

Рівненський державний гуманітарний університет

Кафедра екології, географії та туризму

Г.В. МАРТИНЮК

ПРАКТИКУМ З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

(ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ)

**для студентів психолого природничого
факультету
(електронне видання)**

Мартинюк Г.В.

«Практикум із аналітичної хімії» з навчальної дисципліни «Аналітична хімія», «Загальна хімія» для студентів за спеціальністю 014 «Середня освіта (Природничі науки)», 014.06 «Середня освіта (Хімія)», 014 «Середня освіта (Біологія та здоров'я людини)» Рівненського державного гуманітарного університету. Рівне. 2022. 56с

Подано методичні поради щодо організації проведення лабораторних і робіт з основних розділів навчальної дисципліни «Аналітична хімія»
Наведено лабораторні роботи з якісного аналізу катіонів і аніонів для студентів хімічних спеціальностей вищих педагогічних навчальних закладів. Розглядається кислотно – основний метод аналізу катіонів. Пропонується великий вибір лабораторних робіт з аналізу сплавів, а також схеми досліджень невідомих речовин. Приводяться найважливіші якісні реакції катіонів і аніонів, умови їх використання

Для студентів II курсу спеціальностей – 014 Середня освіта (Хімія), 014 «Середня освіта (Природничі науки)» 014 «Середня освіта (Біологія та здоров'я людини)», викладачів та лаборантів, які проводять лабораторні заняття, а також студентів хімічних, хіміко-технологічних, біологічних, екологічних спеціальностей вищих навчальних закладів I – IV рівня акредитації, викладачів і вчителів загальноосвітніх навчальних закладів з поглибленим вивченням хімії, учнів для підготовки до олімпіад, турнірів, творчих конкурсів.

Автор:

Мартинюк Г.В., кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри екології та туризму Рівненського державного гуманітарного університету.

Навчальний посібник «Практикум із аналітичної хімії» затверджений на засіданні кафедри екології, географії та туризму географії та хімії Рівненського державного гуманітарного університету.


протокол № 7 від 11 жовтня 2022 р,

Зав.кафедри:



Лико Д.В.

Секретар:



Рудик О.К.

ЗМІСТ

Лабораторна робота 1. Основи якісного аналізу.....	4
ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ КАТІОНІВ	
Лабораторна робота 2. Якісний аналіз катіонів.....	7
Катіони першої аналітичної групи (NH_4^+ , Na^+ , K^+ , Li^+).....	7
Лабораторна робота 3. Катіони другої аналітичної групи.....	10
Лабораторна робота 4. Катіони третьої аналітичної групи.....	14
Лабораторна робота 5. Катіони четвертої аналітичної групи.....	19
Лабораторна робота 6. Катіони п'ятої аналітичної групи.....	24
Лабораторна робота 7. Катіони шостої аналітичної групи.....	29
Лабораторна робота 8. Аналіз суміші катіонів I-VI аналітичних груп....	33
ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ АНІОНІВ	
Лабораторна робота 9. Аналіз аніонів першої аналітичної групи.	36
Лабораторна робота 10. Аналіз аніонів другої аналітичної групи.....	43
Лабораторна робота 11. Аналіз аніонів третьої аналітичної групи.....	47
Лабораторна робота 12. АНАЛІЗ НЕВІДОМОЇ РЕЧОВИНИ.....	49
Лабораторна робота 13. ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ СПЛАВІВ.....	53
ВИКОРИСТАНА ЛІТЕРАТУРА	55

Лабораторна робота 1. Основи якісного аналізу

Вступ

Якісний хімічний аналіз є основою вивчення аналітичної хімії. Метою якісного аналізу є ідентифікація речовин, виявлення в досліджуваних речовинах основних компонентів або домішок.

Класифікація йонів на аналітичні групи

При проведенні систематичного аналізу розрізняють найбільш поширені схеми класифікації катіонів та аніонів на групи:

- 1) сірководнева;
- 2) амонійно – фосфатна;
- 3) кислотна – основна.

Таблиця 1.

Сульфідна (сірководнева) класифікація катіонів на групи

Номер групи	Катіони	Груповий реагент	Продукти реакції та їх властивості
I	Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+}	Відсутній	Відсутній
II	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , (Pb^{2+})	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$)	Осади (CaCO_3 , SrCO_3 , BaCO_3) розчиняються в кислотах, але нерозчинні в лугах і водному розчині NH_3
III	Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+}	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$)	Осади (ZnS , MnS , NiS , CoS , FeS , Fe_2S_3 , $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$) розчиняються в кислотах
IV	Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+}	H_2S (у присутності HCl)	Осади (CuS , CdS , HgS , Bi_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS , SnS_2 , As_2S_3) не розчиняються в кислотах. Сульфіди Sb_2S_3 , SnS_2 , As_2S_3 розчиняються в амоній полісульфіді $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$
V	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl	Осади (AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2) не розчиняються в розведених кислотах.

Таблиця 2.
Аміачно – фосфатна класифікація катіонів на групи

Номер групи	Катіони	Груповий реагент	Продукти реакції, їх властивості
I	$\text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$	Відсутній	Відсутні
II	$\text{Li}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Bi}^{3+}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	Осади розчиняються в ацетатній кислоті (крім $\text{ALPO}_4, \text{CrPO}_4, \text{FePO}_4, \text{BiPO}_4$)
III	$\text{Zn}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Hg}^{2+}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	В надлишку NH_3 осади фосфатів розчиняються з утворенням комплексних іонів $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}, [\text{Co}(\text{NH}_3)_4]^{2+}, [\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}, [\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
IV	$\text{Sb}^{3+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Sn}^{4+}, \text{As}^{3+}$	HNO_3 (при кип'ятінні)	Утворюються осади $\text{H}_2\text{SnO}_3, \text{H}_3\text{SbO}_4, \text{H}_3\text{AsO}_4$
V	$\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}$	HCl	Осади ($\text{AgCl}, \text{PbCl}_2, \text{Hg}_2\text{Cl}_2$) не розчиняються в розведених кислотах

В умовах обмеженої кількості годин на вивчення аналітичної хімії найбільш доцільно використовується кислотна основна класифікація катіонів на групи. Вона економить час аналізу, одночасно забезпечує достатню глибину і розуміння завдань якісного аналізу. Кількість лабораторних дослідів є досить великою, що дає змогу обрати той, який найбільш підходить для проведення.

При якісному визначенні аніонів користуються класифікацією, яка базується на різній розчинності відповідних солей барію або аргентуму.

Таблиця 3

Кислотно – основна класифікація катіонів на групи.

Номер групи	Катіони	Груповий реагент	Продукти реакції, їх властивості
I	$\text{Li}^+, \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$	Відсутній	Відсутні
II	$\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}$	HCl	Осади ($\text{AgCl}, \text{PbCl}_2, \text{Hg}_2\text{Cl}_2$) не розчиняються в розведених кислотах

III	$\text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, (\text{Pb}^{2+})$	H_2SO_4	Осади ($\text{CaSO}_4, \text{SrSO}_4, \text{BaSO}_4$) не розчиняються в кислотах, лугах, розчині NH_3
IV	$\text{Zn}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Sn}^{4+}, \text{As}^{3+}$	NaOH	В надлишку лугу осади гідроксидів розчиняються з утворенням іонів $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}, [\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}, [\text{Cr}(\text{OH})_6]^{3-}, \text{SnO}_2^{2-}, \text{SnO}_3^{2-}, \text{AsO}_3^{3-}, \text{AsO}_4^{3-}$
V	$\text{Mg}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Sb}^{3+}$	NaOH	Осади $\text{Mg}(\text{OH})_2, \text{Mn}(\text{OH})_2, \text{Fe}(\text{OH})_2, \text{Fe}(\text{OH})_3, \text{Bi}(\text{OH})_3, \text{Sb}(\text{OH})_3$ не розчиняються в надлишку лугу та NH_3
VI	$\text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Hg}^{2+}$	$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	В надлишку NH_3 осади гідроксидів розчиняються з утворенням іонів $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}, [\text{Co}(\text{NH}_3)_4]^{2+}, [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}, [\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}, [\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

Таблиця 4.

Класифікація аніонів на групи

Номер групи	Аніони	Груповий реагент	Продукти реакцій, їх властивості
I	$\text{SO}_4^{2-}, \text{SO}_3^{2-}, \text{S}_2\text{O}_3^{2-}, \text{CO}_3^{2-}, \text{C}_2\text{O}_4^{2-}, \text{PO}_4^{3-}, \text{B}_4\text{O}_7^{2-}, \text{AsO}_3^{3-}, \text{AsO}_4^{3-}, \text{SiO}_3^{2-}, \text{F}^-$	BaCl_2	Осади солей барію мають різну розчинність у кислотах: BaSO_4 нерозчинний у сильних (мінеральних) кислотах; $\text{BaSO}_3, \text{BaC}_2\text{O}_4, \text{BaF}_2$ нерозчинні в ацетатній кислоті; інші солі у кислотах розчинні
II	$\text{Cl}^-, \text{Br}^-, \text{I}^-, \text{CN}^-, \text{SCN}^-, \text{S}^{2-}$	AgNO_3 (у присутності HNO_3)	Солі аргентуму нерозчинні у воді та нітратній кислоті
III	$\text{NO}_3^-, \text{NO}_2^-, \text{CH}_3\text{COO}^-$	Відсутній	Відсутні

Таблиця 5.

Виявлення іонів методом розтирання порошку

Іон	Реактив	Продукт реакції	Колір
Fe^{3+}	NH_4CNS	$\text{Fe}(\text{CNS})_3$	Червоний
Cd^{2+}	Na_2S	CdS	Жовтий
Hg^{2+}	KI	HgI_2	Оранжевий
Ba^{2+}	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	BaCrO_4	Жовтий
Br^-	AgNO_3	AgBr	Жовтий

Г	Hg(NO ₃) ₂	HgI ₂	Оранжевий
---	-----------------------------------	------------------	-----------

Лабораторна робота 2. **ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ КАТІОНІВ**
Катіони першої аналітичної групи (NH₄⁺, Na⁺, K⁺, Li⁺).

Основною властивістю даних катіонів є те, що їх солі добре розчинні у воді і їх розчини є безбарвними. Груповий реактив відсутній.

1. Реакції катіонів.

1. Реакції іонів NH₄⁺

1.1. Натрій (калій) гідроксид –NaOH, (KOH).

До розчину солі амонію NH₄Cl додають розчин лугу. Відчувається характерний різкий запах аміаку. Аміак можна ідентифікувати за допомогою вологого універсального лакмусового папірця або смужкою фільтрувального паперу, яка змочена розчином меркурій (I) нітратом - Hg₂(NO₃)₂ і піднесена до отвору пробірки. Пробірку нагрівають. Спостерігають посиніння індикаторного папірця або почорніння фільтрувального паперу.

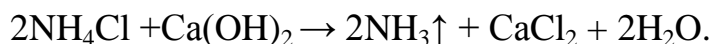


1. 2. Тетрайодмеркурат калію (реактив Неслера) - K₂[HgI₄] з KOH.

При взаємодії катіона NH₄⁺ і реактиву Неслера спостерігається утворення червоно – бурого осаду - [NH₂HgI₂]I. Реакція відбувається на фільтрувальному папері: NH₃↑+2K₂[HgI₄] +KOH →[NH₂HgI₂]I↓+5HI+ H₂O.

1.3. Кальцій гідроксид - гашене вапно – Ca(OH)₂.

При змішуванні кристалічних Ca(OH)₂ і NH₄Cl відчувається характерний різкий запах аміаку, який можна виявити за допомогою вологого лакмусового папірця, який піднесений до поверхні утвореної суміші.



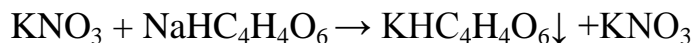
2. Реакції катіонів K⁺

2.1. Натрій гексанітрокобальтат –Na₃[Co(NO₂)₆].

При взаємодії розчинів солей K⁺ і Na₃[Co(NO₂)₆] на стінках пробірки спостерігається утворення жовтого осаду - K₂Na[Co(NO₂)₆]. Досліджують розчинність утвореного осаду в кислотах, лугах. Реакцію можна провести мікрокристалоскопічним способом. На предметне скло наносять краплю досліджуваного розчину і повністю випарюють. Поряд наносять краплю розчину Na₃[Co(NO₂)₆] і паличкою змішують реактив з сухим залишком. В присутності солей K⁺ утворюються характерні кристали у вигляді чорних кубиків: 2KCl + Na₃[Co(NO₂)₆] → K₂Na[Co(NO₂)₆] + 2NaCl

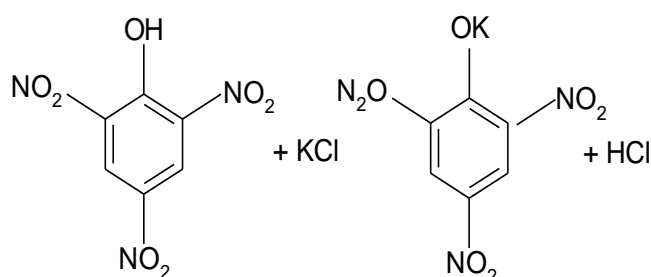
2. 2. Натрій гідрогентартрат –NaHC₄H₄O₆.

У пробірці змішують приблизно однакову кількість розчинів солей KCl і NaHC₄H₄O₆. Пробірку охолоджують, потираючи внутрішні стінки скляною паличкою і спостерігають утворення білого кристалічного осаду - KHC₄H₄O₆. Досліджують розчинність утвореного осаду в кислотах, лугах. Реакцію можна провести мікрокристалоскопічним способом.



2. 3. Тринітрофенол (пікринова кислота) –C₆H₂(NO₂)₃OH.

При взаємодії солей K⁺ з пікриною кислотою - C₆H₂(NO₂)₃OH спостерігають утворення голчастих кристалів жовтого кольору - C₆H₂(NO₂)₃OK.



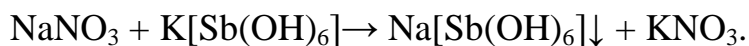
2.4. Забарвлення полум'я.

Леткі солі калію забарвлюють безбарвне полум'я в характерний фіолетовий колір(через синє скло).

3. Реакції катіонів Na⁺.

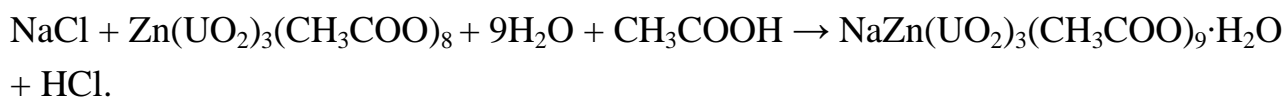
3.1. Калій гексагідроксистибіат (V) - K[Sb(OH)₆].

В пробірку поміщають 4-5 крапель розчину солі Na⁺ і 2-3 краплі розчину K[Sb(OH)₆]. Для прискорення реакції суміш охолоджують і протирають внутрішні стінки пробірки скляною паличкою. Випадає білий дрібнокристалічний осад - Na[Sb(OH)₆].



3. 2. Цинк уранілацетат –Zn(UO₂)₃(CH₃COO)₈.

Реакцію можна провести мікрокристалоскопічним способом. На предметне скло наносять 1 краплю досліджуваного розчину. Розчин випаровують. Поряд наносять краплю цинк уранілацетату в розведеній оцтовій кислоті і паличкою змішують реактив з сухим залишком. В присутності солей Na⁺ утворюються характерні кристали у вигляді жовтих тетраедрів і октаедрів натрій уранілацетату – NaZn(UO₂)₃(CH₃COO)₉· 9H₂O.



3.3. Забарвлення полум'я.

Леткі солі натрію забарвлюють безбарвне полум'я в характерний жовтий колір(через синє скло).

4. Реакції катіонів Li^+ .

4.1. Амоній фторид $-\text{NH}_4\text{F}$.

В пробірку вносять 2-3 краплі розчину солі Li^+ , краплю концентровано-ваного розчину аміаку і 3- 4 краплі розчину амоній фториду $-\text{NH}_4\text{F}$.

Утворюється білий осад LiF $\text{LiCl} + \text{NH}_4\text{F} \rightarrow \text{LiF}\downarrow + \text{NH}_4\text{Cl}$.

4.2.8 - Оксіхінолін.

Кілька кристалів солі LiCl розчиняють в 3-5 краплях 95% етанолу і додають суміш, яка складається з 2 ч. 0,03% розчину 8 – оксіхіноліну, 1ч. 0,12% розчину KOH і 14ч. 0,08% розчину CH_3COOH . Реакцію проводять на фільтрувальному папері. Спостерігають флуоресценцію розчину.

4.3. Забарвлення полум'я.

Леткі солі натрію забарвлюють безбарвне полум'я в характерний карміново - червоний колір (через синє скло).

Систематичний хід аналізу суміші катіонів першої аналітичної групи.

У першу чергу виявляють присутність катіонів NH_4^+ . Якщо в розчині виявлено катіони NH_4^+ , то перед тим, як виявляти Na^+ , K^+ , Li^+ їх потрібно видалити. Це можна здійснити двома способами:

1) частину досліджуваного розчину переносять у фарфоровий тигель, випарюють досуха і злегка прожарюють до повного видалення NH_4^+ (реакція з реактивом Неслера). Сухий залишок розчиняють у 10-15 краплях води і виявляють катіони Na^+ , K^+ , Li^+ ;

2) катіони NH_4^+ зв'язують з формальдегідом - НСОН в органічну сполуку гексаметилентетрамін (уротропін) – $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$.



До досліджуваного розчину додають однаковий об'єм 40% розчину формальдегіду і подвійний об'єм розчину калій карбонату до лужної реакції. У випадку випадання осаду, суміш нагрівають, осад відділяють центрифугуванням. Центрифугат підкислюють розчином CH_3COOH до зникнення червоного забарвлення і припинення виділення CO_2 , після чого виявляють катіони Na^+ , K^+ , Li^+ характерними реакціями.

Лабораторна робота 3. Катіони другої аналітичної групи.

1. Загальна характеристика

Катіони другої аналітичної групи (Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+}) утворюють хімічні елементи різних груп періодичної таблиці Д.І. Менделєєва, однак вони мають однакову будову зовнішнього енергетичного рівня, що зумовлює однакове відношення до всіх мінеральних кислот та розчинних солей і лугів.

Від усіх інших катіонів їх легко можна відділити дією хлоридної кислоти (груповий реагент). Хлориди катіонів другої групи характеризуються різною розчинністю у воді (11, 0,002; 0,0002г/л відповідно для PbCl_2 , AgCl , Hg_2Cl_2); при нагріванні до 100°C розчинність (PbCl_2) зростає в 3 рази, а розчинність інших солей залишається практично незмінною. Цю властивість можна використати для відділення катіонів Pb^{2+} .

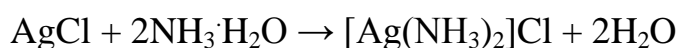
AgCl легко розчиняється навіть у розведеному розчині аміаку на відміну від Hg_2Cl_2 , який під дією $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ розкладається з утворенням малорозчинних меркурій амідхлорид (білого кольору) та металічної ртуті (чорного кольору). Це дозволяє відокремити та ідентифікувати їх.

Характерні реакції катіонів.

5. Реакції іонів Ag^+

5.1. Хлоридна кислота чи розчинні хлориди - (NaCl , KCl), HCl .

У 4 пробірки поміщають по 3-4 краплі розчину солі Ag^+ і стільки ж 3М розчину HCl . Визначають розчинність отриманого осаду AgCl у HCl , HNO_3 і концентрованому розчині $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$. Одну пробірку з осадом залишають, спостерігаючи розклад осаду під дією світла. AgCl у розведених кислотах не розчиняється, проте легко розчиняється в розчинах амоній карбонату, калій ціаніду, натрій тіосульфату з утворенням комплексних іонів. Якщо до утвореного аміачного розчину долити кислоти, то знову випадає осад AgCl .



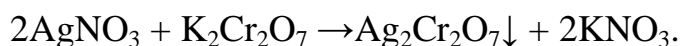
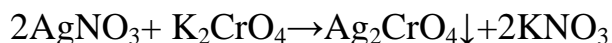
5.2. Калій йодид або калій бромід - KI або KBr .

У пробірку помішають 3-4 краплі розчину солі AgNO_3 і 2-3 краплі розчину KI або KBr . Спостерігають випадання жовтого осаду AgI або блідо-жовтого AgBr



5. 3. Калій хромат - K_2CrO_4 або калій дихромат - $K_2Cr_2O_7$.

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі $AgNO_3$ і 2-3 краплі розчину K_2CrO_4 або $K_2Cr_2O_7$. Спостерігають утворення відповідно цегляно-червоного осаду Ag_2CrO_4 або темно - червоного $Ag_2Cr_2O_7$.



5.4. Формальдегід (аміачний розчин) - $HCHO$.

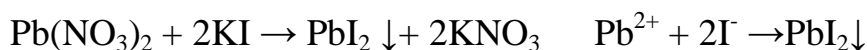
У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі $AgNO_3$ і додають водний розчин $NH_3 \cdot H_2O$ до розчинення утвореного осаду. До отриманої суміші додають 2-3 краплі розчину формальдегіду і підігрівують на водяній бані. Спостерігають утворення шару металічного срібла на стінках пробірки:

$$2[Ag(NH_3)_2]Cl + 2HCHO \rightarrow 2Ag \downarrow + NH_4Cl + 2HCOONH_4$$

6. Реакції іонів Pb^{2+}

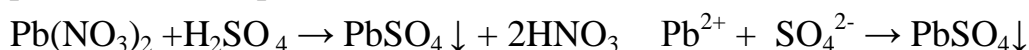
6.1. Калій йодид - KI .

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі Pb^{2+} додають стільки ж крапель 2М розчину KI . Спостерігають утворення жовтого осаду PbI_2 . Одержаний осад ділять на дві частини. До однієї частини доливають невелику кількість води, 2М розчину оцтової кислоти і нагрівають до повного розчинення осаду. Безбарвний гарячий розчин PbI_2 різко охолоджують в струмені води. При цьому виділяється осад PbI_2 у вигляді блискучих золотисто - жовтих кристалів. Ця реакція відома під назвою "золотої дощу". До другої частини осаду PbI_2 додають надлишок KI . Осад PbI_2 розчиняється, утворюючи розчинну комплексну сполуку.



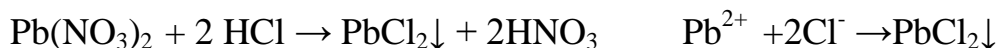
6. 2. Сульфатна кислота - H_2SO_4 та розчинні сульфати лужних металів.

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину Pb^{2+} і додають стільки ж крапель 2М розчину H_2SO_4 . Спостерігають утворення осаду $PbSO_4$, який не розчиняється в розведений HCl і H_2SO_4 .



6. 3. Хлоридна кислота – HCl та розчинні хлориди (NaCl, KCl).

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі Pb^{2+} , додають стільки ж крапель 2М розчину NaCl. Спостерігають утворення білого осаду $PbCl_2$, який погано розчиняється в холодній воді і добре – в гарячій.



6.4. Калій хромат – K_2CrO_4 .

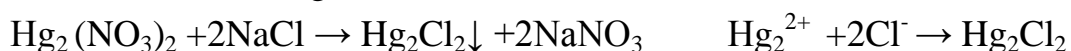
У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину Pb^{2+} і додають стільки ж крапель розчину K_2CrO_4 . Спостерігають утворення жовтого осаду $PbCrO_4$, який добре розчиняється в лугах (з утворенням плюмбітів), погано – в розведеній нітратній кислоті. Виявленню іонів Pb^{2+} заважають іони Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ag^+ , Hg^{2+} .



7. Реакції іонів Hg_2^{2+} .

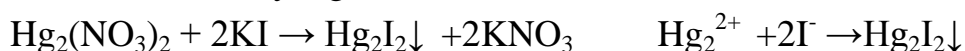
7.1. Хлоридна кислота або розчинні хлориди (NaCl, KCl).

У 4 пробірки поміщають по 3-4 краплі розчину солі $Hg_2(NO_3)_2$ стільки ж 2М розчину хлоридної кислоти. Визначають розчинність отриманого осаду Hg_2Cl_2 у HCl, HNO_3 і концентрованому розчині $NH_3 \cdot H_2O$. Одну пробірку з осадом залишають, спостерігаючи розклад осаду під дією світла. Осад Hg_2Cl_2 у розведених кислотах не розчиняється, зате специфічно розчиняється в розчинах з утворенням осаду димеркурій амідхлориду $[Hg_2NH_2]Cl$, який розкладається на малорозчинний меркурій амідхлорид білого кольору $[Hg_2NH_2]Cl$ і чисту металічну ртуть чорного кольору. Цю властивість використовують для дробного виявлення іонів $[Hg_2]^{2+}$



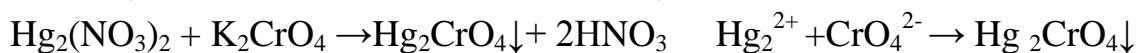
7. 2. Калій йодид – KI.

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі $[Hg_2]^{2+}$, додають одну краплю розчину KI. Спостерігають утворення зеленого осаду Hg_2I_2 , який розчиняється в надлишку KI з утворенням комплексної сполуки $K_2[HgI_4]$ та виділенням осаду Hg.



7. 3. Калій хромат - K_2CrO_4 .

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі Hg_2^{2+} , додають одну краплю розчину K_2CrO_4 . Спостерігають утворення осаду Hg_2CrO_4 . Виявленню іонів Hg_2^{2+} заважають іони Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ag^+ .



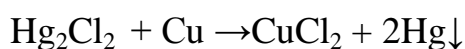
7.4. Станум (II) хлорид - $SnCl_2$.

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі Hg_2^{2+} , додають краплю розчину $SnCl_2$. Спостерігають утворення осаду Hg_2Cl_2 , який швидко змінює своє забарвлення внаслідок утворення вільної ртуті. Реакції заважають іони Hg^{2+} :



7. 5. Металічна мідь.

На мідну пластинку наносять 1-2 краплі розчину солі Hg_2^{2+} і одну краплю розчину нітратної кислоти. Через 2-3 хвилини пластинку протирають фільтрувальним папером і фіксують колір плями на мідній пластинці. (Дослід виконують тільки у витяжній шафі).



Систематичний хід аналізу суміші катіонів другої аналітичної групи.

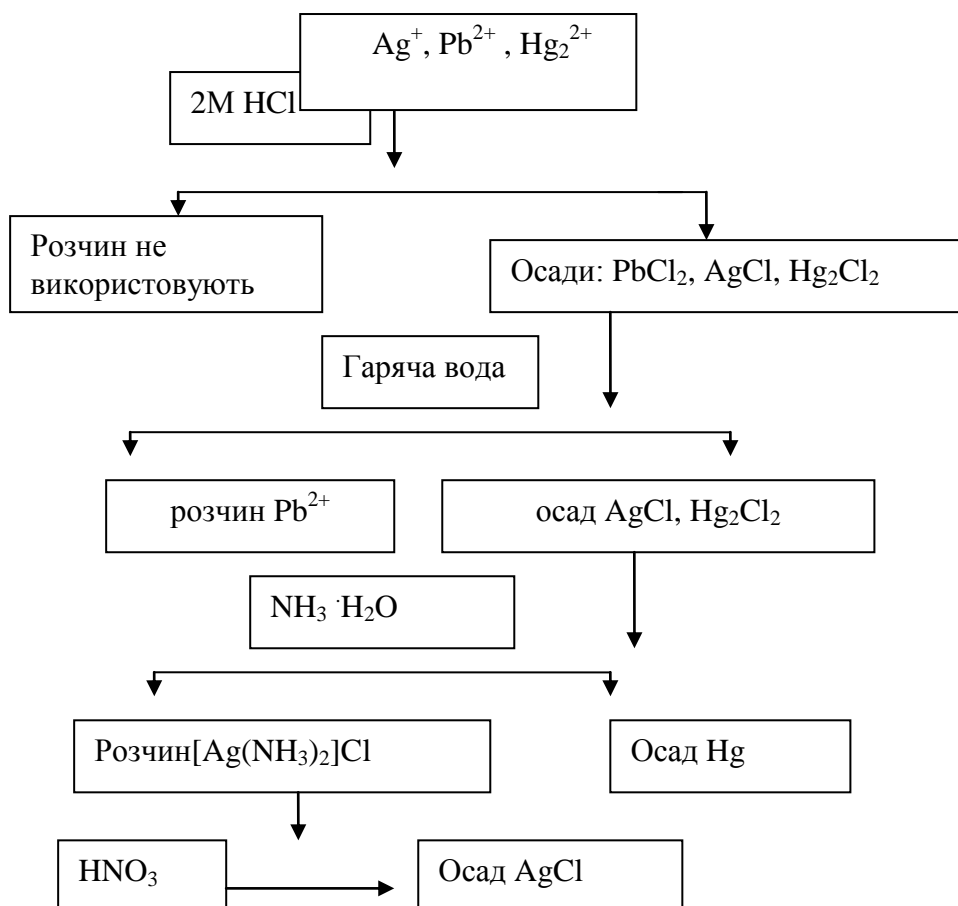
Для аналізу катіонів другої групи потрібно поступово виділити кожен з катіонів суміші, бо жодним реактивом не можна виявити той чи інший катіон у присутності інших катіонів.

1. У пробірку наливають невелику кількість досліджуваного розчину, додають 2м розчин хлоридної кислоти до повного осадження хлоридів. Утворений осад відділяють центрифугуванням і промивають холодною водою. Центрифугат і промивні води не використовують.
2. Промитий осад обробляють гарячою водою: плюмбум хлорид переходить у розчин, а аргентум хлорид і меркурій (I) хлорид залишаються в осаді, який відцентрифугують.
3. Залишок розчину після центрифугування й відділення від твердої фази може містити Pb^{2+} , присутність яких можна виявити відповідними характерними реакціями.
4. В осаді виявляють катіони Ag^+ , Hg_2^{2+} . Для цього до осаду вливають краплями водний розчин $NH_3 \cdot H_2O$. Якщо присутні катіони Hg_2^{2+} , осад почорніє. Аргентум хлорид під дією $NH_3 \cdot H_2O$ переходить в розчин у вигляді комплексного аміаку

$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$, а сіль $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ і вільна ртуть залишаються в осаді. Осад відокремлюють.

5. Центрифугат розділяють на дві пробірки: до однієї додають калій йодид, а до другої- нітратну кислоту. При наявності Ag^+ у першій пробірці випадає блідо-жовтий осад аргентум йодиду AgI , у другій - білий осад аргентум хлориду AgCl .

Схема аналізу суміші катіонів другої аналітичної групи.



Лабораторна робота 4. Катіони третьої аналітичної групи.

Груповим реактивом на катіони третьої аналітичної групи є розведена сульфатна кислота, яка утворює з ними осад білого кольору. Найбільш розчинним є CaSO_4 , найменш – BaSO_4 . Груповим реактивом можна вважати також і амоній карбонат або натрій карбонати, які осаджують дані катіони з нейтральних розчинів у вигляді білих осадів. Усі солі катіонів даної аналітичної групи білого кольору (розчини безбарвні), за винятком солей, які утворені кольоровими аніонами (хромати).

Найважливіші реакції виявлення

8. Реакції іонів Ca^{2+}

8.1. Сульфатна кислота або розчинні сульфати.

При взаємодії солей Ca^{2+} з натрій сульфатом утворюється білий осад CaSO_4 , який розчиняється в надлишку $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Дану реакцію можна провести мікрокристалоскопічним способом, спостерігаючи під мікроскопом утворення кристалів гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, які мають форму голочок: $\text{CaCl}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CaSO}_4 \downarrow + 2\text{NaCl}$

8.2. Амоній оксалат - $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

При взаємодії солей Ca^{2+} з амоній оксалатом утворюється білий кристалічний осад CaC_2O_4 : $\text{CaCl}_2 + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4 \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl}$

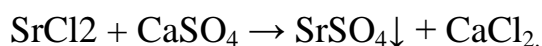
8.3. Забарвлення полум'я.

Кілька кристалів солі Ca^{2+} вносять за допомогою дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки. Полум'я забарвлюється у червоно-цегляний колір.

9. Реакції іонів Sr^{2+}

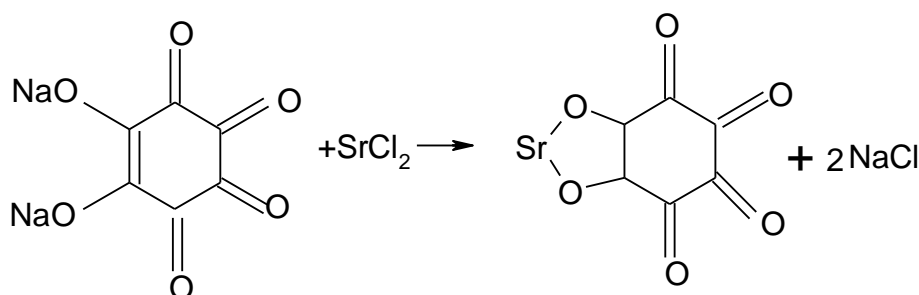
9.1. Кальцій сульфат – CaSO_4 .

При взаємодії солей стронцію Sr^{2+} з насиченим розчином CaSO_4 спостерігаємо утворення білого кристалічного осаду SrSO_4 , який розчиняється в надлишку $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.



9.2. Натрій родизонат – $\text{C}_6\text{O}_6\text{Na}_2$.

Реакцію проводять на фільтрувальному папері. На фільтрувальний папір наносять 1 краплю солей стронцію і стільки ж натрій родизонату. З'являється червоно – буре забарвлення стронцій родизонату, яке зникає при додаванні 1 краплі 2М розчину HCl .



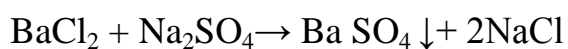
9.3. Забарвлення полум'я.

Кілька кристалів солі Sr^{2+} вносять за допомогою дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки. Полум'я забарвлюється у карміново – червоний колір.

10. Реакції іонів Ba^{2+} .

10.1. Сульфатна кислота або розчинні сульфати.

До 4-5 крапель розчину солі Ba^{2+} , додають 1 краплю розчину KMnO_4 , 4-5 крапель розчину Na_2SO_4 і прибавляють H_2O_2 і HCl до знебарвлення розчину над осадом. Фіксують зміну кольору та характер осаду.



10.2. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ - калій дихромат.

До розчину солі Ba^{2+} додають кілька крапель розчину CH_3COONa і 3-4 краплі $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Спостерігають утворення жовтого осаду BaCrO_4 , який не розчиняється в ацетатній кислоті: $\text{BaCl}_2 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{BaCrO}_4 \downarrow + 2\text{KCl} + 2\text{HCl}$

10.3. K_2CrO_4 - калій хромат.

До 4-5 крапель розчину солі барію Ba^{2+} додають 3-4 краплі розчину CH_3COONa і 3-4 краплі розчину K_2CrO_4 . Спостерігають утворення осаду барій хромату BaCrO_4 жовтого кольору: $\text{BaCl}_2 + \text{K}_2\text{CrO}_4 \rightarrow \text{BaCrO}_4 \downarrow + 2\text{KCl}$

10.4. $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ – калій карбонат.

До 4-5 крапель розчину солі барію Ba^{2+} додають 3-4 краплі розчину $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. З нейтральних або лужних солей барію випадає білий аморфний осад барій карбонат, який розчиняється в мінеральних крім (H_2SO_4) і оцтовій кислотах: $\text{BaCl}_2 + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{BaCO}_3 \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl}$

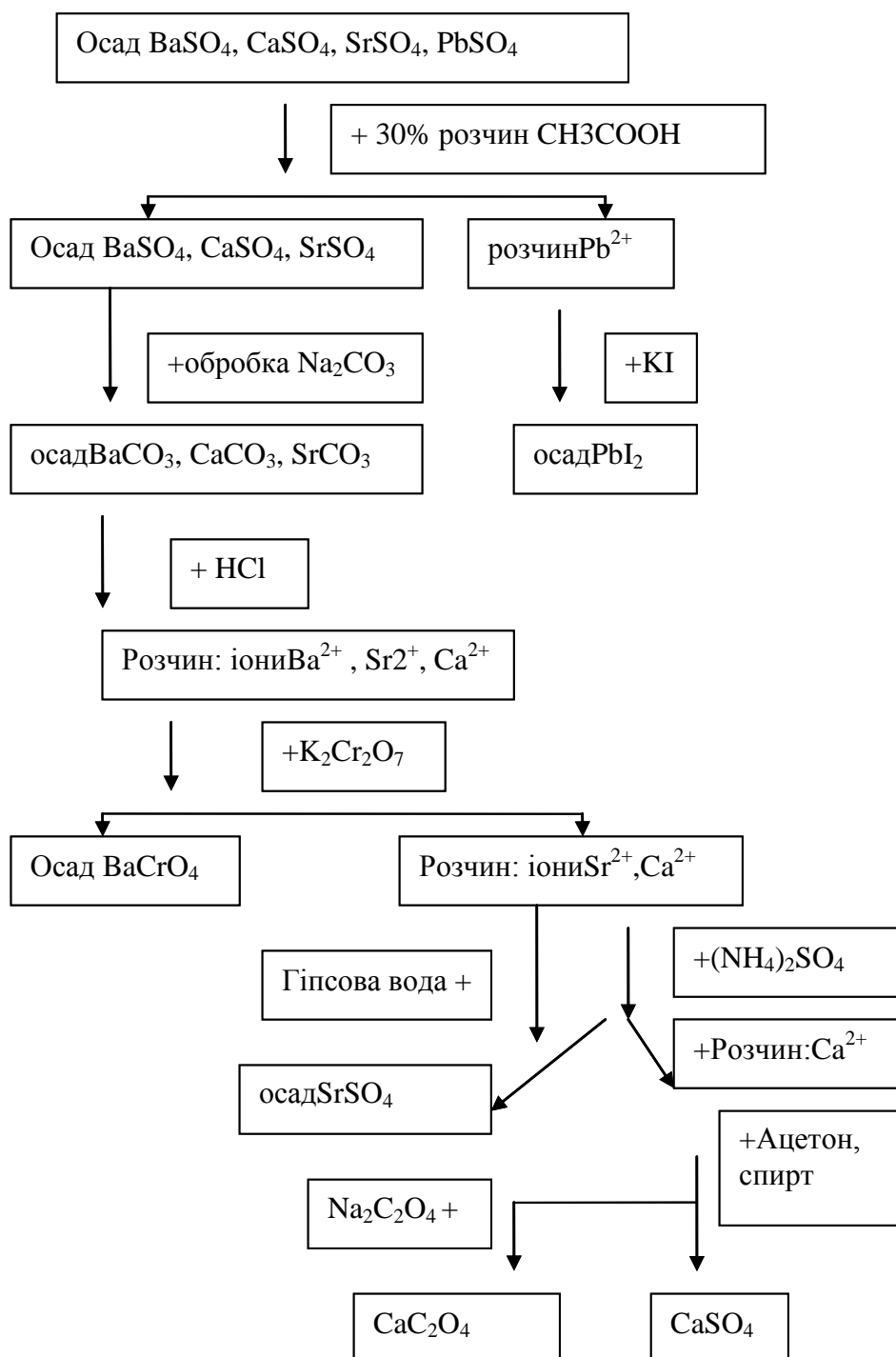
10.5. $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ – амоній оксалат.

До 4-5 крапель розчину солі барію Ba^{2+} додають 3-4 краплі розчину $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Спостерігають випадання білого аморфного осаду барій оксалату, який добре розчиняється в хлоридній, нітратній кислотах, а при кип'ятінні і в оцтовій кислоті: $\text{BaCl}_2 + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{BaC}_2\text{O}_4 \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl}$

10.6. Забарвлення полум'я.

Кілька кристалів солі Ba^{2+} вносять за допомогою дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки. Леткі солі барію забарвлюють безбарвне полум'я у жовто – зелений колір.

Схема аналізу катіонів третьої аналітичної групи



Систематичний хід аналізу суміші катіонів третьої аналітичної групи.

1. У досліджуваному розчині катіони Ba^{2+} відокремлюються від катіонів

$\text{Sr}^{2+}, \text{Ca}^{2+}$, додаючи ацетатну кислоту і розчин калій хромату. При цьому катіони Ba^{2+} переходять в осад BaSO_4 , а катіони $\text{Sr}^{2+}, \text{Ca}^{2+}$ залишаються в розчині. Осад фільтрують і перевіряють повноту осадження катіонів Ba^{2+} . Фільтрат ділять на дві частини.

2. До однієї частини фільтрату додають гіпсову воду (насичений водний розчин гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) і нагрівають суміш на водяній бані 7-10 хвилин; якщо випадає осад, це означає, що в розчині присутні катіони Sr^{2+} .

3. До іншої частини фільтрату додають розчин натрій карбонату і відокремлюють осад CaCO_3 і SrCO_3 , які промивають дистильованою водою і розчиняють в оцтовій кислоті. До розчину додають $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, катіони Sr^{2+} переходять в осад у вигляді SrSO_4 , а катіони Ca^{2+} залишаються в розчині. Фільтрат ділять на дві частини: до однієї додають $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Поява осаду свідчить про наявність у розчині іонів Ca^{2+} .

Систематичний хід аналізу суміші катіонів I-III аналітичної групи.

1. У першу чергу виявляють присутність іонів NH_4^+ . Якщо в досліджуваному розчині виявлено іони NH_4^+ , то перед тим, як виявляти катіони $\text{K}^+, \text{Na}^+, \text{Li}^+$ необхідно видалити іони NH_4^+ .

2. Відкриття та відокремлення катіонів другої групи.

3. У пробірку наливають досліджуваний розчин, додають 2М розчин HCl до повного осадження хлоридів. Утворення осаду свідчить про наявність катіонів другої групи. Одержаний осад 1 відділяють центрифугуванням і фільтрують. Фільтрат 1, що містить катіони першої та другої аналітичних груп, залишають для подальшого дослідження. Осад хлоридів 1 на фільтрі промивають холодною водою, підкисленою хлоридною кислотою. Подальший аналіз осаду 1 проводять згідно систематичного аналізу суміші катіонів другої групи.

4. Виявлення і відокремлення катіонів третьої аналітичної групи.

5. Фільтрат 1 крім катіонів першої та третьої груп може містити Pb^{2+} (PbCl_2 має велику розчинність). Присутність Pb^{2+} ускладнює відкриття катіонів третьої групи, тому його видаляють. Присутність катіонів Pb^{2+} виявляють реакцією з калій йодидом. Утворення жовтого осаду PbI_2 свідчить про наявність згаданих катіонів.

В окремій порції фільтрату 1 виявляють присутність сульфатів. Додаванням насиченого розчину амоній сульфату. При наявності осаду його відокремлюють фільтруванням. Фільтрат 2 містить катіони першої групи та Ca^{2+} . Осад 2 промивають 2-3 рази холодною водою і переносять у фарфорову чашку для

переведення сульфатів у карбонати. Додають Na_2CO_3 і кип'ячать 5-6 хвилин. Відокремлюють утворені карбонати фільтруванням, промивають дистильованою водою і розчиняють в ацетатній кислоті. До розчину додають калій йодид до повного осадження Pb^{2+} . Осад PbI_2 відокремлюють фільтруванням та ідентифікують, в фільтраті виявляють катіони Sr^{2+} та Ba^{2+} .

6. Аналіз фільтрату 2, який містить катіони першої та Ca^{2+} .

7. В окремій порції фільтрату виявляють Ca^{2+} амоній оксалатом. Для виявлення іонів Na^+ , K^+ до порції фільтрату доливають розчин калій або натрій карбонату до повного осадження іонів Ca^{2+} . Утворений осад кальцій карбонату відфільтровують і в фільтраті виявляють Na^+ або K^+ .

Лабораторна робота 5. Катіони четвертої аналітичної групи

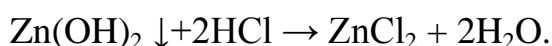
До катіонів четвертої аналітичної групи, відносять катіони амфотерних металів. Для виявлення, розділення катіонів цієї групи використовують реакції утворення та розчинення осадів, одержання комплексних сполук, окиснення та відновлення. Груповим реактивом на катіони четвертої аналітичної групи є розчини лугів. Продуктами таких реакцій є комплексні аніони складу : $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$, $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$, $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$, $[\text{Cr}(\text{OH})_6]^{3-}$.

Найважливіші реакції виявлення.

11. Реакції катіонів Zn^{2+} .

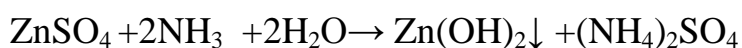
11.1. Розчини лугів (NaOH або KOH).

При взаємодії солей Zn^{2+} з розчинами NaOH або KOH, спостерігається утворення білого аморфного осаду - $\text{Zn}(\text{OH})_2$, який розчиняється в кислотах та лугах: $\text{ZnSO}_4 + 2\text{KOH} \rightarrow \text{Zn}(\text{OH})_2 \downarrow + \text{K}_2\text{SO}_4$



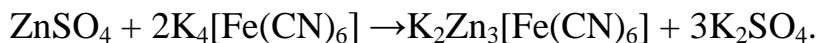
11.2. Водний розчин аміаку $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

При взаємодії солей Zn^{2+} з розчином NH_4OH спостерігається утворення білого аморфного осаду - $\text{Zn}(\text{OH})_2$, який розчиняється в надлишку аміаку з утворення комплексної сполуки $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$.



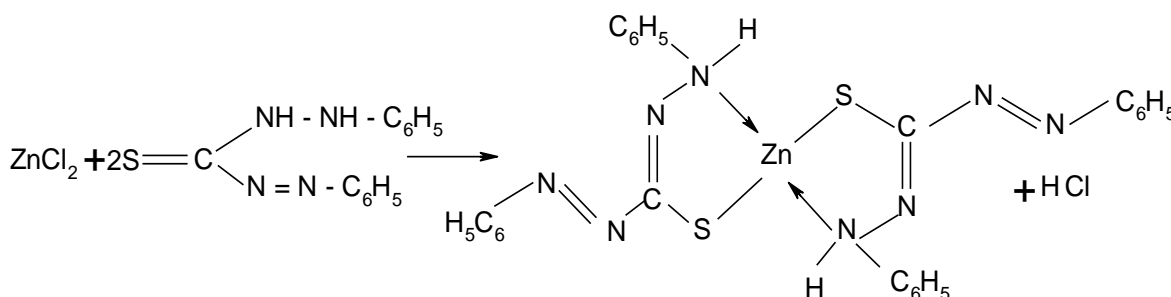
11.3. Червона кров'яна сіль - гексаціаноферрат(II)калію - $K_4[Fe(CN)_6]$.

При взаємодії солей Zn^{2+} з розчином червоної кров'яної солі - $K_4[Fe(CN)_6]$ утворюється білий осад $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]$, який не розчиняється в кислотах, а розчиняється в лугах з утворенням цинкату.



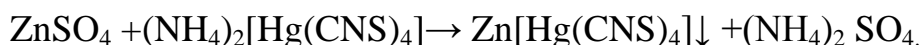
11.4. Дитизон (дифенілкарбазол).

В пробірку до розчину солі цинку додають суміш рівних об'ємів розчину ацетатної кислоти, натрій ацетату і 2-3 мл розчиненого в $CHCl_3$ дитизону. Утворюється комплексна сполука червоного кольору, яка добре розчиняється в органічних розчинниках.



11.5. Тетрароданомеркурат(II)амонію – $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$.

При взаємодії розчину солі Zn^{2+} з $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$ спостерігають утворення білого осаду $Zn[Hg(CNS)_4] \downarrow$. Реакції заважають катіони Co^{2+} і Cu^{2+} . У присутності солей Cu^{2+} при $pH > 7$ випадає осад оливково-зеленого кольору, а в присутності Co^{2+} - темно-синій.



12. Реакції катіонів A^{3+} .

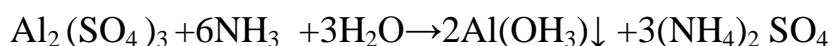
12.1. Натрій (калій) гідроксид – $NaOH$ (КОН).

При взаємодії солей алюмінію з розчинами лугів випадає білий осад $Al(OH)_3$, який розчиняється як у кислотах, так і у лугах (амфотерні властивості)



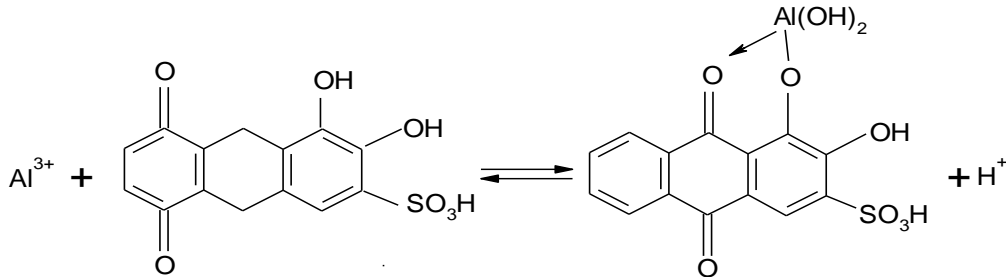
12.2. Водний розчин аміаку $NH_3 \cdot H_2O$.

При взаємодії солей Al^{3+} з розчином NH_4OH спостерігається утворення білого аморфного осаду - $Al(OH)_3$,



12.3. Алізариновий червоний S.

До розчину солі алюмінію додають розчин лугу до $\text{pH} > 10$. Якщо випадає осад, його відокремлюють і до прозорого розчину додають 1-2 краплі розчину алізарину. Спочатку з'являється фіолетове забарвлення, яке усувають ацетатною кислотою. При присутності солі алюмінію розчин забарвлюється в червоний колір.



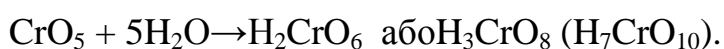
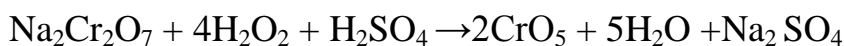
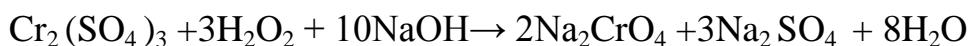
12.4. Алюмініон.

У пробірку наливають розчини солі Al^{3+} , додають ацетатну кислоту і алюмініон. Суміш нагрівають на водяній бані, додають розчин $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ до $\text{pH} > 7$ і 2-3 краплі амоній карбонату. Залежно від концентрації солі алюмінію розчин набуває червоного забарвлення або випадає червоний осад.

13. Реакції катіонів Cr^{3+} .

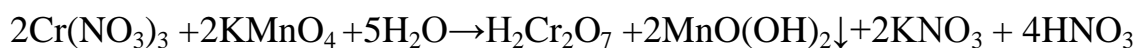
13.1. Окиснення пероксидом водню - H_2O_2 .

У пробірку наливають розчин солі хрому, додають розчин NaOH до повного розчинення осаду $\text{Cr}(\text{OH})_3$ і кілька крапель 3% розчину H_2O_2 . Отриману суміш нагрівають, утворюється сполука Na_2CrO_4 жовтого кольору. Вміст пробірки охолоджують, додають розведену сульфатну кислоту до зміни забарвлення на оранжеве. У другій пробірці готують суміш з приблизно однакових розчинів H_2SO_4 , органічного розчинника (амілового спирту) і кілька крапель 3% розчину H_2O_2 . До добутої суміші додають вміст першої пробірки, енергійно струшують і спостерігають синє забарвлення органічного шару, яке притаманне надхромовим кислотам (H_2CrO_6 або H_3CrO_8 або $\text{H}_7\text{CrO}_{10}$).



13. 2. Калій перманганат – KMnO_4 .

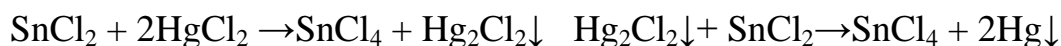
При взаємодії при нагріванні солей Cr^{3+} з KMnO_4 в присутності сульфатної кислоти відбувається зміна забарвлення.



14. Реакції катіонів Sn^{2+}

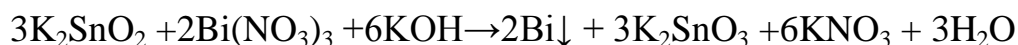
14.1. Меркурій (II) хлорид - HgCl_2 .

При взаємодії солей Sn^{2+} і HgCl_2 випадає чорний осад Hg .



14.2. Вісмут (III) нітрат – $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$

При взаємодії розчинів солей Sn^{2+} і $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ в присутності надлишку KOH випадає чорний осад Bi .



15. Реакції катіонів As^{3+} .

15.1. Аргентум нітрат - AgNO_3 .

До розчину солі Na_3AsO_3 додають розчин AgNO_3 . Спостерігається випадання осаду - Ag_3AsO_3 : $\text{Na}_3\text{AsO}_3 + 3\text{AgNO}_3 \rightarrow \text{Ag}_3\text{AsO}_3\downarrow + 3\text{NaNO}_3$

Систематичний хід аналізу суміші катіонів четвертої аналітичної груп

Хід аналізу катіонів четвертої аналітичної групи складається з трьох стадій.

- 1). Виявлення та відокремлення катіонів Al^{3+} , $\text{Sn}(\text{IV})$;
- 2). Виявлення та відокремлення катіонів цинку;
- 3). Виявлення та відокремлення катіонів Cr^{3+} , As^{3+}

До досліджуваного розчину (1мл) додають стільки ж водного розчину $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ і H_2O_2 . Суміш нагрівають на водяній бані. Утворений осад Al^{3+} і $\text{Sn}(\text{IV})$ відокремлюють центрифугуванням. Осад розчиняють у хлоридній кислоті, розділяють на дві частини і якісними реакціями виявляють катіони алюмінію і стануму.

Центрифугат, який може містити іони CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} нейтралізують ацетатною кислотою, нагрівають на водяній бані і додають розчин Na_2CO_3 для осадження катіонів. Осад основної солі - $\text{Zn}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ відокремлюють і розчиняють у невеликій кількості ацетатної кислоти. Виявляють Zn^{2+} у добутому розчині за допомогою дитизону або $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$.

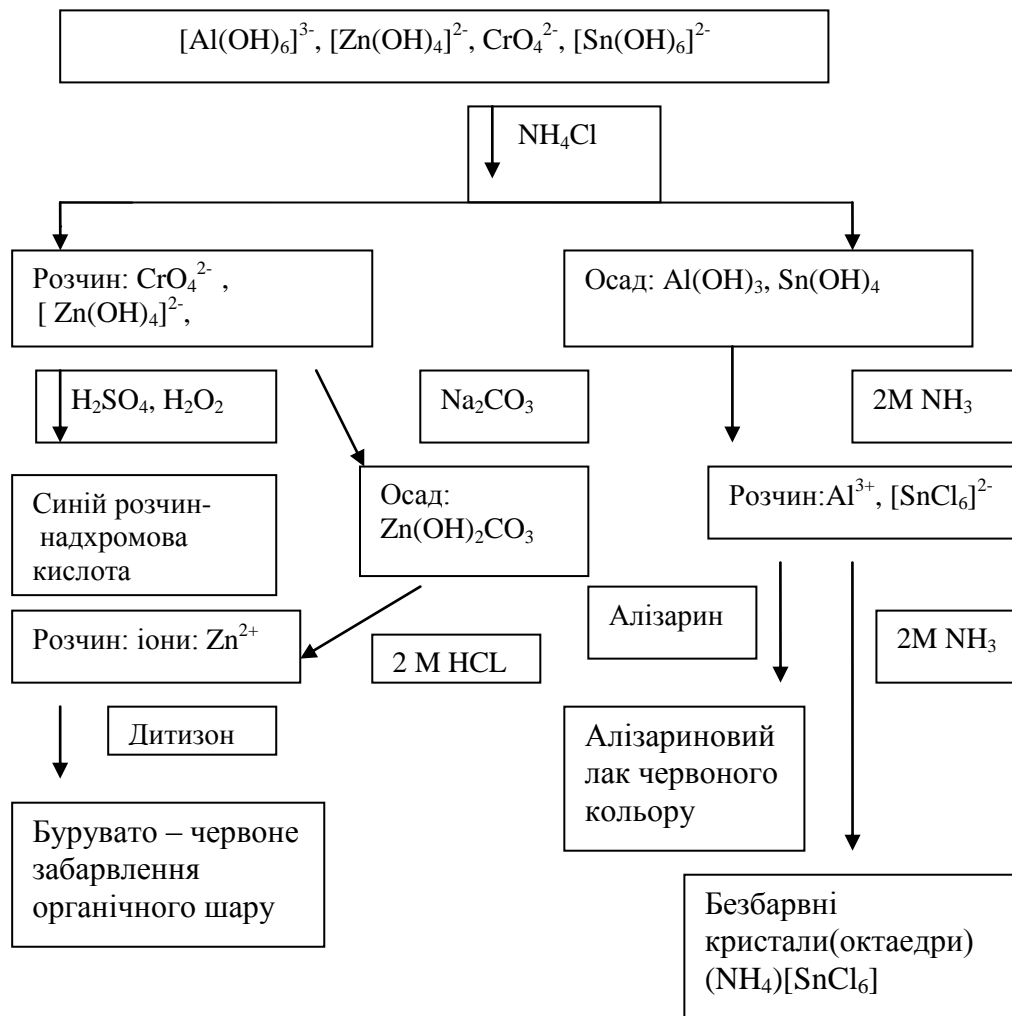
Фільтрат після відокремлення основної солі $Zn_2(OH)_2CO_3$ може містити хромат- і арсенат-аніони. Хромат-аніони виявляють реакцією утворення надхромової кислоти $H_2Cr_2O_6$, арсенат-аніон-відновленням до AsH_3 .

Дробний метод аналізу суміші катіонів четвертої аналітичної групи.

До досліджуваного розчину додають розчин лугу до $pH > 7$, 0,5мл H_2O_2 і злегка нагрівають до повного розкладання H_2O_2 . При цьому катіон Cr^{3+} окислюється до CrO_4^{2-} , а аніон AsO_3^{3-} – до AsO_4^{3-} . Утворений розчин поділяють на чотири частини:

- 1). Виявляють іон CrO_4^{2-} реакцією окислення до CrO_5 .
- 2). Виявляють алюміній алізарином.
- 3). Виявляють цинк дитизоном або $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$.
- 4). Виявляють Sn^{2+} додаючи до лужного розчину розчин хлоридної кислоти до $pH < 7$ та ошурки алюмінію. При цьому катіон Sn^{4+} перейде в Sn^{2+} , який легко виявити при pH дією солей Bi^{3+} .

Схема ходу аналізу суміші катіонів четвертої аналітичної групи



Лабораторна робота 6. Катіони п'ятої аналітичної групи.

До катіонів п'ятої аналітичної групи належать типові метали (Mg, Mn, Fe), амфотерні метали (Sb) та елементи з переважаючими металічними властивостями (Bi). Для них властиві: змінна валентність, ступінь окислення, заряд іонів крім Mg^{2+} ; реакції окиснення – відновлення; забарвлення сполук; здатність утворювати координаційні сполуки.

Катіони п'ятої аналітичної групи взаємодіють з лугами з утворенням гідроксидів, які є нерозчинні у воді і малорозчинні в надлишку розчинів лугів, а розчинні в мінеральних кислотах (крім свіжоосадженого $Sb(OH)_2$, який розчинний в надлишку лугу).

16. Реакції катіону Fe^{2+}

16.1. Взаємодія з розчинами лугів.

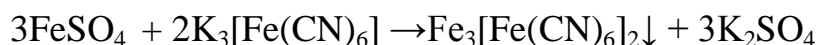
При взаємодії солі FeSO_4 з розчином лугу випадає світло-зелений осад $\text{Fe}(\text{OH})_2$, який на повітрі окиснюється у $\text{Fe}(\text{OH})_3$, набуваючи бурого забарвлення:
 $\text{FeSO}_4 + 2\text{KOH} \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_2\downarrow + \text{K}_2\text{SO}_4$
 $4\text{Fe}(\text{OH})_2\downarrow + 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 \rightarrow 4\text{Fe}(\text{OH})_3\downarrow$

16.2. о - Фенантролін.

Реакція відбувається на папері. На смужку фільтрувального паперу поміщають краплю досліджуваного розчину і краплю розчину фенатроліну в присутності хлоридної кислоти. Утворюється червона пляма.

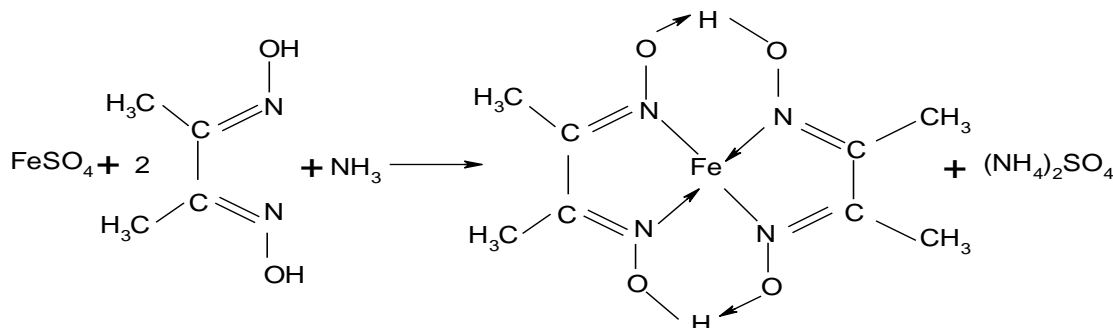
16.3. Жовта кров'яна сіль – гексаціаноферрат(III) калію – $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

При взаємодії солі Fe^{2+} з розчином $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ випадає темно – синій осад $\text{Fe}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2\downarrow$ „турнбулева синь”.



16.4. Диметилглюксим (реактив Чугуєва).

Реакція відбувається на папері. На смужку фільтрувального паперу поміщають краплю досліджуваного розчину і краплю розчину диметилглюксиму в присутності розчину амоній гідроксиду. Утворюється цегляно - червона пляма.



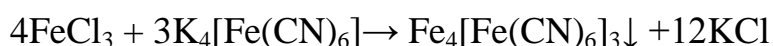
17. Реакції катіонів Fe^{3+}

17.1. Взаємодія з розчинами лугів.

При взаємодії солі FeCl_3 з розчином лугу випадає бурий осад $\text{Fe}(\text{OH})_3$.
 $\text{FeCl}_3 + 3\text{KOH} \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3\downarrow + 3\text{KCl}$

17.2. Червона кров'яна сіль – гексаціаноферрат(II) калію – $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

При взаємодії солі Fe^{3+} з розчином $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ випадає темно – синій осад $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3\downarrow$ „берлінська блакить”.



17.3. Роданистий калій (амоній) –KCNS, (NH₄CNS).

Реакція відбувається на папері. На смужку фільтрувального паперу поміщають краплю досліджуваного розчину і краплю розчину в присутності розчину хлоридної кислоти. Утворюється криваво - червона пляма: $\text{FeCl}_3 + 3\text{KCNS} \rightarrow \text{Fe}(\text{CNS})_3 + 3\text{KCl}$

18. Реакції іонів Mn²⁺.

18.1. Окиснення H₂O₂.

В пробірці нагрівають розчин солі Mn²⁺ з HNO₃ і досипають NaBiO₃. Спостерігають появу рожевого відтінку характерного для іонів MnO₄²⁻.



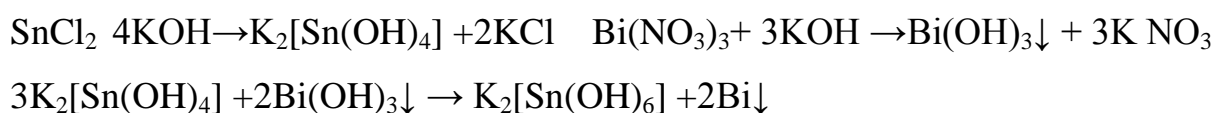
19. Реакції іонів Bi³⁺.

19.1. Гідроліз солей вісмуту (III).

До солей Bi³⁺ доливають дистильовану воду. Утворюється білий осад.
 $\text{BiCl}_3 + 3\text{KOH} \rightarrow \text{Bi}(\text{OH})_3\downarrow + 3\text{KCl}$

19.2. Відновлення станум(II) хлоридом.

До розчину SnCl₂ доливають в надлишку калій гідроксид. До утвореної комплексної сполуки додають невелику кількість солей Bi³⁺. В результаті реакції виділяється чорний осад металічного вісмуту.



19.3. Калій йодид - KI.

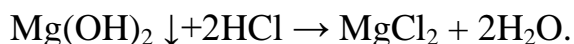
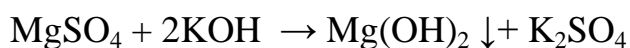
Реакцію проводять на фільтрувальному папері. На смужку фільтрувального паперу поміщають краплю солі BiCl₃ і додають краплю розчину KI і спостерігають утворення чорної зони, що відповідає BiI₃, а також жовтого кільця (комплекс K[BiI₄]).



20. Реакції іонів Mg²⁺.

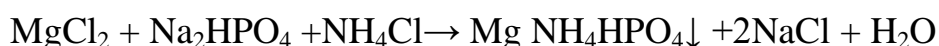
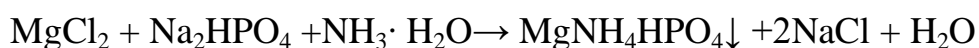
20.1. Розчини лугів (NaOH або KOH).

При взаємодії солей Mg^{2+} з розчинами NaOH або KOH, спостерігається утворення білого аморфного осаду - $Mg(OH)_2$, який розчиняється в кислотах:



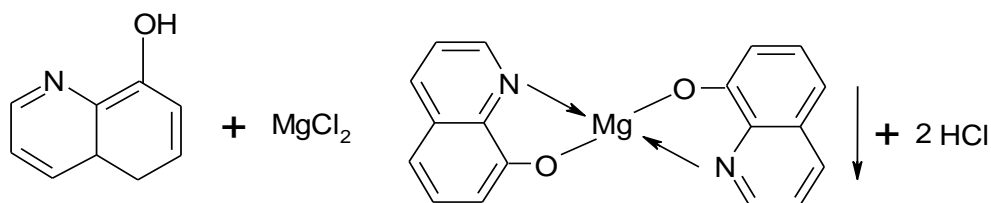
20.2. Натрій гідрогенфосфат – Na_2HPO_4 .

При взаємодії солей Mg^{2+} з розчином Na_2HPO_4 в присутності буферної суміші-амоній гідроксиду з амоній хлоридом ($NH_4OH + NH_4Cl$) випадає білий кристалічний осад –магнійамоній фосфат - $MgNH_4PO_4$.



20.3. Оксихінолін – C_9H_5NOH

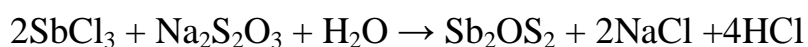
До розчину солі магнію додають розчин 8-оксихінолін в присутності буферної суміші. Спостерігається утворення жовто- зеленого осаду комплексної сполуки оксихінолінату магнію, який розчинний в кислотах.



21. Реакції іонів Sb(III), Sb(IV).

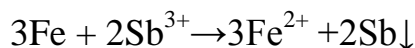
21.1. Натрій тіосульфат – $Na_2S_2O_3$.

При взаємодії розчинів солей стибію(III) і натрій тіосульфату випадає оранжево-червоний осад - Sb_2OS_2 .



21. 2. Ошурки металів : заліза, алюмінію, магнію, цинку.

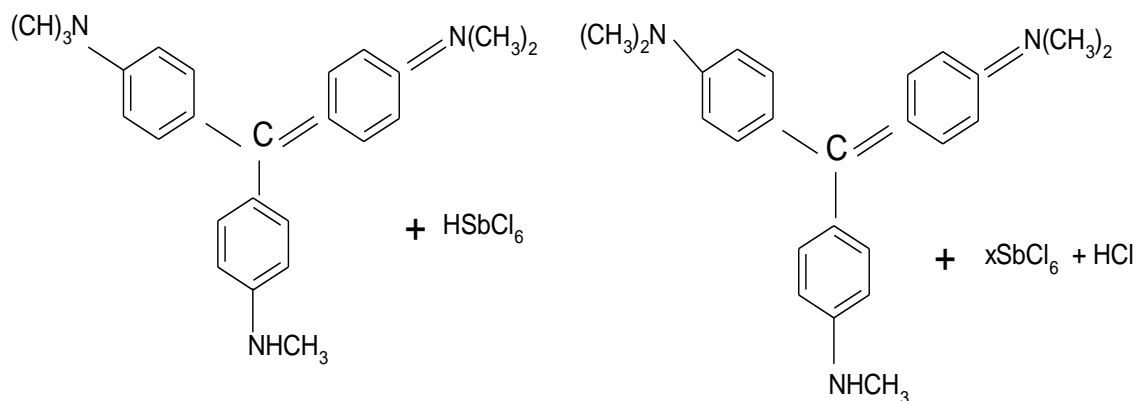
До солей стибію(III) або стибію(IV) додають ошурки відповідного металу в присутності концентрованої хлоридної кислоти і нагрівають. Спостерігається виділення металічної сурми.



21.3. Метилловий фіолетовий.

В пробірці змішують : розчин солі стибію(III), концентровану HCl, H_2O_2 і нагрівають. Краплю утвореного розчину наносять фільтрувальний папір і

додають краплю метилового фіолетового і спостерігають утворення плями фіолетово- синього кольору.



21.4. Гідроліз хлоридів Sb(III), Sb(IV).

До розчину Sb(III) або Sb(IV) додають дистильовану воду і нагрівають. В результаті гідролізу утворюються білі осаді хлороксиду сурми - SbOCl, SbO₂Cl.

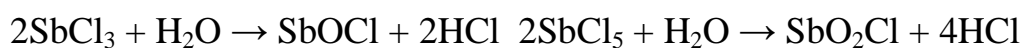
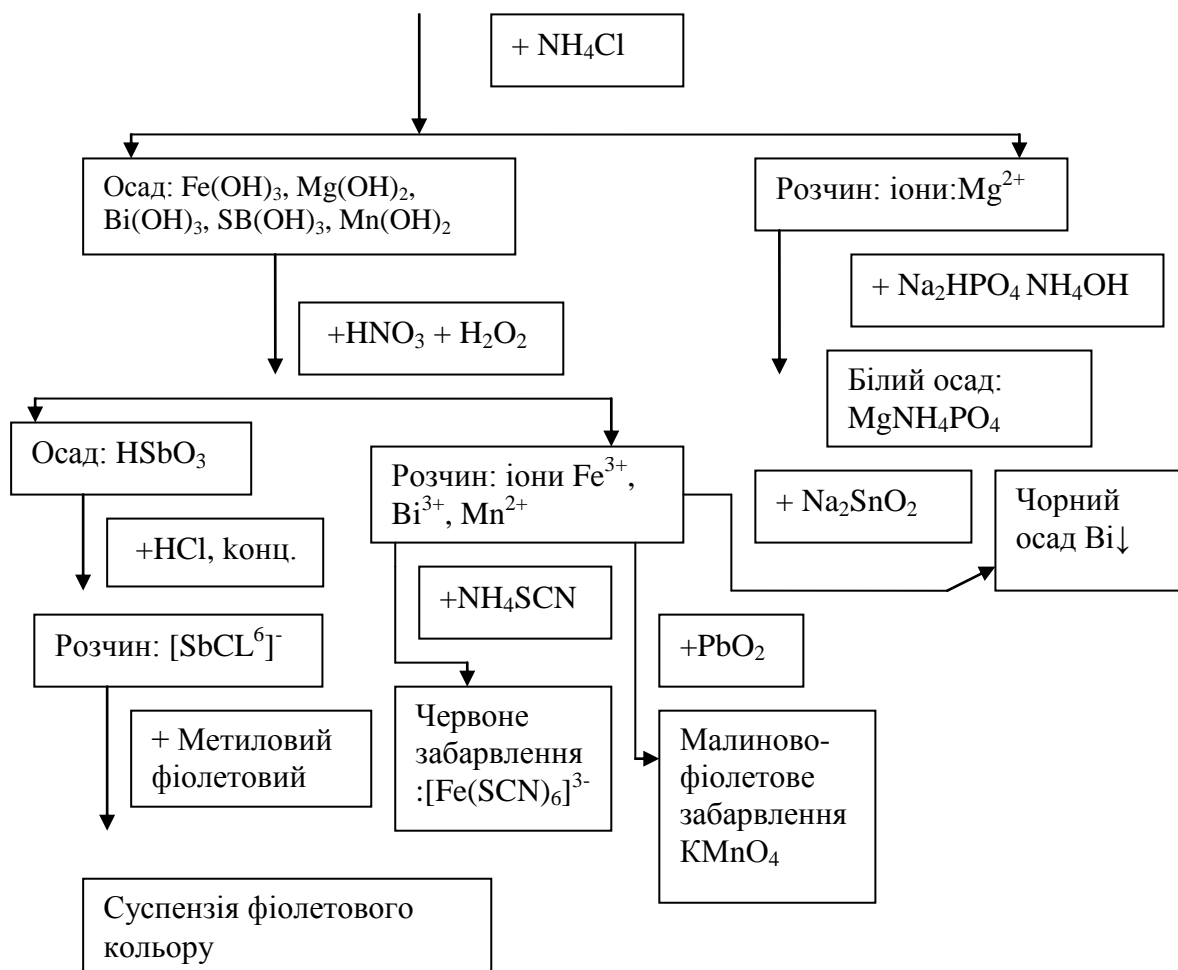


Схема ходу аналізу суміші катіонів п'ятої аналітичної групи.

Осад: Fe(OH) ₃ , Mg(OH) ₂ , Bi(OH) ₃ , Sb(OH) ₃ , Mn(OH) ₂



Систематичний хід аналізу суміші катіонів п'ятої аналітичної групи

При систематичному ході аналізу суміші катіонів п'ятої аналітичної групи слід врахувати:

гідроліз солей Bi^{3+} , Sb(III) , Sb(IV) ; розчинність основних солей сурми у винній кислоті; нерозчинність манган (IV) оксиду у розведеній нітратній кислоті; розчинність Mg(OH)_2 в NH_4Cl .

1). Спочатку в окремих пробах виявляють катіони Fe^{2+} і Fe^{3+} . Якщо досліджувані катіони являють собою осад гідроксидів, його розчиняють у HCl . Кислий розчин нейтралізують 0,5М розчином NaOH , додають п'ятикратний об'єм води. У присутності солей Bi^{3+} і Sb(III) , Sb(IV) , випадає осад (1) SbOCl , який відокремлюють центрифугуванням і обробляють винною кислотою. У виннокислому розчині характерними реакціями виявляють катіони Sb^{3+} , Sb^{5+} .

2). Осад (2), що містить основні солі Bi^{3+} , розчиняють у концентрованій HCl і виявляють катіони Bi^{3+} , Sn(II) , хлоридом при $\text{pH} > 7$.

3). Центрифугат (1) після відділення осаду (1), що містить катіони Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} обробляють розчином лугу і H_2O_2 і нагрівають.

- 4). Осад (3) відокремлюють центрифугуванням і обробляють амоній хлоридом для розчинення $Mg(OH)_2$. Іони магнію виявляють у центрифугаті реакцією взаємодії з Na_2HPO_4 .
- 5). Осад (4) (суміш ферум(III) і манган(IV) гідроксидів) обробляють розведеною нітратною кислотою для розчинення $Fe(OH)_3$.
- 6). Осад (5) манган (IV)оксиду розчиняють у HCl і виявляють катіони Mn^{2+} характерними реакціями.

Схема дробного методу аналізу катіонів п'ятої групи.

В окремих порціях досліджуваної речовини виявляють наявність катіонів:

Катіони	Реактив
Bi^{3+}	Дія лужного розчину $Na_2[Sn(OH)_4]$
Fe^{3+}	Дія NH_4SCN $K_4[Fe(CN)_6]$
Fe^{2+}	Дія $K_3[Fe(CN)_6]$
Mn^{2+}	Дія $NaBiO_3$ в кислому середовищі
Mg^{2+}	Дія Na_2HPO_4 в присутності
$Sb(III)$, $Sb(V)$	Реакція відновлення в кислому середовищі.

Лабораторна робота 7. Катіони шостої аналітичної групи.

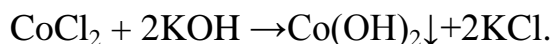
До шостої аналітичної групи належать катіони Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} . Груповим реактивом на катіони шостої аналітичної групи є розчині лугів і надлишок водного розчину аміаку, який переводить катіони в розчинні амінокомплекси. Катіони Hg^{2+} розчинні в присутності натрій хлориду.

Найважливіші реакції виявлення

22. Реакції катіонів Co^{2+} .

22.1. Взаємодія з розчинами лугів.

При взаємодії сполук Co^{2+} з розчинами лугів спостерігається випадання синього осаду основної солі кобальту, яка при нагріванні переходить в рожевий - $Co(OH)_2$. Властивості сполук Co^{2+} нагадують властивості аналогічних сполук нікелю.



22.2. Роданисний калій або амоній – KCNS або NH₄CNS.

В пробірку вносять розчин солі Co²⁺, стільки ж насиченого розчину KCNS або NH₄CNS, 1-2 кристали натрій фториду, суміш амілового спирту і диетилового етеру і перемішують. Відбувається розшарування розчину: неводний шар після відстоювання набуває синього забарвлення.

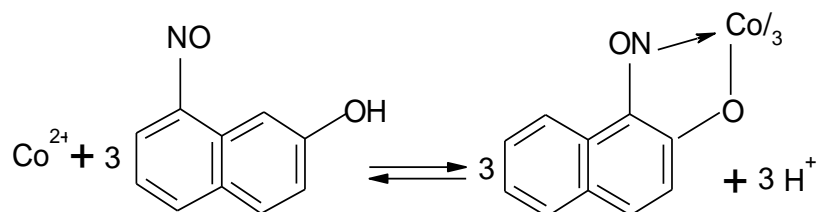


22.3. Тетрароданомеркурат (II) амонію – (NH₄)₂[Hg(CNS)₄].

При взаємодії розчину солі Co²⁺ з (NH₄)₂[Hg(CNS)₄] в присутності розчину цинк сульфату спостерігають утворення синього осаду Co[Hg(CNS)₄]₂. Реакції заважають катіони Cu²⁺, Fe³⁺, Ni²⁺. Дану реакцію можна провести мікрокристалоскопічним методом (утворюються темно- сині кристали): CoSO₄ + (NH₄)₂[Hg(CNS)₄] → Co[Hg(CNS)₄]₂ + (NH₄)₂SO₄.

22.4. Реактив Ільїнського – 1-нітрузо-2-гідроксинафталін.

При взаємодії розчину солі кобальту з свіжоприготованим насиченим розчином 1-нітрузо-2-гідроксинафталіном в присутності розчину хлорид-ної кислоти при нагріванні розчин забарвлюється в червоний колір або випадає червоний осад залежно від концентрації солі кобальту.



22.5. Калій нітрит - KNO₂.

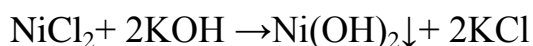
До 2-3 крапель солі кобальту долили стільки ж крапель ацетатної кислоти і 5 крапель розчину калій нітриту і потерли стінки пробірки скляною паличкою. На стінках пробірки випадає жовтий кристалічний осад - K₃[Co(NO₂)₆]. Дана реакція дозволяє визначати солі кобальту в присутності Ni²⁺.



23. Реакції катіонів Ni²⁺

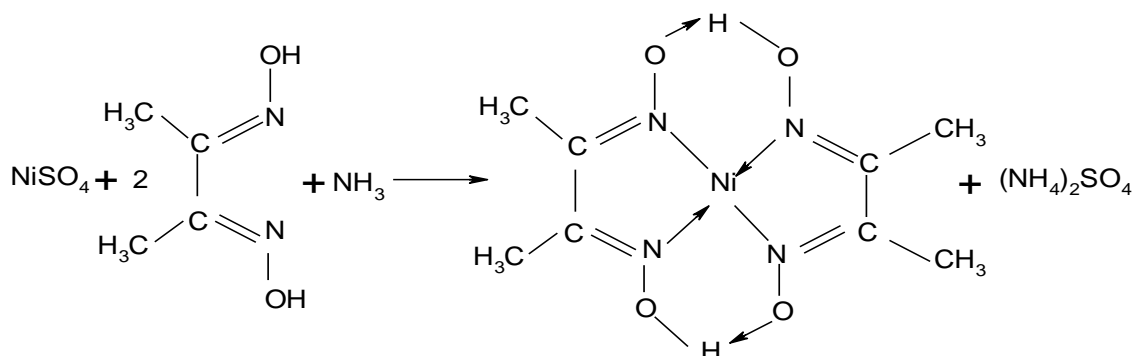
23.1. Взаємодія з розчинами лугів.

При взаємодії сполук Ni^{2+} з розчинами лугів спостерігається випадання зеленого осаду $\text{Ni}(\text{OH})_2\downarrow$.



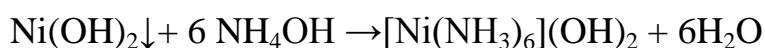
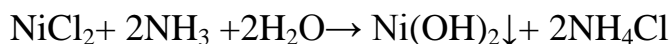
23.2. Диметилгліоксим - реактив Чугуєва.

Реакцію проводять на папері. На смужку фільтрувального паперу наносять краплю досліджуваного розчину і одну краплю розчину диметилгліоксиму і тримають папір над концентрованим розчином аміаку. Спостерігають утворення червоної плями.



23.3. Водний розчин аміаку - $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

При взаємодії солей Ni^{2+} з $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ випадає зелений осад $\text{Ni}(\text{OH})_2\downarrow$, який далі розчиняється в надлишку NH_3 .



24. Реакції катіонів Cu^{2+}

24.1. Взаємодія з розчинами лугів.

При взаємодії сполук Cu^{2+} з розчинами лугів спостерігається випадання синього осаду - $\text{Cu}(\text{OH})_2$: $\text{CuCl}_2 + 2\text{KOH} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2\downarrow + 2\text{KCl}$

24.2. Водний розчин аміаку - $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

При взаємодії солей Cu^{2+} з $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ випадає синьо-зелений осад основної солі $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{Cl}_2\downarrow$, який далі розчиняється в надлишку NH_3 .

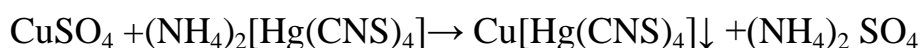


24.3. Калій йодид – KI.

При взаємодії солей Cu^{2+} з розчином KI випадає осад CuI та виділяється вільний йод. Йод визначають дією крохмального клейстера (йодо крохмального папірця.) $\text{Cu}^{2+} + \text{KI} \rightarrow \text{CuI} + \text{I}_2$

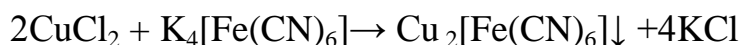
24.5. Тетрароданомеркурат(II)амонію – $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$.

При взаємодії розчину солі Cu^{2+} з $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ спостерігають утворення смарагдово - зеленого осаду $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{CNS})_4] \downarrow$. Реакції заважають катіони Fe^{3+} , Ni^{2+} .



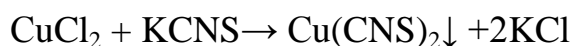
24.6. Червона кров'яна сіль – гексаціаноферрат(II) калію – $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

При взаємодії солі Cu^{2+} з розчином $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ випадає червоний осад - $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6] \downarrow$ Реакцію проводять при $\text{pH} \leq 7$.



24.7. Роданистий калій (амоній) – $\text{KCNS} (\text{NH}_4\text{CNS})$.

В пробірку поміщають краплю досліджуваного розчину і краплю розчину KCNS . Утворюється чорний осад $\text{Cu}(\text{CNS})_2 \downarrow$, який далі перетворюється в білий осад CuCNS . Реакцію проводять при $\text{pH} \leq 7$.



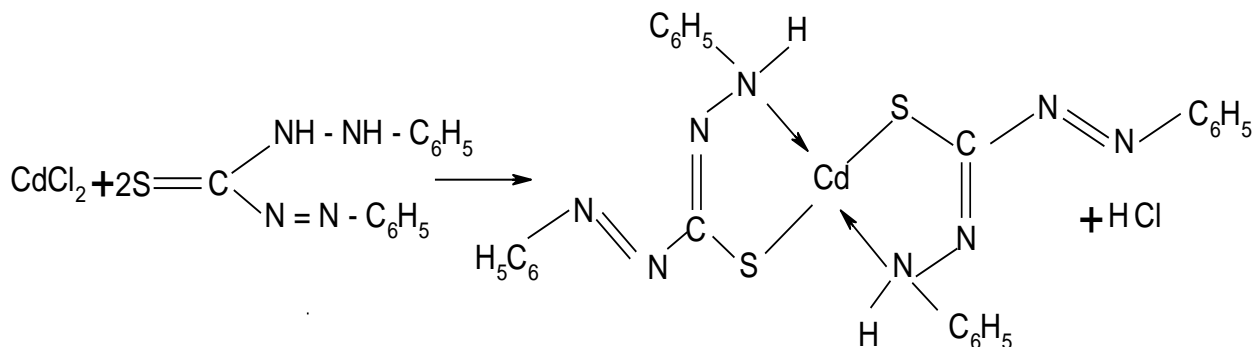
25. Реакцій катіонів Cd^{2+} .

25.1. Натрій сульфід – Na_2S .

При взаємодії розчину солей Cd^{2+} з Na_2S випадає „канарково-жов-тий” осад кадмій сульфід CdS . Реакції заважають катіони Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} .

25.2. Дитизон (дифенілкарбазол).

До розчину солі кадмію в присутності буферної суміші (ацетатної кислоти + натрій ацетат) доливають дитизон розчинений в CHCl_3 . Утворюється комплексна сполука червоного кольору добре розчинна в органічних розчинниках.



25.3. Крапельна реакція з тетравісмутатом калію - $\text{K}[\text{BiI}_4]$.

Реакцію проводять на папері. На смужку фільтрувального паперу наносять краплю досліджуваного розчину і одну краплю розчину $\text{K}[\text{BiI}_4]$. Спостерігають утворення чорної плями BiI_3 , яка зникає при додаванні KI , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$: $\text{Cd}^{2+} + 4[\text{BiI}_4] \rightarrow [\text{CdI}_4]^{2-} + 4\text{BiI}_3$.

26. Реакції катіонів Hg^{2+}

26.1. Калій йодид – KI .

Реакцію проводять на папері. На смужку фільтрувального паперу наносять краплю досліджуваного розчину і одну краплю розчину KI . Спостерігають утворення червоно – оранжевої плями, яка легко розчиняється в надлишку KI з утворенням безбарвного тетраїодмеркурату калію- $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$. Лужний розчин цієї солі називають реактив Неслера.



26.2. Станум(II) хлорид – SnCl_2 .

До розчину Hg^{2+} додають розчин станум хлориду (суха сіль). Утворюється білий осад HgI_2 або виділяється металічна ртуть.



Лабораторна робота 8. Аналіз суміші катіонів I-VI аналітичних груп.

Виявлення присутності катіонів дробним методом.

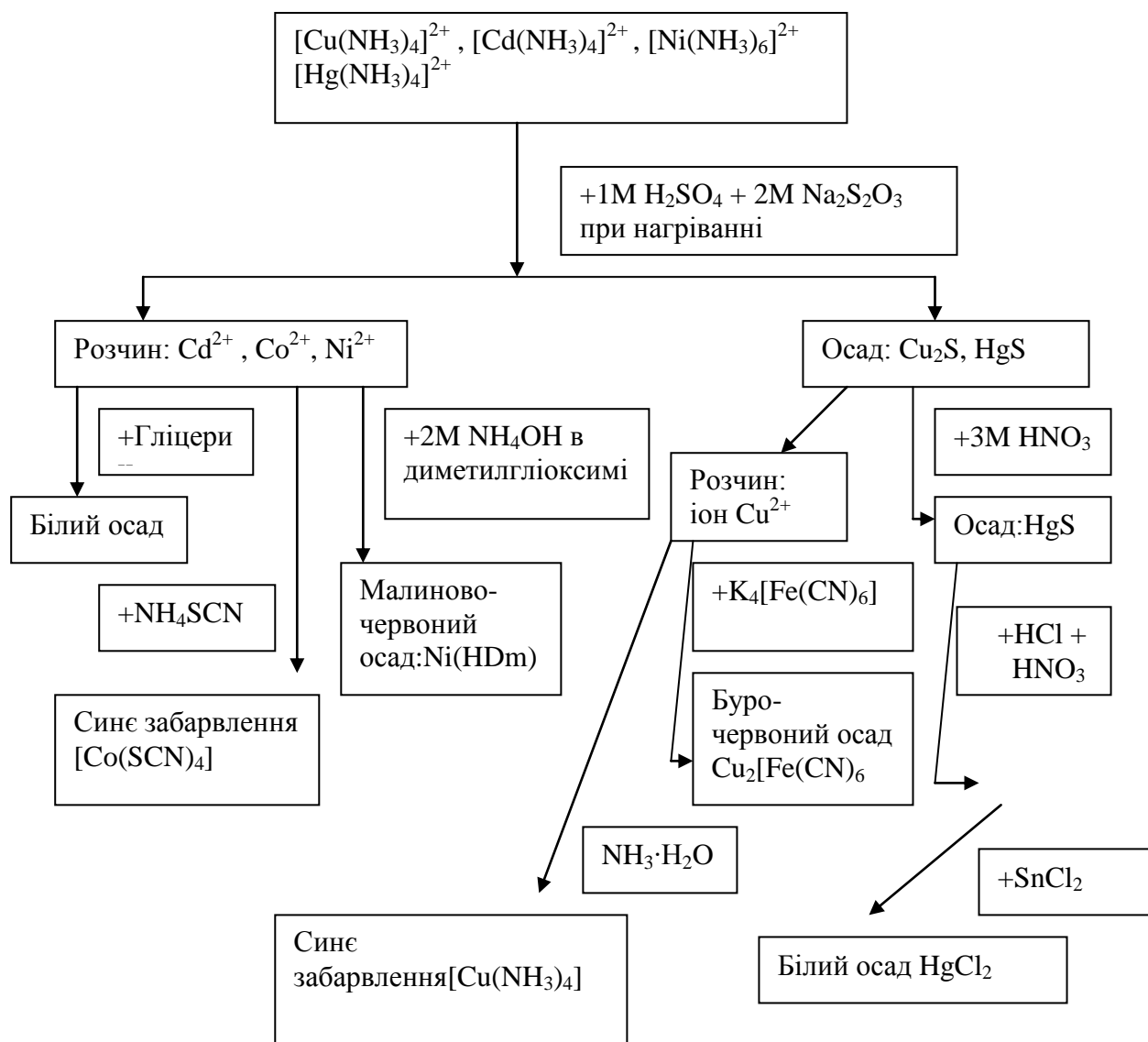
1. Іони NH_4^+ дією лугу.
2. Іони Mn^{2+} окисненням бісмутатом до манганатної кислоти.

3. Іони Fe^{3+} дією роданистого калію(амонію) – $\text{KCNS}(\text{NH}_4\text{CNS})$.
4. Іони Fe^{2+} дією гексаціаноферратом калію $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ в присутності хлоридної кислоти.
5. Іони Cu^{2+} дією калій йодидом в присутності органічних розчинників.
6. Іони Ni^{2+} дією диметилгліоксимом в амонійно – лужному середовищі.
7. Іони Co^{2+} дією кристалічного NH_4CNS в присутності амілового спирту і діетилового етеру.
8. Іони Sn^{2+} дією солей Bi^{3+} при $\text{pH} > 7$.
9. Іони Hg_2^{2+} , Hg^{2+} за допомогою мідної дротини.

Попередні дослідження:

1. Якщо розчин безбарвний, то катіони Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Cr^{3+} відсутні і, можливо Fe^{3+} .
2. До невеликої кількості досліджуваного розчину додати 2М розчин HCl . Якщо осад не випадає, катіони Hg_2^{2+} , Ag^+ відсутні і, можливо.
3. До досліджуваного розчину додати 2М розчин H_2SO_4 . Якщо осад не випадає, катіони Ba^{2+} , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} , відсутні і, можливо, Ca^{2+} .
4. До окремої порції додаємо розчин лугу і станум (II) хлориду. Якщо чорний не випадає, можна вважати, що в розчині катіони Hg_2^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} відсутні.

Схема систематичного ходу аналізу суміші катіонів шостої аналітичної групи.



Аналіз осаду.

Якщо в досліджуваному зразку є осад, він може мати такий склад:

- продукти гідролізу Bi^{3+} та Sn^{2+} ;
- хлориди катіонів(II) групи;
- сульфати катіонів (III) групи та катіони Hg_2^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+} , при достатньо високій концентрації останніх;

У такому випадку в досліджуваний зразок вливають невелику кількість 2М розчину нітратної кислоти і нагрівають до кипіння. При цьому продукти гідролізу катіонів Bi^{3+} та Sn^{2+} переходять в розчин, а малорозчинні хлориди і сульфати залишаються в осаді. Осад відділяють і досліджують окремо осад і фільтрат.

Аналіз осаду 1.

В осаді 1 можуть бути присутні хлориди катіонів другої групи або сульфати барію, кальцію, плюмбуму, аргентуму, меркурію (I). Аналіз хлоридів проводять за систематичним ходом аналізу катіонів другої групи.

Аналіз сульфатів у відсутності хлоридів.

Осад обробляють гарячою водою. При цьому в розчин перейде іон Ag^+ . Осад відфільтровують, а у фільтраті перевіряють присутність катіону Ag^+ дією калій йодиду. Осад, що залишився обробляють буферною сумішшю (30% розчин CH_3COONa та 2М розчин NH_4OH). При цьому в розчин переходять іони Pb^{2+} , а якщо іони Hg_2^{2+} присутні, то осад набуває чорного забарвлення. Осад відділяють дією концентрованої нітратної кислоти при нагріванні. В осаді залишаються сульфати катіонів III групи, а в розчині буде іон Hg^{2+} , який виявляють характерними реакціями.

Осад обробляють концентрованим розчином амоній сульфату. При цьому іон Ca^{2+} переходить в розчин і його виявляють характерними реакціями. В осаді залишились сульфати, які переводять у карбонати при розчиненні в ацетатній кислоті і проводять аналіз суміші катіонів III групи.

ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ АНІОНІВ

Загальноприйнята класифікація аніонів відсутня, тому аніони здебільшого поділяють на три групи. Такий поділ можна пояснити різною розчинністю у воді солей барію і срібла.

Лабораторна робота 9 Аналіз аніонів першої аналітичної групи.

До першої аналітичної групи аніонів відносять аніони: SO_4^{2-} ; SO_3^{2-} ; $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$; CO_3^{2-} ; $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$; PO_4^{3-} ; $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$; AsO_3^{2-} ; AsO_4^{2-} ; SiO_3^{2-} ; F^- . Дані аніони з солями Ba^{2+} утворюють малорозчинні у воді та у кислотах солі. Цю властивість можна використати для виявлення цих аніонів (барій сульфат нерозчинний у воді та мінеральних кислотах. Оксалат, сульфат, фторид розчинні в хлоридній, але нерозчинні у ацетатній кислотах. Всі інші солі Ba^{2+} розчинні у мінеральних та ацетатній кислотах).

Важливими аналітичними властивостями аніонів даної групи є:

- 1) відношення їх до дії окисників або відновників;
- 2) в кислому середовищі розкладаються з виділенням газу.

Сульфат, оксалат, тіосульфат-аніони є відновниками і здатні знебарвлювати розчин калій перманганату в присутності сульфатної кислоти

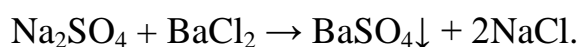
(оксалат при нагріванні). Леткими аніонами є сульфіти, тіосульфати (в кислому середовищі розкладаються з виділенням SO_2), карбонати і оксалати розкладаються з виділенням CO_2 .

Найважливіші реакції виявлення:

1. Реакції аніонів SO_4^{2-} .

1.1. Барій хлорид (в присутності калій перманганату - KMnO_4).

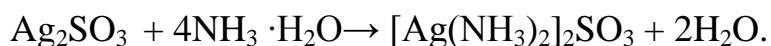
При взаємодії досліджуваного розчину з Ba^{2+} в присутності калій перманганату утворюється білий осад - BaSO_4 . Після повного осадження додають пероксид водню і хлоридну кислоту до знебарвлення розчину над осадом. Фіолетовий колір осаду повинен залишитись без змін.



2. Реакція аніонів SO_3^{2-} .

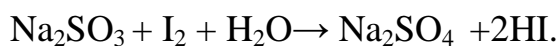
2.1. Аргентум нітрат - AgNO_3 .

При взаємодії солей SO_3^{2-} з розчином AgNO_3 випадає білий осад - AgCl , який перевіряють на розчинність в мінеральних кислотах, надлишку натрій сульфіту, аміаку. При кип'ятінні досліджуваних солей виділяється металічне срібло.



2. 2. Йодна або бромна вода - I_2 або Br_2 .

В пробірку наливають розчини Na_2SO_3 , сульфатної кислоти йодної або бромної води. Спостерігають знебарвлення добутого розчину. Реакції заважають аніони (S^{2-} ; NO_2^-).



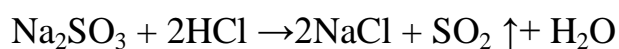
2.3. Калій перманганат - KMnO_4 .

В пробірку наливають розчини Na_2SO_3 , сульфатної кислоти і розчин KMnO_4 . Утворений розчин знебарвлюється. Протіканню реакції заважають інші відновники:



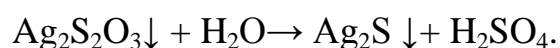
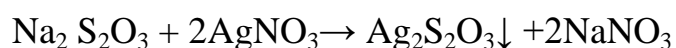
2.4. Реакція з мінеральними кислотами.

Збирають прилад для добування газів. В пробірку наливають розчини Na_2SO_3 і сульфатної кислоти. Пробірку закривають корком з газовідвідною трубкою, кінець якої занурюють в розчин вапняної води - $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Спостерігають виділення газу і помутніння вапняної води. Дослід повторюють але вапняну воду замінюють розведеним розчином KMnO_4 . Спостерігають знебарвлення розчину.



3. Реакції аніонів $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

При взаємодії солей $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ з розчином AgNO_3 , випадає осад - $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$, який на повітрі чорніє, внаслідок утворення осаду - Ag_2S . Перевіряють розчинність осаду в мінеральних кислотах, надлишку натрій сульфіту, аміаку:



3.1. Реакція з йодною водою - I_2 .

В пробірку наливають розчини $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, сульфатної кислоти і йодної води. Утворений розчин знебарвлюється. Реакції заважають аніони (SO_3^{2-} ; S^{2-} ; NO_2^-)

$$2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{NaI}.$$

3. 2. Реакція з мінеральними кислотами.

Збирають прилад для добування газів. В пробірку поміщають розчини $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ і сульфатної кислоти. Пробірку закривають корком з газовідвідною трубкою, кінець якої занурюють в розведений розчин KMnO_4 . Спостерігають знебарвлення і помутніння розчину внаслідок виділення сірки

$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{S} \downarrow + 2\text{NaCl} + \text{SO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}.$$

4. Реакції аніонів CO_3^{2-} .

4.1. Реакція з мінеральними кислотами.

Збирають прилад для добування газів. В пробірку поміщають розчини Na_2CO_3 , і сульфатної або хлоридної кислот. Пробірку закривають корком з газовідвідною трубкою, кінець якої занурюють в розчин вапняної води $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Спостерігають виділення газу і помутніння вапняної води. Реакції заважають аніони (SO_3^{2-} ; $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$), які попередньо окиснюються до сульфатів при взаємодії з H_2O_2 або KMnO_4 .



5. Реакції аніонів $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$.

5.1. Калій перманганат - KMnO_4 .

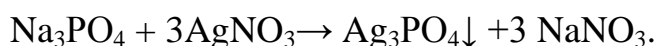
При нагріванні розчину солі, утвореною оксалатною кислотою, калій перманганатом і сульфатною кислотою спостерігають знебарвлення добутого розчину. Протіканню реакції заважають інші відновники.



6. Реакції аніонів PO_4^{3-}

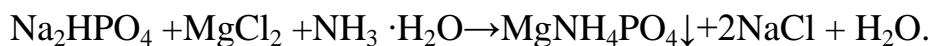
6.1. Аргентум нітрат - AgNO_3 .

При взаємодії фосфатів (кристалічних) з розчином AgNO_3 спостерігається випадання жовтого осаду - Ag_3PO_4 . Перевіряють розчинність даного осаду в мінеральних кислотах, надлишку водного розчину аміаку.



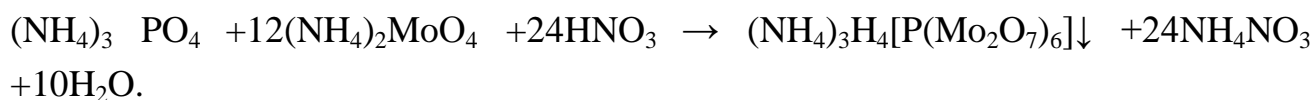
6.2. Магnezіальна суміш - $\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

При взаємодії досліджуваного розчину з магnezіальною сумішшю утворюється білий кристалічний осад - амоній магній фосфат - $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \downarrow$.



6.3. Молібденова рідина (розчини амоній молібдату, амоній нітрату та нітратної кислоти).

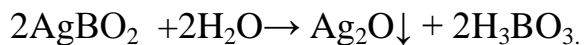
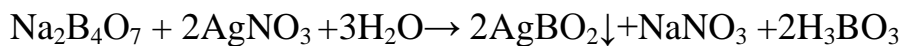
В три пробірки вносять кілька крапель розчину амоній молібдату, додають 5 крапель розчину нітратної кислоти, 2-3 краплі розчину амоній хлориду або амоній нітрату, 1-2 краплі досліджуваного розчину у вигляді фосфату або гідрогенфосфату і нагрівають. Утворюється жовтий кристалічний осад - $(\text{NH}_4)_3\text{H}_4[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$. Перевіряють розчинність добутого осаду в хлоридній кислоті і водному розчині аміаку, надлишку фосфатів. Реакції заважають відновники, які можна попередньо виділити кип'ятінням з концентрованою нітратною кислотою.



7. Реакції аніонів $B_4O_7^{2-}$.

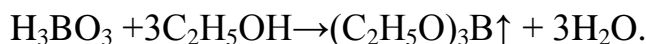
7.1. Аргентум нітрат - $AgNO_3$.

При взаємодії солей $B_4O_7^{2-}$ з розчином $AgNO_3$ спостерігається випадання білого осаду $AgBO_2$. У дуже розведених розчинах на холоді, а при більш вищих концентраціях – при нагріванні, випадає бурий осад аргентум оксиду - $Ag_2O\downarrow$.



7. 2. Забарвлення полум'я.

У фарфоровому тиглі випаровують розчин $Na_2B_4O_7$ і охолоджують. До сухого залишку обережно приливають кілька крапель концентрованої сульфатної кислоти і 4-5 крапель етилового спирту. Після перемішування суміш підпалюють. Спостерігається зелений колір полум'я, який характерний для горіння борно – етилового етеру.



8. Реакції аніонів AsO_3^{3-} .

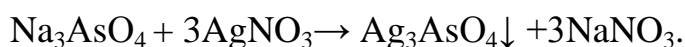
8.1. Аргентум нітрат - $AgNO_3$.

При взаємодії солей AsO_3^{3-} і $AgNO_3$ спостерігається випадання жовтого осаду Ag_3AsO_3 : $Na_3AsO_3 + 3AgNO_3 \rightarrow Ag_3AsO_3\downarrow + 3NaNO_3$.

9. Реакції аніонів - AsO_4^{3-} .

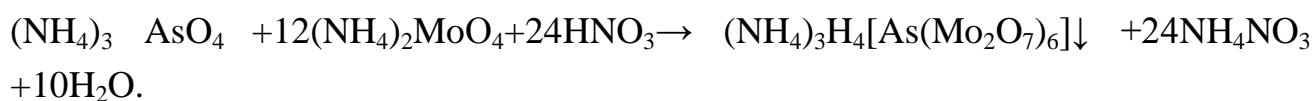
9.1. Аргентум нітрат - $AgNO_3$.

При взаємодії солей AsO_4^{3-} з розчином $AgNO_3$ спостерігається випадання осаду „шоколадного кольору” - Ag_3AsO_4 .



9. 2. Молібденова рідина.

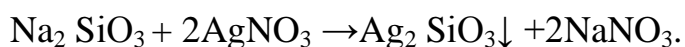
До розчину молібденової рідини (розчини амоній молібдату, амоній нітрату та нітратної кислоти) додають кілька крапель досліджуваного розчину. Утворюється жовтий кристалічний осад - $(NH_4)_3H_4[As(Mo_2O_7)_6]$. Реакції заважають фосфат-іони, які дають аналогічну реакцію.



10. Реакції ан іонів SiO_3^{2-} .

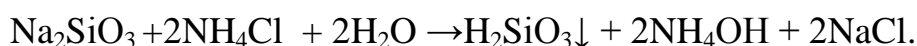
10.1. Аргентум нітрат - AgNO_3 .

При взаємодії солей SiO_3^{2-} і AgNO_3 спостерігається випадання білого осаду – Ag_2SiO_3



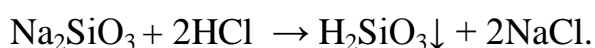
10.2. Амоній хлорид - NH_4Cl .

Натрій силікат - Na_2SiO_3 розводять дистильованою водою і додають кілька кристаликів амоній хлориду і нагрівають. Спостерігають утворення драглистого осаду - H_2SiO_3



10.3. Реакція з мінеральними кислотами.

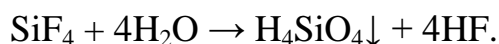
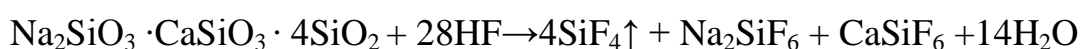
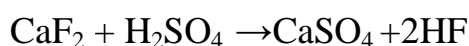
До розведеного розчину натрій силікату додають еквівалентну кількість розведених хлоридної і сульфатної кислот. Утворюється драглистий осад силікатної кислоти - $\text{H}_2\text{SiO}_3\downarrow$



11. Реакції аніонів F^- .

11.1. Сульфатна кислота - H_2SO_4 .

Розчин фториду обережно випаровують, охолоджують і додають кілька крапель концентрованої сульфатної кислоти. Пробірку закривають корком зі вставленою скляною паличкою, кінець якої змочують водою. Утворений гідрогенфторид взаємодіє зі склом, при цьому кінець скляної палички мутніє:



11.2. Знебарвлення комплексного іона – ферум(III)тіоціанату- $\text{Fe}(\text{CNS})_3$.

При взаємодії солей з калій (амоній) роданідом $\text{KCNS}, (\text{NH}_4\text{CNS})$ утворюється кроваво - червоний розчин - $\text{Fe}(\text{CNS})_3$. Коли до такого розчину додати кілька крапель солі F^- , то розчин знебарвлюється. Реакції заважають фосфат-аніони, які дають аналогічну реакцію.



Аналіз суміші аніонів першої групи

Виявлення аніонів проводять дробним методом.

1. Попередні дослідження.

1.1. Визначення рН розчину. В кислих розчинах не можуть бути присутні аніони летких кислот або аніони-відновники. Жовте забарвлення досліджуваного розчину свідчить про наявність хромат або дихромат іонів (CrO_4^{4-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$).

1.2. Дія розчину барій хлориду в кислому або нейтральному середовищі. У випадку відсутності осаду при $\text{pH}=7$, можна зробити висновок про відсутність аніонів першої групи. Утворення білого осаду свідчить про присутність сульфат-іонів.

1.3. Знебарвлення розчину калій перманганату (в присутності H_2SO_4), дозволяє зробити висновок про присутність іонів - відновників. Якщо знебарвлення відбувається при нагріванні, то можна припустити наявність оксалат-аніонів ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$).

1.4. Виділення вільного йоду при взаємодії з йодною водою свідчить про присутність окисників (хромат або арсенат іонів).

1.5. Виділення бульбашок газу при взаємодії досліджуваної суміші з розведеними розчинами хлоридної або сульфатної кислот свідчить про присутність аніонів летких кислот (сульфіт, карбонат, тіосульфат аніонів).

2. Ідентифікація окремих аніонів.

2.1. Виявлення аніонів SO_3^{2-} ; $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$.

Спочатку виявляють аніони SO_3^{2-} ; $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ при взаємодії з розчином AgNO_3 і хлоридної кислоти (реакція 3.1). Якщо тіосульфат присутній, то проводять відділення дією надлишку розчину солі стронцій хлориду або нітрату (тіосульфат іони залишаються в розчині, а осаджуються сульфат іони в вигляді SrSO_3). Осад відділяють, промивають водою, розчиняють у хлоридній кислоті і виявляють присутність SO_3^{2-} реакцією 2.2.

2.2. Виявлення фосфат-аніонів проводять при взаємодії досліджуваного розчину з магnezіальною сумішшю і амоній молібдатом (реакція 6.2 - 6.3). За присутності в розчині аніонів, їх маскують розчином винної кислоти.

2.3. Виявлення карбонат-іонів проводять за допомогою розведених хлоридної чи сульфатної кислот. Якщо в розчині присутні SO_3^{2-} ; $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, то

досліджуваний розчин попередньо обробляють надлишком KMnO_4 (до рожевого забарвлення).

2.4. Виявлення аніонів $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ проводять за допомогою реакції утворення борно – етилового етеру (забарвлення полум'я).

2.5. Аніони SiO_3^{2-} виявляють, при реакції взаємодії з кристалами NH_4Cl . При нагріванні повинен випасти осад - H_2SiO_3

2.6. Аніони F^- можна ідентифікувати використовуючи реакцію руйнування сполуки $\text{Fe}(\text{CNS})_3$. Зникає криваво-червоне забарвлення.

Лабораторна робота 10. Аналіз аніонів другої аналітичної групи

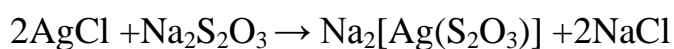
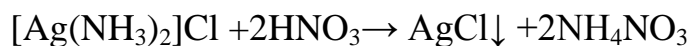
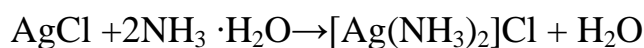
До другої аналітичної групи відносять аніони, які з Ag^+ утворюють солі, малорозчинні у воді і нітратній кислоті. Необхідно розділяти аніони першої і другої груп з азотнокислого середовища, тому що малорозчинні солі з іонами Ag^+ можуть утворювати і деякі аніони першої групи (фосфат, арсенат, тіосульфат- іони).

Найважливіші реакції виявлення

12. Реакції аніонів Cl^-

12.1. Аргентум нітрат - AgNO_3 .

При взаємодії солей Cl^- з розчином AgNO_3 спостерігається випадання білого осаду – AgCl . Перевіряють розчинність осаду AgCl в мінеральних кислотах, надлишку водного розчину аміаку, розчинах натрій тіосульфату та амоній карбонату: $\text{NaCl} + \text{AgNO}_3 \rightarrow \text{AgCl} \downarrow + 2\text{NaNO}_3$.



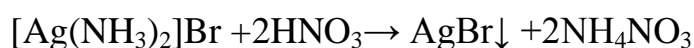
12.2. Калій перманганат - KMnO_4 .

Реакція відбувається при взаємодії кристалічних NaCl і KMnO_4 з концентрованою сульфатною кислотою при нагріванні. Краплю утвореної суміші переносять на йодокрохмальний папірець і спостерігають його помутніння: $10\text{NaCl} + \text{KMnO}_4 \rightarrow 2\text{MnSO}_4 + 5\text{Cl}_2 + 5\text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$.

13. Реакція аніонів Br⁻.

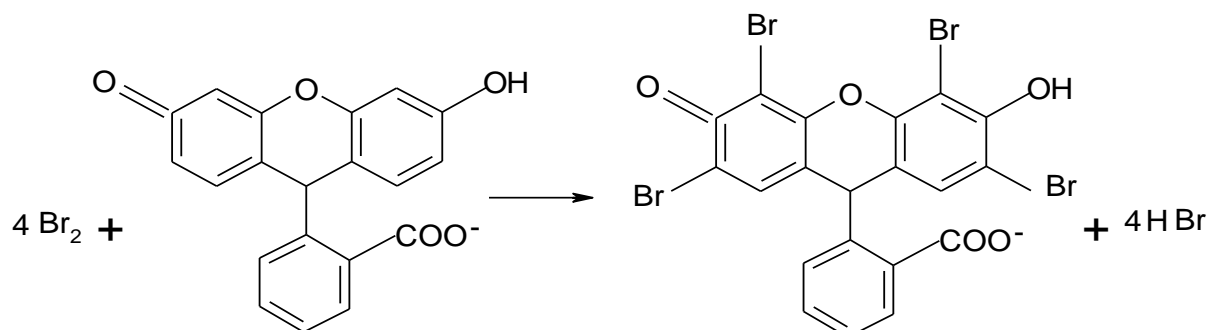
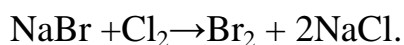
13.1. Аргентум нітрат - AgNO₃.

При взаємодії солей Br⁻ з розчином AgNO₃ спостерігається випадання жовтого осаду – AgBr. Перевіряють розчинність осаду AgBr в мінеральних кислотах, надлишку водного розчину аміаку, розчинах натрій тіосульфату та амоній карбонату.



13.2. Розчин хлорної води - Cl₂.

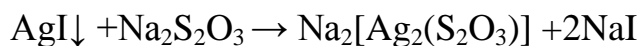
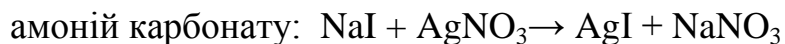
При взаємодії досліджуваного розчину з хлорною водою можна спостерігати утворення вільного бром, який легко екстрагувати багатьма органічними розчинниками, які їх забарвлюють в оранжевий колір. Ідентифікувати бром можна також за допомогою флуоресцеїну, який в присутності бром змінює колір з жовтого на червоний.



14. Реакції аніонів I⁻.

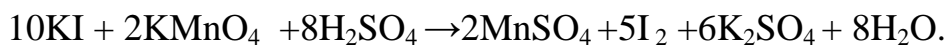
14.1. Аргентум нітрат - AgNO₃.

При взаємодії солей I⁻ з розчином AgNO₃ спостерігається випадання жовтого осаду – AgI. Перевіряють розчинність осаду AgI в мінеральних кислотах, надлишку водного розчину аміаку, розчинах натрій тіосульфату та амоній карбонату:



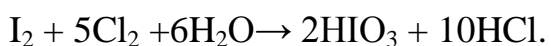
14.2. Калій перманганат - KMnO_4 .

При взаємодії NaI з KMnO_4 і концентрованою H_2SO_4 за присутності хлороформу спостерігається забарвлення нижнього (хлороформного) шару у червоно – фіолетовий колір внаслідок виділення йоду.



14.3. Хлорна вода - Cl_2 .

При взаємодії досліджуваного розчину з хлорною водою можна спостерігати утворення вільного йоду, який легко екстрагувати багатьма органічними розчинниками, які їх забарвлюють в червоно – фіолетовий колір. Ідентифікувати бром можна також за допомогою крохмалю, який в присутності йоду набуває темно – синього забарвлення. За надлишку хлорної води фіолетове забарвлення зникає: $2\text{KI} + \text{Cl}_2 \rightarrow \text{I}_2 + 2\text{KCl}$



14.4. Меркурій(II) хлорид - HgCl_2 .

На фільтрувальний папір наносять по одній краплі розчинів калій йодиду і меркурій (II) хлориду. Утворюється пляма оранжево – червоного кольору: $\text{HgCl}_2 + 2\text{KI} \rightarrow \text{HgI}_2 \downarrow + 2\text{KCl}$ $\text{HgI}_2 + 2\text{KI}_2 \rightarrow \text{K}_2[\text{HgI}_4]$.

15. Реакції аніонів CN^-

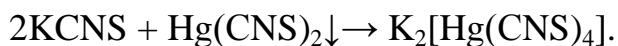
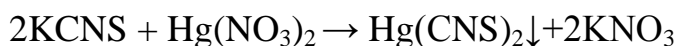
15.1. Аргентум нітрат - AgNO_3 .

При взаємодії йонів CN^- з розчином AgNO_3 випадає білий сирнистий осад – AgCN : $\text{NaCN} + \text{AgNO}_3 \rightarrow \text{AgCN} \downarrow + \text{NaNO}_3$.

16. Реакції аніонів CNS^-

16.1. Меркурій(II)нітрат- $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

При взаємодії солей CNS^- з розчином $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ випадає білий осад – $\text{Hg}(\text{CNS})_2$. При дії надлишку калій тіоціанату - KCNS осад розчиняється внаслідок утворення комплексної сполуки



16.2. Ферум (III) нітрат – $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$.

Реакцію проводять на папері. На смужку фільтрувального паперу поміщають краплю розведеного розчину HCl і кілька крапель розчину калій

(амоній) тіоціанату KCNS , NH_4CNS . За присутності катіонів Fe^{3+} з'являється червона пляма: $6\text{KCNS} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \rightarrow \text{K}_3[\text{Fe}(\text{CNS})_6] + 3\text{KNO}_3$.

17. Реакції аніонів S^{2-} .

17.1. Кадмій нітрат – $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$

При взаємодії солей S^{2-} з розчином $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ випадає характерний жовтий осад CdS : $\text{Na}_2\text{S} + \text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \rightarrow \text{CdS} \downarrow + 2\text{NaNO}_3$.

17.2. Натрій нітропрурид- $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$

При взаємодії солей S^{2-} з розчином натрій нітропруриду $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ за присутності натрій гідроксиду утворюється комплексна сполука червоно-фіолетового кольору.



Аналіз суміші аніонів другої групи.

Аніони другої групи можуть заважати виявлення один одного, тому їх ідентифікують в певній послідовності.

1. Виявлення аніонів S^{2-} проводять при взаємодії з хлоридною кислотою. В присутності S^{2-} виділяється H_2S , який можна визначити за характерним запахом, або почорнінням фільтрувального паперу, змоченого сіллю Pb^{2+} при внесенні його в пари H_2S . Виявлені аніони S^{2-} необхідно відділити, вони заважають подальшому дослідженню. Тому до досліджуваного розчину додають при нагріванні розчин цинк сульфату до повного осадження ZnS . Осад відділяють центрифугуванням, а в розчині виявляють наступні іони.

2. Виявлення аніонів CNS^- проводять за допомогою розчину ферум (III) хлориду – FeCl_3 . При наявності аніонів CNS^- утворюється криваво - червоне забарвлення.

3. Аніони I^- виявляють дією хлорної води в присутності хлороформу. В присутності йодид - іонів хлороформний шар (знизу) забарвлюється у фіолетовий колір.

Лабораторна робота 11. Аналіз аніонів третьої аналітичної групи.

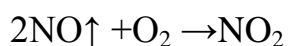
У аніонів третьої аналітичної групи відсутній груповий реагент. Для їх виявлення використовують розчин дифеніламіну в сильноокислому середовищі. Подібну реакцію дають лише хромат-(дихромат-) аніони.

Найважливіші реакції виявлення

18. Реакції аніонів NO_3^- .

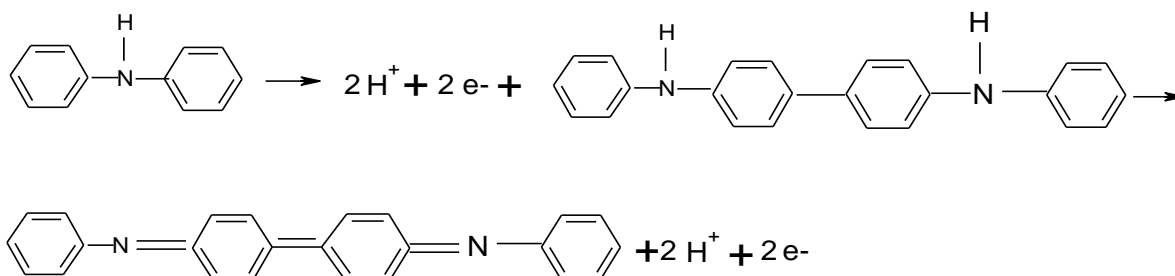
18.1. Металічна мідь.

Очищені металічні ошурки поміщають в пробірку і обережно додають 0,5-1мл концентрованої сульфатної кислоти і кілька крапель розчину калій нітрату. Суміш нагрівають: виділяється бурий газ NO_2 . Реакцію проводять лише у витяжній шафі.



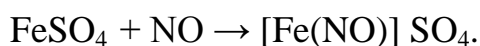
18.2. Дифеніламін.

До розчину дифеніламіну додають розчин KNO_3 і спостерігають утворення на стінках пробірки сполуки синього кольору. Реакції заважають інші окисники (зокрема NO^{2-}).



18.3. Ферум(II) сульфат.

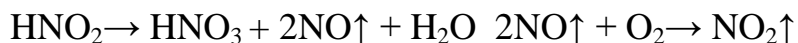
У пробірці обережно змішують: розчини KNO_3 і FeSO_4 додають концентровану сульфатну кислоту. Розчин розшаровується і межа розділу водного розчину шару і H_2SO_4 набуває темно – коричневого забарвлення, що викликане утворенням $[\text{Fe}(\text{NO})]\text{SO}_4$.



19. Реакції аніонів NO_2^- .

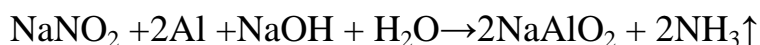
19.1. Реакція з кислотами.

При взаємодії розчинів NaNO_2 і концентрованого натрій гідроксиду спостерігають виділення бурого газу NO_2 . Реакцію проводять лише у витяжній шафі: $\text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{NaHSO}_4 + \text{NO}_2$



19.2. Металічний алюміній –Al.

До розчинів NaNO_2 і концентрованого натрій гідроксиду додають гранули алюмінію і нагрівають. Газ, що виділяється (аміак) визначають за запахом і піднесенням до отвору пробірки універсального лакмусового папірця, змоченого водою. Аніони NO_3^- поведуть себе аналогічно.



19.3. Калій перманганат - KMnO_4 .

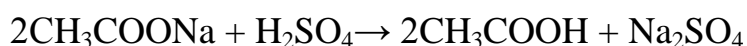
Змішують між собою розчини: KNO_2 , H_2SO_4 , KMnO_4 . Спостерігають знебарвлення утвореного розчину.



20. Реакції аніонів CH_3COO^- .

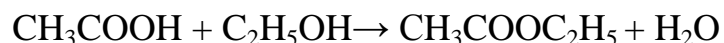
20.1. Розведена сульфатна кислота – H_2SO_4

До розчину натрій ацетату CH_3COONa додають розчин розведеної сульфатної кислоти і обережно нагрівають. Виділяється ацетатна кислота CH_3COOH , яку виявляють за специфічним запахом.



20.2. Реакція утворення естерів.

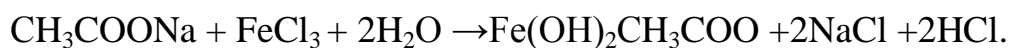
До розчину натрій ацетату CH_3COONa додають кілька крапель концентрованої сульфатної кислоти і стільки ж крапель етилового спирту $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Суміш обережно нагрівають на водяній бані, а потім виливають у холодну воду. Утворений естер - $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ виявляють за характерним запахом:



20.3. Ферум (III) хлорид – FeCl_3 .

До розчину ферум (III) хлориду додають еквівалентну кількість розчину натрій ацетату і утворену суміш розводять 1-2мл дистильованою водою і

кип'ятять. Спостерігають утворення оранжево-червоного осаду і аналогічного кольору розчину над осадом.



Лабораторна робота 12. АНАЛІЗ НЕВІДОМОЇ РЕЧОВИНИ

Перед початком аналізу вивчають характерні властивості досліджуваної речовини: колір, запах, агрегатний стан, кристалічну структуру (кристалічна, аморфна). Після візуального спостереження готують її до аналізу. Якщо досліджувана речовина тверда, то її старанно подрібнюють, бо у такому вигляді вона краще розчиняється. Крім того, подрібнення дуже важливе, коли аналіз виконують напівмікрометодом, при якому дослідженню піддається дуже невелика кількість речовини. Зразки металів або сплавів використовують у вигляді ошурків або металевої стружки. Підготовлену до аналізу речовину розділяють на чотири частини: одна використовується для аналізу на катіони; друга – для попередніх випробовувань; третя – на аніони; четверта – як резервна, необхідна для перевірки результатів аналізу.

Кількість подрібненої речовини для аналізу повинна бути не досить великою, бо апаратура і техніка напівмікрометоду вимагають невеликої кількості речовини і розчину. Дуже зменшувати її також не слід, бо деякі катіони можна і не виявити. Беруть переважно 0,02 -0,03 г речовини, розчиненням її одержують об'єм розчину близько 1мл. Якщо передбачається виявлення домішок, то беруть більше речовини. Розчин для виявлення аніонів доцільно готувати з деяким запасом (2-3мл).

Попередні випробовування

Перед систематичним аналізом доцільно з окремими порціями речовини провести ряд попередніх випробувань. Вони необхідні при виборі раціонального способу переведення речовини і полегшують аналіз. Якщо аналізувати розчин, то частину його випаровують до сухого стану, і для попередніх випробувань беруть окремі порції сухого залишку. Для виявлення катіонів проводять наступні дослідження:

1). Забарвлення полум'я. Очищеною платиновою чи ніхромовою дротиною набирають невелику кількість досліджуваної твердої речовини і вносять її у верхню частину полум'я пальника, спостерігаючи його забарвлення.

Виявлення речовин за здатністю забарвлювати полум'я

Елемент	Забарвлення полум'я	Елемент	Забарвлення полум'я
Li	Карміново- червоне	Ba	Жовто – зелене
Na	Жовте	Cu	Зелене
K	Фіолетове	Bi	Зелене
Sr	Карміново– червоне	Pb	Блакитне
Sb	Блакитне	As	Блакитне
Ca	Цегляно - червоне	B	Зелене

У випадку, коли забарвлення полум'я не змінюється, то дротину змочують хлоридною кислотою і дослід повторюють. На основі таких випробувань не можна робити остаточних висновків, бо забарвлення полум'я може маскуватися різними речовинами; крім того, зразок навіть при обробці хлоридною кислотою не завжди утворює леткі хлориди, які забарвлюють полум'я.

2). Забарвлення перлів бури $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ або фосфорної солі $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$. Платинову чи ніхромову дротину розжарюють у полум'ї пальника і занурюють у полум'я бури або $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ і знову вносять у полум'я, поки на кінці дротинки не утвориться прозора кулька. Нагріті перли вносять у порошок проби і прожарюють спочатку у верхній, а потім нижній частині полум'я. Після охолодження перла спостерігають його забарвлення. У верхній (окислювальній) частині в присутності кобальту і міді перли забарвлюються в синій колір, хрому – у зелений, нікелю – в червоно – бурий, заліза – в зеленувато – жовтий. У нижній (відновній) частині перли забарвлюються – міддю – у червоно – бурий, хромом – у зелений, залізом – у бурувато – зелений, нікелем – у сірий з червоним або фіолетовим відтінком.

Таблиця 7.

Колір перлів деяких елементів

Елемент	Гарячий перл	Холодний перл
Cu	Зелений	Блакитний
Co	Блакитний	Блакитний
Fe	Жовтий	Жовто– червоний
Cr	Зелений	Зелений
Ni	Жовтий	Коричневий
Mn	Фіолетовий	Фіолетовий
Bi, Sb	Жовтий	Безбарвний

1. Розчинення речовин

Записавши у журнал результати спостережень і попередніх випробувань, приступають до аналізу. Аналіз доцільно розпочинати з виявлення катіонів, бо наявність деяких з них свідчить про відсутність ряду аніонів. Перед аналізом речовину переводять у розчин. Тут можливі різні варіанти. Розглянемо деякі з них:

1. Досліджувана речовина тверда – суміш солей, оксидів, гідроксидів. Окремими дослідками з невеликими порціями речовини добирають відпо-відний розчинник, розчиняють її і аналізують на катіони. Добір розчинника розпочинають з випробування на розчинність речовини у воді. Якщо вона в воді не розчиняється, або розчиняється частково, то досліджують на розчинність у хлоридній та нітратній кислотах, а також їхніх сумішах. Речовини, що не розчиняються в кислотах, переводять в розчин, як описано нижче.

а) Переведення в розчин і аналіз речовин, що розчинні у воді.

Невелику кількість (розмір сірникової головки) речовини розчиняють при перемішуванні в конічній пробірці в 15-20 краплях дистильованої води. Якщо потрібно, то суміш нагрівають на водяній бані протягом кількох хвилин. Перевіряють на повне чи часткове розчинення. Для цього відцентрифугують залишок і кілька крапель прозорого розчину випаровують до сухого стану на предметному склі. Поява нальоту свідчить про часткову розчинність речовин у воді. У випадку повного розчинення готують розчин. Для цього 20-30 мг речовини розчиняють в 1-1,5 мл води і аналізують його на катіони. Навіть при частковій розчинності у воді доцільно таким способом перевести в розчин всі розчинні складові частини і аналізувати розчин окремо від нерозчинного залишку. Забарвлення і рН розчину визначають за допомогою універсального індикаторного паперу. Забарвлення розчину свідчить про наявність іонів Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- . Низьке значення рН може бути зумовлене присутністю в розчині вільних кислот чи солей вісмуту, ртуті, титану, заліза. Якщо розчин має лужну реакцію, то в розчині можуть бути присутні іони PbO_2^{2-} , $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2-}$, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2-}$, $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$, комплексні ціаніди, солі винної кислоти. Арсен, стибій, олово в цьому випадку присутні у вигляді аніонів відповідних кислот.

б) Переведення в розчин і аналіз речовин, нерозчинних у воді, але розчинних в кислотах.

Речовину, нерозчинну у воді, розчиняють у кислотах. Невелику кількість речовини (аналогічно до першого випадку) послідовно обробляють в пробірці 2н розчином хлоридної кислоти при кімнатній температурі і при нагріванні на

водяній бані. Уважно стежать за явищами, які мають місце при нагріванні. Іноді при розчиненні виділяються гази (CO_2 , SO_2 , NO_2 , H_2S), що дає змогу зробити деякі висновки про хімічний склад зразка – наявність карбонатів, сульфатів, сульфідів, тіосульфатів, нітратів, нітритів разом з відновниками. У хлоридній кислоті не розчиняється ряд сполук, на які діє нітратна кислота, наприклад, сульфід купруму, вісмуту, ртуті. Тому незалежно від результатів попередньої спроби, іншу порцію речовини розчиняють в 6Н розчині нітратної кислоти при нагріванні. Нарешті, якщо речовина не розчиняється ні в HCl , ні в HNO_3 , взятих окремо, випробовують відношення її до суміші цих кислот (царська горілка) при нагріванні.

Якщо речовина розчиняється в хлоридній, нітратній кислотах, перевагу в більшості випадках віддають нітратній, бо нітрати менш леткі, порівняно з хлоридами. Тому видаляючи надлишок кислоти випаровуванням, менш імовірно втратити яку-небудь складову частину досліджуваного зразка. Вибравши кислоту розчинник, 20-30 мг речовини (чи залишок після розчинення у воді) обробляють у тиглі 25-30 краплями цієї кислоти. Розчин кип'ятять і обережно випаровують до сухого стану. Потім у тигель додають 25-30 крапель води, перемішують для прискорення розчинення і переносять вміст тигля в конічну пробірку. Розчин аналізують на катіони.

в) Переведення в розчин і аналіз речовин, нерозчинних у кислотах.

До таких речовин належать сульфати лужноземельних металів та свинцю, галогенідів срібла, деякі природні або утворені при прожарюванні осадів оксиди – Al_2O_3 , Cr_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , SnO_2 , SiO_2 тощо, а також силікати, хромистий залізняк $\text{Fe}(\text{CrO}_2)_2$.

Якщо в суміші присутні сульфати, то їх переводять у карбонати з концентрованим розчином Na_2CO_3 чи сплавленням з сумішшю $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$. Плюмбум сульфат відокремлюють від сульфатів лужноземельних металів дією 30% розчину амоній ацетату. Галогеніди аргентуму відновлюють металічним цинком у присутності H_2SO_4 при нагріванні.

Осад металічного срібла розчиняють при нагріванні в 6Н розчині нітратної кислоти.

Силіцій(IV) оксид і силікати переводять в розчин також сплавленням з 6-кратним надлишком суміші безводних калію і натрію карбонатів. Розплав після охолодження обробляють розведеною хлоридною кислотою і після зневоднення і відокремлення силікатної кислоти розчин аналізують на катіони. Нерозчинні алюміній, ферум, титан оксиди сплавляють з калій піросульфатом ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$):

$$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{SO}_3 \quad \text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{SO}_2 \rightarrow \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$$

Сплав охолоджують і розчиняють у гарячій воді. Станум і стибій оксиди переводять у розчин після сплавляння з надлишком (1:6) суміші сірки і натрій карбонату.

2. Досліджувана речовина – розчин (або розчин з осадом).

Якщо об'єктом дослідження є прозорий розчин, то його відразу аналізують на катіони. За умови, що розчин містить осад, його відокремлюють і досліджують на розчинність у кислотах. Розчин, який одержують від дії кислот, або приєднують (після видалення надлишку кислоти випаровуванням і додаванням води) до основного розчину і аналізують на катіони, як звичайно, або обидва розчини досліджують окремо. Нерозчинний надлишок переводять в розчин, як було описано вище.

Лабораторна робота 13. ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ СПЛАВІВ

З великої кількості сплавів найчастіше використовують наступні сплави:

1. Сплави на основі заліза – чавуни і сталі, звичайні та леговані.
2. Сплави на основі міді – латуні та бронзи.
3. Сплави на основі алюмінію і магнію.
4. Сплави на олов'яній і свинцевій основі – різноманітні припої.

Належність сплаву до одного з типів можна частково визначити за зовнішнім виглядом. Сплави міді мають жовтий колір, сплави магнію, алюмінію і олова – білі, сплави заліза – темно – сірі. Також різною є їх густина. Найлегші сплави – сплави – магнію та алюмінію. Надійніші результати одержують після проведення дослідів з розчинниками та виконання якісних реакцій на основний компонент. Більшість чавунів і сталей розчиняється в розбавленій хлоридній і сульфатній кислотах, тоді як концентрована нітратна кислота пасивує поверхню сплаву. Крупинку сплаву розчиняють у розбавленій сульфатній кислоті, додають краплю нітратної кислоти і розчин нагрівають. Після охолодження виконують реакцію на ферум(III) з амоній роданідом. Поява криваво-червоного забарвлення свідчить про те, що це був сплав на основі заліза.

Сплави міді, навпаки, не розчиняються в хлоридній і сульфатній кислотах, але піддаються дії нітратної кислоти. Для перевірки крупинку сплаву розчиняють в нітратній кислоті і додають надлишок аміаку. Утворюється синій купрум амікат.

Характерна особливість сплавів алюмінію – розчинність в лугах. За бурхливим виділенням водню, яке настає через кілька хвилин після початку реакції, легко розпізнати сплави алюмінію. У лугах також розчиняються олово і цинк, які часто входять до складу сплавів алюмінію.

Сплави магнію розчиняються в кислотах. Крупинку сплаву розчиняють у розведеній хлоридній кислоті, розчин випаровують в тиглі до сухого стану, а залишок обробляють водою. До одержаного розчину додають краплями розчин ферум (III) сульфат. Утворення бурого осаду $\text{Fe}(\text{OH})_3$ свідчить про наявність магнію.

Сплави олова при дії нітратної кислоти і води дають нерозчинну станатну кислоту; в осаді залишаються також стибіатна кислота - HSbO_3 , а решта компонентів – свинець, мідь, залізо, цинк та інші - переходять у розчин. Спробу на свинець виконують у частині прозорого розчину реакцією з сульфатною кислотою. Після встановлення типу сплаву його аналізують.

ВИКОРИСТАНА ЛІТЕРАТУРА

1. В.К. Зінчук, Г.І. Гаврилюк, В.В. Ощеповський. Лабораторний практикум з якісного аналізу.(аміачно – фосфатний метод). – Львів: Видавничий центр ЛДУ імені Івана Франка, 1978. – 110 с.
2. Я.Р.Базель, О.Г. Воронич, Ж.О.Кормуш. практичний курс аналітичної хімії.– Луцьк: Редакційно-видавничий відділ „Вежа” Волинського національного університету імені Лесі Українки, 2004. – 256 с.
4. А.С. Сегеда. Аналітична хімія. Якісний аналіз. - ЦУЛ, 2002.
- Мартинюк Г.В., М.В. Яцков, Мартинюк І.В. Кількісні розрахунки в аналітичній хімії – Рівненський державний гуманітарний університет, Технічний коледж Національного університету водного господарства та природокористування, 2019 –249с.
5. Панасенко Т.В. Методичні вказівки до лабораторних робіт з аналітичної хімії (якісний аналіз). Запоріжжя: ЗДУ, 2002.
6. Зінчук В.К., Гута О.М. Хімічні методи якісного аналізу. Львів.: Видавн. центр ЛНУ ім. І. Франка. 2006. 151 с.
6. Сірова Г. О., Петюніна В. М., Лук’янова Л. В., Тішакова Т. С., Савельєва О. В. Аналітична хімія (якісний аналіз) : Навчальний посібник. Харків : ХНМУ, 2019. 131 с.
7. Рева Т. Д., Чхало О. М., Зайцева Г. М. Аналітична хімія. Якісний аналіз: навчально- методичний посібник. Київ : Медицина, 2017. 280 с.