортофосфорної кислоти H_3PO_4 . У воді розчинні солі лужних металів, амонію і $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$. Решту солей не розчинні у воді, але розчинні в мінеральних кислотах, а також в оцтовій кислоті.

1. Реактив BaCl_2 .

Розчин BaCl_2 з Na_2HPO_4 утворює білий осад BaHPO_4 , розчинний в кислотах (крім сірчаної).

2. Реактив нітрат срібла.

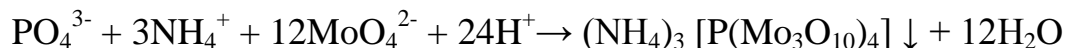
Нітрат срібла з Na_2HPO_4 утворює жовтий осад Ag_3PO_4 , розчинний в аміаку.

3. Реактив магнезіальна суміш (MgCl_2 , NH_4OH , NH_4Cl).

Реактив магнезіальна суміш з фосфат-іонами утворює білий кристалічний осад NH_4MgPO_4 , розчинний в кислотах. До 5-6 капель розчину хлориду магнію додають декілька капель розчину аміаку, після цього приливають декілька капель розчину гідрофосфату натрію. Складіть рівняння вище вказаних реакцій.

4. Реактив молібденова рідина .

Молібденова рідина (розчин $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ в HNO_3) утворює з фосфат-іонами при нагріванні жовтий кристалічний осад:



До 8 капель молібдату амонію додають 8 капель концентрованої азотної кислоти. До суміші додають 2-3 краплі фосфату натрію і нагрівають до $40\text{-}50^\circ\text{C}$ на водяній бані.

Характерні реакції аніонів SiO_3^{2-}

1. Реактив BaCl_2 .

Розчин BaCl_2 з SiO_3^{2-} утворює білий осад BaSiO_3 , який розкладається кислотами з утворенням драглистого осаду суміші кремнієвих кислот.

2. Реактив солі амонію.

Сіль амонію (NH_4Cl) виділяє із розчинів кремнієву кислоту повніше, ніж кислоти, так як іони амонію сприяють коагуляції кремнієвої кислоти, зміщуючи рівновагу гідролізу в сторону її утворення.

До 4-5 капель розчину силікату додають 4-5 капель води, кидають в пробірку 2-3 кристалики хлориду амонію та нагрівають.

3. Реактив розведені кислоти.

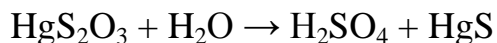
Розведені кислоти при повільному додаванні до розчину силікату натрію виділяють білий драглистий осад (гель) кремнієвої кислоти.

Складіть рівняння вище вказаних реакцій.

Характерні реакції аніонів $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

Тіосульфати важких металів гідролізують з виділенням важкорозчинних

сульфідів і утворенням сірчаної кислоти:



1. Реактив BaCl_2 .

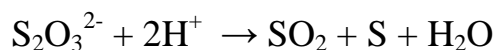
Хлорид барію виділяє із розчинів тіосульфатів білий осад тіосульфату барію.

2. Реактив AgNO_3 .

При додаванні розчину нітрату срібла до розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ виділяється білий осад $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$, який в недовзі жовтіє, буріє, і нарешті стає чорним внаслідок утворення Ag_2S . Складіть рівняння вищевказаних реакцій.

3. Реактив розчини кислот.

При дії розведених кислот на тіосульфати виділяється сірка у вільному стані і розчин мутніє.

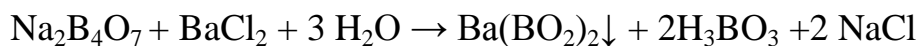


Характерні реакції аніонів $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ і BO_2^-

Для проведення реакцій використовують розчин тетраборату натрію $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (бура).

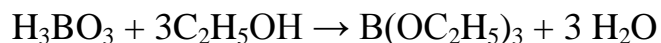
1. Реактив хлорид барію.

Хлорид барію утворює з бурою білий осад метаборату барію $\text{Ba}(\text{BO}_2)_2$ розчинний в кислотах:



2. Забарвлення полум'я.

Розчин бури (5-6 капель) випарюють в тиглі насухо, після чого приливають 2-3 краплі концентрованої сірчаної кислоти, 5-6 капель спирту, перемішують і запалюють. Полум'я спирту забарвлюється в зелений колір:



ХАРАКТЕРИСТИКА АНІОНІВ ДРУГОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

До другої групи аніонів ставляться аніони Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} . Ці аніони утворюють з іонами срібла важкорозчинні у воді і нерозчинні в розведеній азотній кислоті солі.

Груповим реактивом є AgNO_3 в присутності розведеної азотної кислоти. У цих умовах AgNO_3 не утворює осаду з аніонами першої групи. Барієві солі аніонів другої групи розчиняються у воді. Для організму велике значення мають хлориди. Хлориди натрію і калію підтримують осмотичний тиск в клітинах. Хлориди визначають смакові якості води. Недостача йоду в організмі призводить до порушення діяльності щитовидної залози. Тривале вживання питної води з надлишком або нестачею йодидів може служити причиною ендокринних захворювань. Хлориди натрію, калію і кальцію широко застосовуються як ін'єкційні розчини. Броміди калію і натрію застосовуються у складі мікстур як заспокійливих засобів, хлорид калію - при порушенні серцевого ритму. Вільний йод застосовується у розчині як антисептичний засіб, а також при атеросклерозі і захворюваннях щитовидної залози.

Друга група аніонів

Прилади та реактиви: бензол.

Розчини: натрію хлорид (0,5н) , срібла нітрат (0,1н) , амонію гідроксид (2н) , азотна кислота (2н) , амонію карбонат(12 %) , калію бромід (0,5н) , свинцю нітрат (0,5н) , сірчаної кислоти (2н, конц.) , хлорної води , калію йодиду (0,5н) , натрію сульфїду, натрію нітропрусиду.

Характерні реакції аніонів Cl^-

1. Реактив AgNO_3 .

Розчин AgNO_3 з аніонами Cl^- утворює білий сирнистий осад AgCl , не розчинний в кислотах, але легко розчинний в надлишку NH_4OH з утворенням комплексної сполуки. При підкисленні розчину HNO_3 знову випадає осад AgCl . Складіть рівняння реакції.

AgCl розчиняється також в карбонаті амонію, що відрізняє його від AgBr і AgI :



Якщо в розчині присутні іони Cl^- , Br^- , I^- , то розчин підкислюють азотною кислотою і додають 5-6 капель розчину AgNO_3 . Осад відокремлюють, промивають гарячою водою, потім додають до осаду 6-8 капель 12 % розчину карбонату амонію. Осад відокремлюють, в фільтраті відкривають іони Cl^- розчином KBr . Поява світло-жовтого осаду вказує на присутність аніона Cl^- в досліджуваному розчині.

2. Реактив солі свинцю $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ або $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.

Солі свинцю утворюють з аніонами Cl^- білий осад, розчинний в гарячій воді. Складіть рівняння реакції. Що відбудеться при охолодженні розчину?

Характерні реакції аніонів Br^-

Іони Br^- утворюють нерозчинні у воді солі AgBr , PbBr_2 , Hg_2Br_2 .

1. Реактив AgNO_3 .

Розчин AgNO_3 з аніонами Br^- утворює блідо-жовтий осад AgBr , частково розчинний в надлишку NH_4OH і нерозчинний в $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (на відміну від AgCl).

2. Реактив H_2SO_4 .

Концентрована сірчана кислота окислює Br^- до вільного бром, що помічаємо по бурому забарвленню розчину, або виділенню сірчастого газу. Складіть рівняння реакцій.

3. Реактив хлорна вода.

З хлорною водою бромід-іони окислюються до вільного бром. Для цього в пробірку беруть 2-3 краплі розчину NaBr , підкислюють 2-3 каплями 2н H_2SO_4 і додають 2-3 краплі хлорної води, добре струшують. Розчин при цьому стає жовто-бурим. Якщо в пробірку прилити 0,5 мл бензолу і збовтати, то бром перейде в бензольний шар і забарвить його в жовтий колір. Напишіть рівняння вищевказаних реакцій.

Характерні реакції аніонів I^-

1. Реактив AgNO_3 .

Розчин AgNO_3 з аніонами I^- утворює жовтий осад AgI , нерозчинний в NH_4OH і нерозчинний в $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (на відміну від AgCl).

2. Реактив солі свинцю $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Солі свинцю утворюють з аніонами I^- жовтий осад, розчинний в гарячій воді, який при охолодженні кристалізується у вигляді золотих кристалів.

3. Реактив хлорна вода.

Хлорна вода окислює йодид-іони до вільного йоду. Ця реакція дозволяє виявити I^- і Br^- при їх сумісній присутності.

Змішують по 1-2 краплі KI і KBr , розводять водою в 2-3 рази, розчин підкислюють H_2SO_4 , приливають приблизно 0,5 мл бензолу і додають хлорну воду (0,5 – 1 мл); добре струшують вміст пробірки. Спочатку виділяється I_2 , який

забарвлює бензол в рожево-фіолетовий колір. Якщо ще додати хлорної води (приблизно 1 мл), то це забарвлення зникає (I_2 окислюється до HO_3^- - йодноватої кислоти) і розчин набуває жовтого кольору, за рахунок виділення Br_2 . Складіть рівняння всіх вищевказаних реакцій.

Характерні реакції аніонів S^{2-}

1. Реактив солі срібла і свинцю.

Солі срібла та свинцю з аніоном S^{2-} утворюють осадки Ag_2S і PbS темно-коричневого кольору, нерозчинні в розбавлених кислотах.

2. Реактив нітропрусид натрію.

Нітропрусид натрію $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ в лужному середовищі з S^{2-} утворює фіолетове забарвлення. До 3-4 крапель розчину Na_2S додають 2-3 краплі нітропрусиду натрію і 2-3 краплі розчину $NaOH$. Напишіть рівняння реакцій.

ХАРАКТЕРИСТИКА АНІОНІВ ТРЕТЬОЇ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

До третьої аналітичної групи аніонів ставляться NO_3^- , NO_2^- і CH_3COO^- . Срібні та барієві солі цих аніонів розчиняються у воді, внаслідок чого ні $AgNO_3$, ні $BaCl_2$ не осаджує аніони третьої групи. Групового реактиву у цієї групи немає.

Визначення нітритів і нітратів має велике значення для дослідження питної води. Наявність завищеної кількості нітритів і нітратів є показником забруднення і непридатності води для пиття.

Наявність великої кількості нітритів і нітратів в овочах і фруктах є небезпечним для живих організмів, воно не повинно перевищувати 40 мг/кг.

Органічні похідні азотної кислоти, наприклад, нітрогліцерин, використовуються як серцево-судинні засоби. Нітрит натрію і деякі похідні азотистої кислоти застосовують при стенокардії. Деякі солі оцтової кислоти входять до складу різних лікарських препаратів.

Третя група аніонів

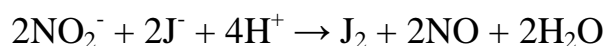
Прилади та реактиви: крохмаль, дифеніламін, заліза (II) сульфат.

Розчини: натрію або калію нітрат (0,5н), оцтова кислота (2н), сірчаної кислоти (2н, конц.), калію йодиду (0,5н), натрію ацетат (0,5н), заліза (III) хлорид (0,5н)

Характерні реакції аніонів NO_2^-

1. Реактив йодид калію.

Нітрити KNO_2 або NaNO_2 в оцтовокислому або сірчанокислому розчині окислюють J^- до J_2 :



До 4-5 капель підкисленого сірчаною кислотою розчину нітриту додають стільки ж розчину йодиду калію. При додаванні крохмалю розчин синіє.

2. Реактив мінеральні кислоти.

Кислоти розкладають всі нітрити з виділенням оксидів азоту:

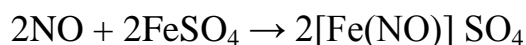
Характерні реакції аніонів NO_3^- 1. Реактив дифеніламін $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$.

Дифеніламін $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$. В концентрованій H_2SO_4 з NO_3^- утворює інтенсивне синє забарвлення. До 4-5 капель розчину дифеніламіну в концентрованій H_2SO_4 додають одну каплю досліджуваного розчину. Запишіть рівняння реакції.

2. Реактив сульфат заліза (II).

Сульфат заліза (II) в присутності NO_3^- утворює комплексну сполуку бурого кольору $[\text{Fe}(\text{NO})]\text{SO}_4$.

На годинникове скло наносять каплю досліджуваного розчину (нітрату), кристалик FeSO_4 і каплю конц. H_2SO_4 . В присутності NO_3^- навкруг кристалика з'являється буре кільце:

Характерні реакції аніонів CH_3COO^-

1. Реактив заліза (III) хлорид.

Ацетат-іон з розчином FeCl_3 утворює розчин кров'яного червоного кольору, при нагріванні якого в результаті гідролізу випадає червоно-бурий осад $\text{Fe}(\text{OH})_2(\text{CH}_3\text{COO})$.

Цій реакції заважають аніони CO_3^{2-} .

2. Реактив конц. сірчана кислота.

Концентрована сірчана кислота витісняє оцтову кислоту із її солей. До розчину ацетату натрію приливають декілька крапель конц. H_2SO_4 і нагрівають. Оцтову кислоту виявляють за запахом. Складіть рівняння реакцій.

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 ($\text{pH} = 7-9$) додають 2-3 краплі розчину 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 HNO_3 і 2-3 краплі 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 pH розчину. Якщо $\text{pH} < 2$, в розчині можуть бути присутні аніони: CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , NO_2^- .

5. Досліджують розчин на наявність аніона – окисника 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 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: SO_3^{2-} , NO_2^- , J^- , Br^- , можливо, і Cl^- .

7. Досліджують розчин на наявність аніонів летких та нестійких кислот.

До 3-4 капель досліджуваного розчину приливають 3 краплі 4н розчину сірчаної кислоти і злегка струшують пробірку. Якщо виділення газу не спостерігається, то розчин злегка нагрівають. Виділення бульбашок газу вказує на можливість присутності аніонів CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- .

За властивостями газів CO_2 , SO_2 , H_2S , 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 хлороводною кислотою) середовищі.
2. Сульфат-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 NO_2^- , S^{2-} , то від них необхідно вивільнитись, так як вони заважають відкриттю аніона SO_3^{2-} . До 4 капель досліджуваного розчину додають 4 краплі розчину хлориду барію. Одержаний осад відокремлюють, промивають водою і обробляють 2-3 каплями 2н розчину хлороводною кислотою. Газ, що виділяється досліджують на наявність оксиду сірки (IV).
3. Карбонат-іон відкривають із окремої порції розчину частковою реакцією. Якщо в розчині присутній аніон SO_3^{2-} , то його попередньо необхідно окислити, так як він буде заважати виявленню аніона 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 CO_3^{2-} .
4. Силікат-іон відкривають із окремої проби досліджуваного розчину шляхом обробітку його хлоридом амонію або хлороводною кислотою.
5. Фосфат-іон відкривають із окремої проби розчину за допомогою магнезійної суміші або молібденової рідини. Якщо в розчині присутні аніони другої групи та аніон SiO_3^{2-} , то відкриття фосфат-іону проводять наступним чином. До 5-6 капель 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 полікремнієвої кислоти, його відфільтровують і відкривають фосфат-іон за допомогою магнезійної суміші або молібденової рідини.

6. Сульфід-іон відкривають із окремої проби ацетатом свинцю або окисленням його до вільної сірки. Іони S^{2-} можуть заважати відкриттю аніонів Cl^- , Br^- , I^- . Тому рекомендується їх усунути. Для цього до 5-6 капель нейтрального або слаболужного розчину ($pH = 7-9$) додають розчин $ZnSO_4$ і нагрівають. Сульфід цинку, який утворився, відокремлюють, а у фільтраті відкривають аніони Cl^- , Br^- , I^- .
7. Хлорид-іон відкривають за допомогою нітрату срібла, якщо в досліджуваному розчині відсутні бромід-іони, то хлорид-іони визначають наступним чином. 5-6 капель досліджуваного розчину підкислюють такою ж кількістю 2н розчину азотної кислоти і додають 5-6 капель розчину $AgNO_3$. Осад відокремлюють, промивають водою і додають до осаду 6-8 капель 12% розчину карбонату амонію. Осад відокремлюють, а у фільтраті відкривають аніон Cl^- розчином броміду калію.
8. Бромід-іон відкривають реакцією окислення його хлорною водою до вільного броду в присутності бензолу. Якщо присутні аніони S^{2-} , SO_3^{2-} , то їх спочатку окислюють розчином перманганату калію в кислому середовищі. Для цього до 5-6 капель 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 капель 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 NO_2^- . Якщо ж розчин містить аніони NO_2^- , то їх слід попередньо видалити за допомогою хлориду амонію. До 4-5 капель розчину додають 5-6 капель 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

1. Яким чином класифікують аніони?
2. Які аніони виявляють властивості окисників?
3. Які аніони виявляють властивості відновників?

4. Як можна виявити аніони Cl^- , Br^- , I^- при їх сумісній присутності?
5. Як виявляють аніони летких кислот?
6. Як позбуваються дії S^{2-} іонів при відкритті аніонів II групи?
7. Чи можна відкрити аніони NO_3^- в присутності аніонів NO_2^- ?
8. Які аніони можуть бути присутніми в розчині з:
 - а) сильно-кислим середовищем?
 - б) лужним середовищем?
 - в) нейтральним середовищем?
9. Які іони заважають відкриттю аніона PO_4^{3-} і як відкривають PO_4^{3-} аніон в присутності цих іонів?

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. Після цього аналізовану суміш ділять на три частини: в одній виявляють катіони, в другій – аніони, третя – залишається для контролю.
3. 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.
4. 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-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.
5. 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.).
6. 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.
7. 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.

8. 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 2н розчину соляної кислоти. Поява осаду свідчить про наявність катіонів II групи.
9. Досліджують розчин на наявність катіонів III групи. До 2-3 капель аналізованого розчину додають стільки ж 2н розчину сірчаної кислоти і нагрівають. Випадання осаду вказує на присутність катіонів III групи.
10. 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.
11. 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.
12. 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.
13. Після цього приступають до виявлення катіонів за окремими групами, за схемами аналізу суміші катіонів всіх шести груп.
14. 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-}).
15. 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.
16. Зробивши попередні висновки, переходять до відкриття аніонів.
17. 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.
18. 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.

19. Досліджують одержаний розчин на наявність аніонів I групи. До 2-3 крапель нейтрального або слабо лужного розчину додають 2 краплі розчину хлориду барію. Якщо осад випадає, то в розчині присутні аніони I групи.
20. Досліджують розчин на наявність аніонів II групи. 2 краплі розчину підкислюють 2 каплями 2н розчину азотної кислоти і додають каплю нітрату срібла. Випадання осаду вказує на присутність аніонів II групи.
21. Якщо при дослідженні на аніони I і II груп осади не утворюються, то, можливо, присутні аніони III групи.
22. 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.
26. Невелику порцію суміші обробляють в пробірці при перемішуванні 2н 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.
27. Якщо суміш не розчиняється в оцтовій кислоті, то невелику порцію її обробляють 2н соляною кислотою. Якщо вона розчиняється в соляній кислоті, то це свідчить про відсутність катіонів Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} .
28. Якщо суміш не розчиняється в соляній кислоті, пробують розчинність в 2н азотній кислоті або в 2н сірчаній кислоті. Якщо суміш розчинилась в сірчаній кислоті, то в ній відсутні катіони III групи.
29. 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.
30. Переведення в розчин та аналіз суміші, не розчинної в кислотах.
31. 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 .

32. Проводять розчинення сульфату свинцю. До проби речовини додають надлишок гідроксиду натрію та нагрівають. В одержаному розчині відкривають катіони Pb^{2+} характерними реакціями.
33. 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.
34. Проводять розчинення $AgCl$, $AgBr$. До проби додають надлишок розчину аміаку. В одержаному розчині відкривають Ag^+ .
35. Проводять розчинення йодиду срібла. Пробу речовини обробляють розчином тіосульфату натрію. В одержаному розчині відкривають аніон I^- характерними реакціями.

Література

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник для вузов / Ю. Я. Харитонов – М.: Высшая школа, 2003. – 615 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник для вузов / Ю. Я. Харитонов – М.: Высшая школа, 2003. – 559 с.
3. Алексеев В.Н. Курс качественного химического полумикроанализа: учебник для вузов / В.Н. Алексеев – М.: Химия, 1973. – 578 с.
4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2кн. Кн. 1. Титриметрический и гравиметрический методы анализа: учеб. для студ. вузов, обучающихся по химико-технол. спец. / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2002. – 368 с.
5. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа: учеб. для студ. вузов, обучающихся по химико-технол. спец. / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2002. – 368 с.
6. Крешков А.П. Основы аналитической химии. Теоретические основы. Качественный анализ, книга первая: учебник для химико-технол. спец. вузов / А.П. Крешков – М.: Химия, 1976. – 472с.
7. Крешков А.П. Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ, книга вторая: учебник для химико-технол. спец. вузов / А.П. Крешков – М.: Химия, 1976. – 480с.
8. Логинов Н.Я. Аналитическая химия: учеб. пособие для студентов химико-биол. и биолого-хим. специальностей вузов / Н.Я. Логинов , А.Г. Воскресенский , И.С. Солодкин – М.: Просвещение, 1979. – 478с.
9. Пономарев В.Д. Практикум по аналитической химии / В.Д. Пономарев, Л.И. Иванова – М.: Высшая школа, 1983. – 288 с.
10. Сегеда, А. С. Аналітична хімія. Якісний аналіз: навч.посібник для студ.біол.спец.вузів / А.С. Сегеда. – Київ : ЦУЛ, 2002. – 524 с.
11. Сегеда, А. С. Аналітична хімія. Кількісний аналіз: навчальний посібник для студ. біол. спец. вищ. навч. закладів / А. С. Сегеда. – Київ: Фітосоціоцентр, 2006. – 544 с.
12. Сегеда А. С. Збірник задач і вправ з аналітичної хімії. Кількісний аналіз: навчальний посібник для студ. хіміч. спец. вищ. пед. навч. закладів / А.С. Сегеда. – Київ : Фітосоціоцентр, 2005. - 491 с.
- 13.Золотов Ю. А. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы / Ю. А. Золотов. – М.: Высш. шк., 2002. – 464 с.

Додаткова :

1. Полеев М.Э. Аналитическая химия / М.Э. Полеев, И.Н. Душечкина. – М.: Медицина, 1994 – 400 с.
2. Романова Н.В. Основи хімічного аналізу / Н.В. Романова. – К.: Рад. школа, 1983. – 160 с.
3. Пилипенко А.Т. Аналитическая химия / А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий. – М.: Химия, 1990. – 496 с.

Таблиця 1.

Іон, який відкривають	Реактив	Середовище	Умови виконання реакції	Спостереження	Рівняння реакцій: молекулярні та іонно-молекулярні	Примітка
NH_4^+	$\text{K}_2[\text{HgI}_4]$, KOH Реактив Неслера калію тетраїодогідрагірат (II)	лужне		Червоно-бурий осад	$\text{NH}_4\text{Cl} + 2 \text{K}_2[\text{HgJ}_4] + 4\text{KOH} \rightarrow$ $\left[\text{O} \begin{array}{c} \text{Hg} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{NH}_2 \end{array} \right] \text{J} \downarrow + \text{KCl} + 7\text{KJ} + 3\text{H}_2\text{O}$ $\text{NH}_4^+ + 2 [\text{HgJ}_4]^{2-} + 4\text{OH}^- \rightarrow$ $\left[\text{O} \begin{array}{c} \text{Hg} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{NH}_2 \end{array} \right] \text{J} \downarrow + 7\text{J}^- + 3\text{H}_2\text{O}$ Амонійоксогідрагірат (меркурат) йодиду	Реакція чутлива

Таблиця 2

№ пп	Операція	Що визначають	Реактив	Зовнішні зміни	Рівняння реакції	Висновок
3.	Дослідження фільтрату 1 на присутність катіонів II аналітичної групи	Катіони II аналітичної групи Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}	2 н HCl	Осад не утворюється		В фільтраті I немає катіонів II аналітичної групи

Таблиця 3

Кислотно-лужна класифікація катіонів

	<i>А н а л і т и ч н і</i>					
	<i>г р у п и</i>					
	I	II	III	IV	V	VI
	K^+, Na^+, NH_4^+	Ag^+, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}	$Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}, (Pb^{2+})$	$Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, As^{3+}, As^{5+}, (Sb^{3+})$	$Sb^{3+}, Sb^{5+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Mg^{2+}, Bi^{3+}$	$Hg^{2+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}$
Характеристика групи	Хлориди, сульфати, гідроксиди, розчинні у воді	Хлориди нерозчинні у воді і в розведених кислотах	Сульфати нерозчинні у воді і в кислотах	Гідроксиди амфотерні, розчинні в надлишку луку	Гідроксиди нерозчинні в надлишку луку	Гідроксиди утворюють розчинні аміакати
Груповий реагент	Немає	2 н розчин HCl	2 н розчин H_2SO_4	Надлишок 4 н розчину NaOH або KOH	Надлишок 25 % розчину NH_4OH	Надлишок 25 % розчину NH_4OH
Характер одержаних сполук	Розчин K^+, Na^+, NH_4^+	Осад $AgCl$ $PbCl_2$ Hg_2Cl_2	Осад $BaSO_4$ $SrSO_4$ $CaSO_4$ $(PbSO_4)$	Розчин AlO_2^- CrO_2^- ZnO_2^{2-} SnO_3^{2-} AsO_3^{3-} (SbO_3^{3-})	Осад $Fe(OH)_2$ $Fe(OH)_3$ $Mn(OH)_2$ $Mg(OH)_2$ $Bi(OH)_3$ $HSbO_3$ $HsbO_2$	Розчин $[Cu(NH_3)_4]$ $[Hg(NH_3)_4]$ $[Cd(NH_3)_4]$ $[Co(NH_3)_6]$ $[Ni(NH_3)_6]$