**ЛАБОРАТОРНЕ ЗАНЯТТЯ № 3**

***Тема:*** Якісні реакції катіонів ІІІ аналітичної групи: Ва2+,Sr2+, Са2+. Аналіз суміші катіонів ІІІ аналітичної групи.

***Мета:*** Вивчити якісні реакції катіонів ІІІ аналітичної групи, експериментально дослідити умови виконання аналітичних реакцій, властивості отриманих сполук та провести аналіз суміші катіонів ІІІ аналітичної групи.

***Контрольні запитання***

1. Яка розчинність сульфатів катіонів III групи? Чому при дії групового реактиву (H2SO4) на розчин, який містить катіони ІІІ групи, катіони Са2+ осаджуються не повністю (необхідно проводити додаткове осадження)?
2. Присутність яких речовин знижує розчинність кальцій сульфату?
3. Чи можливо виявити Ва2+ в присутності Са2+і Sr2+?
4. Чи можливо виявити Са2+ реакцією з амоній оксалатом в присутності Sr2+ і Ва2+?
5. Які реакції будуть відбуватись, якщо до розчину, який містить іони Са2+і Sr2+, прилити надлишок розчину амоній сульфату?
6. Яким реактивом можна виявити іони Са2+ в присутності іонів Sr2+ і Ва2+?
7. Для чого переводять сульфати катіонів III групи в карбонати?
8. Як виявити катіони III групи при їх сумісній присутності?

**ХАРАКТЕРИСТИКА ІІІ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ КАТІОНІВ**

До ІІІ групи катіонів відносяться іони двовалентних металів Ва2+,Sr2+ та Са2+. 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 Ва(ОН)2 → Sr(OH)2 → Са(ОН)2.

Сульфати Барію, Стронцію і Кальцію погано розчиняються у воді, тому **груповим реактивом є сульфатна кислота**. Найменш розчинний Барій сульфат, а найбільш розчинний – Кальцій сульфат. Внаслідок цього при додаванні сульфатної кислоти до суміші катіонів ІІІ групи осад BaSO4 виділяється миттєво, навіть з розведених розчинів, осад SrSO4 – через деякий час, a CaSO4 – тільки з концентрованих розчинів солей Кальцію. Осадження CaSO4 завжди буває неповним. Сульфати, що утворилися, необхідно перевести у розчинні сполуки шляхом обробки кислотами (HCl, HNO₃) або утворення комплексних іонів

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. Іони Кальцію знаходяться в біологічному антагонізмі з іонами Калію, Натрію і Магнію.

Стронцій – мікроелемент, відіграє важливу роль у процесах утворення кісток, тому концентрується головним чином у кістках, частково замінює кальцій.

Радіонуклід 90Sr викликає променеву хворобу, злоякісні пухлини кісток.

Барій у великих дозах токсичний! Барій – мікроелемент, який у малих дозах стимулює діяльність кісткового мозку. Кількісне визначення барію може бути діагностичним тестом і прогнозом при лікуванні лейкозів, при яких вміст барію в плазмі крові та еритроцитах збільшується.

Сполуки Кальцію і Барію входять до складу багатьох фармацевтичних препаратів. Кальцій сульфат (гіпс) застосовують при накладанні пов'язок і виготовленні зубних порошків. Кальцій хлорид і глюконат використовують для лікування при алергічних захворюваннях. Барій сульфат застосовується при рентгеноскопічних дослідженнях шлунка і кишечника як контрастний засіб (BaSO4 не пропускає рентгенівські промені).

***ЛАБОРАТОРНА РОБОТА***

**Характерні реакції катіону Ва2+**

**Груповий реактив Н2SO4**

Сульфатна кислота і розчинні сульфати утворюють з іонами Ва2+ білий дрібнокристалічний осад ВаSO4, який не розчиняється у воді і розчинах кислот, **але частково розчиняється у концентрованих лугах.**

Реакція утворення Барій сульфату дуже чутлива, але виявленню іона Ва2+ заважають йони Sr 2+ і Са2+, які теж утворюють малорозчинні сульфати.

Напишіть рівняння реакції в молекулярному та скороченому іонному вигляді:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

***Дослід 1***. У пробірку поміщають 2 краплі розчину Барій хлориду, додають 2 краплі 2н розчину сульфатної кислоти.

**Реактив К2CrO4.**

З іонами CrO42‾ катіони Ba2+ утворюють світло-жовтий кристалічний осад BaCrO4, нерозчинний в оцтовій кислоті. Ця властивість відрізняє BaCrO4 від SrCrO4, осад якого розчиняється в оцтовій кислоті. Катіони Ca2+ з хромат-іонами осад не утворюють. Тобто катіони Ba2+ можна відкривати даною реакцією в присутності катіонів Sr2+ та Са2+.

Напишіть рівняння реакції в молекулярному та скороченому іонному вигляді:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

***Дослід 2***. У пробірку поміщають 3 краплі розчину Барій хлориду, додають 3 краплі розчину Калій хромату і 3 краплі розчину оцтової кислоти.

**Реактив K2Cr2O7.**

Аналогічно взаємодіють з іонами Ва2+ іони Cr2O72+.

Напишіть рівняння реакції в молекулярному та скороченому іонному вигляді:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

***Візьміть до уваги***, що в осад при даній реакції випадає не BaCr2O7, а BaCrO4, адже Барій біхромат нестійкий в водних розчинах. Кислоту, яка утворюється в ході реакції, зв’язують дією Натрій ацетату, при цьому утворюється малодисоційована оцтова кислота:

***Дослід 3***. В пробірку поміщають 3 краплі барій хлориду, додають 3 краплі розчину Калій біхромату і 4-5 крапель розчину Натрій ацетату і нагрівають на водяній бані:

**Характерні реакції катіону Sr2+**

**Реактив СаSО4 (гіпсова вода)**.

Катіони Sr2+ відкривають дією розчину СаSО4 (гіпсова вода). Ця реакція базується на суттєво різній розчинності сульфатів Стронцію та Кальцію
(ДР SrSO4 ‹ ДР СаSО4). Випадання невеликої кількості кристалічного осаду буде ознакою наявності катіонів Sr2+.

Напишіть рівняння реакції в молекулярному та скороченому іонному вигляді:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**Реактив (NH4)2C2O4.**

Амоній оксалат (NH4)2С2O4 утворює з катіоном Sr 2+ осад білого кольору:

Напишіть рівняння реакції в молекулярному та скороченому іонному вигляді:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Стронцій оксалат добре розчиняється в мінеральних і ацетатній кислотах.

***Дослід 4.*** До 3 крапель солі Стронцію добавляють таку ж кількість розчину Амоній оксалату. Утворений осад білого кольору випробовують на розчинність у хлоридній і ацетатній кислотах.

**Характерні реакції катіонів Са2+**

**Реактив (NH4)2C2O4.**

Катіони Кальцію можна відкривати дією Амоній оксалату в оцтовокислому середовищі, при цьому утворюється білий дрібнокристалічний осад, який розчиняється в мінеральних кислотах, але не розчиняється в ацетатній (оцтовій) кислоті.

Напишіть рівняння реакції в молекулярному та скороченому іонному вигляді:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Цій реакції заважають катіони Ва2+ і Sr2+, які необхідно усунути із сфери реакції. Із всіх реакцій ця реакція найбільш чутлива.

У ході аналізу катіони Ва2+ усувають перед відкриттям іонів Sr2+, тому для перевірки на катіони Са2+ необхідно провести відділення катіонів Sr2+. Для цього використовують реакцію з амоній сульфатом. На відміну від SrSO4, Кальцій сульфат значно розчиняється в надлишку Амоній сульфату з утворенням нестійкої комплексної солі:

CaSO4↓ + (NH4)2SO4 → (NH4)2[Ca(SO4)2]

Sr2+ іони переходять в осад і можуть бути відділені від іонів Са2+, які залишаються в розчині у вигляді даної комплексної солі.

***Дослід 5.*** У пробірку наливають 3 краплі розчину CaCl2, краплю розчину оцтової кислоти, потім додають 3 краплі розчину Амоній оксалату і 2 краплі розчину аміаку.

**Реактив K4[Fe(CN)6].**

Дана реакція характерна, іони Са2+ в присутності NH4+ при нагріванні з K4[Fe(CN)6] утворюють білий кристалічний осад комплексної солі (NH4)2Ca[Fe(CN)6].

Напишіть рівняння реакції в молекулярному та скороченому іонному вигляді:

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Дана реакція малочутлива. Катіони Ва2+ і Sr2+ даної реакції не дають.

***Дослід 6.*** До досліджуваного розчину приливають невелику кількість розчинів NH4Cl і K4[Fe(CN)6] та нагрівають до кипіння. Через деякий час випадає білий кристалічний осад

# **Хід аналізу катіонів III групи**

1. Виявлення та вилучення іонів Ва2+.

У пробірку поміщають 3 краплі досліджуваного розчину, 3 краплі натрій ацетату та 3 краплі калій біхромату.

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 барій біхромату відфільтровують та відбирають. У розчині який залишився, перевіряють повноту осадження іонів барію, додаючи 1 краплю розчину натрій ацетату і 1-2 краплі розчину калій хромату.

2. Переосадження іонів Sr2+ і Са2+

Фільтрат після вилучення іонів Ва2+ містить аніони СrО42-, які заважають відкриттю катіонів Sr2+ і Са2+. Для їх вилучення фільтрат нагрівають до кипіння, додають по краплях концентрований розчин аміаку до лужного середовища, а потім розчин калій або натрій карбонату (3н). Потім знову нагрівають 7-10 хвилин на киплячій водяній бані. Випадає осад СаСО3, SrСО3.Цей осад відфільтровують, промивають на фільтрі гарячою водою від іонів СrО42-, які мають жовтий колір. Фільтрат та промивні води відкидають.

Промитий осад розчиняють у гарячій 2н оцтовій кислоті і в отриманому розчині відкривають катіони Sr2+ і Са2+.

Якщо при нагріванні Na2CO3 або К2СО3 осад не утворюється, то це вказує на відсутність у розчині катіонів Sr2+ і Са2+.

3. Виявлення катіонів Sr2+.

У окремій порції розчину (3-4 краплі відкривають Sr2+ реакцією з гіпсовою водою (5-6 крапель). Якщо результат реакції позитивний, тобто у розчині виявлені катіони Sr2+, то їх треба вилучити, так як вони заважають відкриттю катіонів Са2+.

Для цього розчин, у якому знаходяться катіони Sr2+ і Са2+, нагрівають до кипіння, та додають до нього насичений розчин (NH4)2SO4, знову нагрівають 10 хв. на киплячий водяній бані. Катіони Sr2+ при цьому випадають у вигляді SrSO4, який відфільтровують та відкидають. У фільтраті роблять пробу на повноту вилучення іонів Sr2+, після чого можна проводити реакції на катіони Са2+, які залишилися в розчині у вигляді комплексних іонів [Са(SO4)2]2-.

4. Виявлення катіонів Са2+.

Фільтрат, який залишився після вилучення іонів Sr2+ нагрівають, підкислюють 2н оцтовою кислотою, додають амоній оксалат, розчин аміаку і нагрівають. Поява білого осаду свідчить про наявність катіонів Са2+.

***Висновок***.

**Peaкції катіонів ІІІ aнaлiтичної групи**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Реактив | ***Ва2+*** | ***Sr2+*** | ***Ca2+*** |
| Н2SO4 та сульфати | BaSO4(*s*, білий) | SrSO4(*s*, білий) | CaSO4(*s*, білий),з концентрованих розчинів або з С2Н5ОН. |
| CaSO4 (насичений розчин) | BaSO4(*s*, білий), випадає відразу. | SrSO4(*s*, білий), каламуть, при нагріванні. | - |
| К2СrО4 | ВаСrО4(*s*, жовтий) | SrCrO4(*s*, жовтий) | - |
| К2Сr2О7 (в ацетатному буфері) | ВаСrO4(*s*, жовтий) | - | - |
| (NН4)2С2О4 | BaC2O4(*s*, білий). | SrC2O4(*s*, білий) | СаС204(*s*, білий) |
| Na 2C6О6 (родизонат) | BaC60(,(*s*, цегляно-червоний), після підкислення рожевий | SrC6О6(*s*, червоно-бурий), розчинний у НСl. | (СаОН)2C6О6(*s*, фіолетовий), у лужному середовищі |

***ТЕСТОВІ ЗАВДАННЯ***

1. Якісною реакцією на катіони Ва2+ є взаємодія з реактивом:

а) 1 н HNO3;

б) 2 н HCl;

в) 25% NH4ОН;

г) K2CrO4;

д) 4 н NaOH.

2. При взаємодії досліджуваного розчину з розчином гіпсової води утворюється білий осад. Це свідчить про наявність катіонів:

а) Sr2+;

б) K+;

в) Fe2+;

г) Al3+;

д) Mg2+.

3. Указати, які з наведених катіонів із сульфатною кислотою утворюють осад, нерозчинний у мінеральних кислотах:

а) Ca2+, Ag+, Mg2+;

б) Bi3+, Hg2+, As3+;

в) Ba2+, Ca2+, Sr2+;

г) Cu2+, Ni2+, Fe3+;

д) Ag+, Ba2+, As3+.

4. Розчин утворює забарвлений осад з реактивом Калій дихроматом. Указати катіони, які знаходяться в досліджуваному розчині:

а) Sr2+;

б) Hg22+;

в) Ba2+;

г) Cd2+;

д) Cr3+

5. До досліджуваного розчину додали 1М розчин сульфатної кислоти. Випав осад білого кольору, розчинний у лугах. Це свідчить про наявність катіонів:

а) Pb2+;

б) Ag+;

в) Ba2+;

г) Hg22+;

д) Cr3+.

6. Білий дрібнокристалічний осад утворюється при додаванні реактиву Амоній оксалату до досліджуваного розчину, який містить катіони:

а) Сa2+;

б) Na+;

в) Cu2+;

г) Fe2+;

д) K+.

7. Указати колір розчину, який містить катіони ІІІ аналітичної групи:

а) жовтий;

б) зелений;

в) безбарвний;

г) бурий;

д) блакитний.

8. Указати, який розчин містить лише катіони ІІІ аналітичної групи:

а) Na+, Pb2+, Hg2+;

б) K+, Co2+, Sr2+;

в) Cu2+, Fe3+, Bi3+;

г) Zn2+, Ni2+, Mn2+;

д) Ba2+, Ca2+, Sr2+.

9. У ході систематичного аналізу катіонів ІІІ аналітичної групи на розчин подіяли груповим реагентом. Після цього сульфати, які утворилися, необхідно перевести у:

а) фосфати;

б) карбонати;

в) нітрати;

г) хромати;

д) ацетати.

10. При дії групового реагенту для практично повного осадження катіонів Кальцій необхідно додати:

а) хлоридну кислоту;

б) хлороформ;

в) гіпсову воду;

г) етанол;

д) амоніак.