

Ніжинський державний університет
імені Миколи Гоголя

ЦИГАНКОВ С. А., МОСКАЛЕНКО О. В.

Аналітична хімія

Лабораторний практикум

Ніжин – 2022

УДК 641.1

Ц58

Рекомендовано Вченою радою

Ніжинського державного університету імені Миколи Гоголя

(НДУ ім. М. Гоголя)

Протокол № 8 від 23.02.2023 р.

Рецензенти:

Демченко А. М. – професор кафедри хімії та фармації Ніжинського державного університету імені Миколи Гоголя доктор фармацевтичних наук;

Семеніхін А. В. – доцент, завідувач кафедрою агрономії відокремленого підрозділу Національного університету біоресурсів і природокористування України «Ніжинський агротехнічний інститут», кандидат біологічних наук

Циганков С. А., Москаленко О. В.

Ц58 Аналітична хімія: лабораторний практикум. Ніжин: НДУ імені Миколи Гоголя, 2022. 72 с.

Практикум включає лабораторні роботи з якісного аналізу неорганічних речовин, інформацію про лабораторну техніку та прийоми роботи в лабораторії аналітичної хімії.

Для студентів хімічних та фармацевтичних спеціальностей вищих навчальних закладів.

УДК 641.1

© НДУ ім. М. Гоголя, 2022

© Циганков С. А., Москаленко О. В., 2022

ЗМІСТ

| | |
|---|-----------|
| ЗАГАЛЬНІ ВКАЗІВКИ ДО РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЇ | 4 |
| ОФОРМЛЕННЯ ЗВІТУ З ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ..... | 4 |
| ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ КАТІОНІВ..... | 6 |
| Реакції катіонів першої групи..... | 6 |
| Аналіз суміші катіонів першої групи..... | 8 |
| Реакції катіонів другої групи | 9 |
| Аналіз суміші катіонів другої групи | 12 |
| Реакції катіонів третьої групи..... | 14 |
| Аналіз суміші катіонів третьої групи..... | 17 |
| Аналіз суміші катіонів першої, другої та третьої груп | 18 |
| Реакції катіонів четвертої групи..... | 21 |
| Аналіз суміші катіонів четвертої групи..... | 26 |
| Реакції катіонів п'ятої групи..... | 28 |
| Аналіз суміші катіонів п'ятої групи..... | 33 |
| Реакції катіонів шостої групи | 36 |
| Аналіз суміші катіонів шостої групи | 39 |
| Аналіз суміші катіонів четвертої, п'ятої та шостої груп | 42 |
| Аналіз суміші катіонів усіх груп | 47 |
| ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ АНІОНІВ | 50 |
| Реакції аніонів першої групи | 50 |
| Аналіз суміші аніонів першої групи | 57 |
| Реакції аніонів другої групи..... | 59 |
| Аналіз суміші аніонів другої групи..... | 62 |
| Реакції аніонів третьої групи | 64 |
| Аналіз суміші аніонів третьої групи | 66 |
| Аналіз суміші аніонів другої та третьої груп..... | 68 |
| Аналіз суміші аніонів | 70 |

ЗАГАЛЬНІ ВКАЗІВКИ ДО РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЇ

Неодмінною умовою успішної роботи в хімічній лабораторії є серйозне, уважне відношення до роботи, ретельне виконання всіх операцій аналізу, точне дотримання умов виконання хімічних реакцій. Роботу слід починати лише після ретельного ознайомлення з її змістом та методикою виконання. При виконанні всіх видів роботи слід завжди звертати увагу на чистоту робочого місця, а також склянок, в яких зберігаються реактиви. Пролитий розчин слід негайно витерти ганчіркою.

З отруйними і погано пахучими газами слід працювати під витяжною шафою.

Необхідно зберігати один і той же порядок розміщення реактивів у лабораторії. Для того, щоб використовувати реагент, необхідно взяти склянку, відібрати необхідну кількість реактиву, а потім повернути склянку на місце. Слід стежити за тим, щоб пробка з однієї склянки не потрапляла в іншу. Деякі реагенти розкладаються при зберіганні, тому їх замінюють свіжоприготовленими.

Роботу в лабораторії потрібно організувати так, щоб під час тривалих операцій одночасно виконувати іншу роботу. Наприклад, у той час, коли виконується нагрівання розчинів, можна проводити дослідження з виявлення окремих іонів або оформляти записи в лабораторному журналі.

ОФОРМЛЕННЯ ЗВІТУ З ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Лабораторний журнал є звітом про виконану роботу і необхідний для підготовки до заліку або екзамену. Звіт по лабораторній роботі починається з дати виконання і теми виконуваної роботи. Далі йде зміст звіту.

Записи слід вести систематично, чітко й акуратно, за певною схемою. Не можна починати новий дослід, поки результати попереднього не записані повністю. Записи, навіть чорнові, на клаптиках паперу робити не можна. Дуже важливо навчитися відразу працювати без чернеток. Результати виконання робіт у практикумі потрібно записувати:

- лише в лабораторний журнал;
- одразу ж після виконання досліду;
- обов'язково чорнилом – помилковий запис можна акуратно викреслити!

Виконання лабораторної роботи з якісного аналізу передбачає вивчення якісних реакцій окремих іонів і контрольні завдання з аналізу суміші невідомого складу.

Виконання якісних реакцій має на меті вивчення умов проведення, порядку додавання реактивів та їх кількості, аналітичних ефектів реакцій, іонів, що можуть заважати проведенню реакції. Отримані знання використовуються при аналізі суміші невідомого складу.

Після засвоєння характерних реакцій та ходу аналізу іонів тієї чи іншої групи (дробного та систематичного) виконується контрольний аналіз суміші іонів (контрольний розчин видає викладач).

При аналізі суміші невідомого складу в лабораторному журналі обов'язково записуються всі етапи аналізу, а також усі спостереження. Якщо аналіз проведено неправильно, то жодних виправлень у звіті робити не можна. В цих випадках потрібно написати «Повторні випробування» і описати їх результат. Кожен іон повинен бути відкритий за допомогою кількох реакцій.

Якісний аналіз суміші виконують у дві стадії. Спочатку проводять попередні випробування, а потім переходять до систематичного аналізу. Попередні випробування дозволяють установити присутність ряду іонів, виявлення яких або ускладнене при систематичному ході аналізу, або легко здійснюється дробними реакціями.

При виконанні аналізу суміші невідомого складу заповнюється таблиця за наведеною формою.

Аналіз суміші іонів

| № операції | Досліджувана речовина | Реактив | Спостереження | Висновок | Можливий склад речовини | |
|------------|-----------------------|---------|---------------|----------|-------------------------|--------|
| | | | | | Осад | Розчин |
| 1 | ДР | | | | | |
| 2 | ДР | | | | | |
| 3 | 0-2 | | | | | |
| 4 | P-2 | | | | | |

У першому стовпчику нумеруються окремі аналітичні операції.

У другому стовпчику записується об'єкт аналізу. Це може бути частина досліджуваного

розчину (ДР) або розчин (Р) чи осад (О), отримані в попередніх операціях. В останньому випадку запис має вигляд 0-4, Р-5 тощо (цифрою позначається номер операції, в якій осад чи розчин отримано).

У третьому стовпчику записується реактив, яким передбачається подіяти на досліджувану речовину. Слід зазначати всі реактиви, що використовуються, в порядку їх дії на досліджуваний об'єкт. Нагрівання, випарювання, кип'ятіння також є аналітичними операціями; їх можна позначати літерою *t*.

Після заповнення стовпчиків 1-3 слід провести хімічну реакцію. Спостереження записують у четвертий стовпчик. Аналітичним ефектом може бути випадіння осаду або його розчинення, зміна забарвлення розчину, виділення газу з певним запахом або кольором.

За результатами спостережень у п'ятому стовпчику записують висновок про наявність або відсутність досліджуваного іона. Запис може бути довільної форми, але зрозумілим (наприклад, прис. NH_4^+ , відс. К або Со—Fe).

У шостий і сьомий стовпчики записують відомості про склад осаду і розчину. При виконанні дробних реакцій достатньо зазначити склад лише тієї фази, в якій відбуваються зміни; в іншому стовпчику можна поставити «—» якщо там не відбулось ніяких змін). При виконанні систематичного аналізу обов'язково необхідно вказувати можливий склад осаду і розчину.

До виконання наступної реакції можна переходити лише після здійснення всіх необхідних записів із попередньої.

Як приклад, нижче наведено оформлення таблиці при аналізі катіонів першої аналітичної групи (в суміші наявні всі катіони).

Аналіз суміші катіонів 1 групи

| № операції | Досліджувана речовина | Реактив | Спостереження | Висновок | Можливий склад речовини | |
|------------|-----------------------|---|--------------------|----------------------------|---|-----------------------------------|
| | | | | | Осад | Розчин |
| 1 | ДР | NaOH | запах аміаку | <i>np.</i> NH_4^+ | — | NH_3 |
| 2 | ДР | реактив Нелера | червоно-бурий осад | <i>np.</i> NH_4^+ | $[\text{Hg}_2\text{ONH}_2]$ | K^+ , Na^+ |
| 3 | ДР | $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ | білий осад | <i>np.</i> Na^+ | $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ | K^+ , NH_4^+ |
| 4 | ДР | <i>t</i> | — | — | K^+ , Na^+ | — |
| 5 | 0-4 | полум'я | жовте | <i>np.</i> Na^+ | Na^+ | — |
| 6 | 0-4 | H_2O | — | — | — | K^+ , Na^+ |
| 7 | Р-6 | $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ | жовтий осад | <i>np.</i> K^+ | $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ | Na^+ |
| 8 | Р-6 | $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ | білий осад | <i>np.</i> K^+ | $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ | Na^+ |

Після виконання необхідних досліджень записують загальний висновок, в якому зазначають ті йони, що були виявлені в суміші. Про результати аналізу доповідають викладачеві лише переконавшись в їх достовірності.

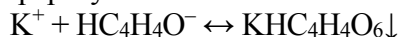
ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ КАТІОНІВ

Дата ____.

КАТІОНИ І АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ K^+ , Na^+ , Li^+ , NH_4^+

Реакції катіона K^+

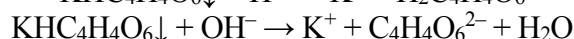
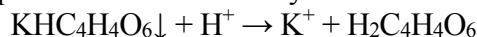
1. Дія натрій гідрогентартрату $NaHC_4H_4O_6$. Іони K^+ з розчином реагенту утворюють білий кристалічний осад калію гідрогентартрату:



Натрій гідрогентартрат можна отримати, змішавши рівні об'єми розчинів винної кислоти та натрій ацетату. У цьому випадку утворений ацетатний буферний розчин забезпечує сталість рН:



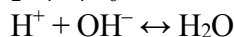
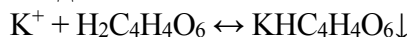
Осад розчиняється в мінеральних кислотах та лугах:



Реакцію виявлення іонів K^+ виконують у нейтральному середовищі. Розчинність осаду $KHC_4H_4O_6$ збільшується при підвищенні температури, тому його осадженню сприяє охолодження досліджуваного розчину. Потирання внутрішньої стінки пробірки скляною паличкою прискорює випадіння осаду $KHC_4H_4O_6$.

Катіони NH_4^+ заважають визначенню K^+ , оскільки також утворюють аналогічний осад. Крім NH_4^+ аналогічні осади утворює більшість двозарядних і трізарядних катіонів металів.

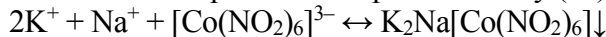
Виявлення іонів K^+ також проводять із розчином тартратної кислоти в присутності натрію карбонату та натрію сульфіді при охолодженні:



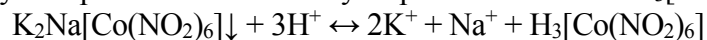
Дослід. До 1–2 мл розчину солі K^+ додають 1–2 мл розчину $NaHC_4H_4O_6$ і потирають внутрішні стінки пробірки скляною паличкою. Зазначте колір осаду. Напишіть рівняння реакцій.

Одержаний осад скаламучують і розділяють на три частини. Досліджують його відношення до дії мінеральних кислот, лугів і гарячої дистильованої води.

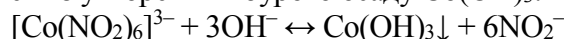
2. *Дія натрію гексанітрокобальтату (III) $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Іони K^+ з цим реагентом утворюють жовтий кристалічний осад дикалійнатрію гексанітрокобальтату (III) $K_2Na[Co(NO_2)_6]$:



Осад розчинний у мінеральних кислотах з утворенням нестійкої $H_3[Co(NO_2)_6]$ при рН < 4:



Луги розкладають реагент з утворенням бурого осаду $Co(OH)_3$:



Катіони NH_4^+ заважають виявленню K^+ , оскільки утворюють осад $(NH_4)_2Na[Co(NO_2)_6]$. Відмінність його від сполуки K^+ – у розкладанні при нагріванні. З катіонів інших аналітичних груп осади з $Na_3[Co(NO_2)_6]$ утворюють: жовті – Ag^+ і Hg_2^{2+} , білі – Sn^{2+} і Bi^{3+} , бурий – Fe^{2+} .

Дослід. До 1–2 мл розчину солі K^+ додають 1–2 мл розчину $Na_3[Co(NO_2)_6]$. Зазначте умови утворення осаду та його колір у нейтральному середовищі. Напишіть рівняння реакцій.

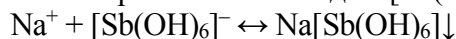
3. *Реакція забарвлення полум'я Солі K^+ забарвлюють безбарвне полум'я у фіолетовий колір. Для усунення маскувального впливу солей Na^+ полум'я розглядають крізь синє скло.

Солі багатьох інших металів, особливо Cu^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Na^+ , Cr^{3+} , заважають відкриттю катіонів K^+ на полум'ї.

Дослід. Очищеною і розжареною ніхромовою петлею захоплюють летку сіль K^+ і вносять у безбарвну частину полум'я. Забарвлення полум'я солей K^+ у присутності солей Na^+ розглядають крізь синє скло. Зазначте колір полум'я.

Реакції катіону Na^+

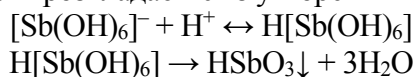
1. *Дія калію гексагідроксостибату (V) $K[Sb(OH)_6]$ Концентровані розчини солей Na^+ при взаємодії з реагентом утворюють білий кристалічний осад $Na[Sb(OH)_6]$:



Утворенню осаду $Na[Sb(OH)_6]$ сприяє охолодження розчину і потирання скляною паличкою

внутрішніх стінок пробірки. У сильнолужному середовищі осад не утворюється. Реакція малочутлива, тому концентрація солі Na^+ у розчині повинна бути високою.

У кислому середовищі реагент розкладається з утворенням білого аморфного осаду HSbO_3 :



Хоча цей осад аморфний, відрізнити його за зовнішнім виглядом від кристалічного осаду $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ досить важко. Осад HSbO_3 помилково може бути прийнятий за осад натрію гексагідроксостибату (V), тому визначення іонів Na^+ з $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ проводять у нейтральному або слаболужному середовищі.

Виявленню іонів Na^+ цією реакцією заважають NH_4^+ -катіони, тому що внаслідок гідролізу цих іонів середовище кисле і реагент руйнується з утворенням HSbO_3 . Якщо до солі NH_4^+ додати кілька мл KOH , то осад не утворюється.

Дослід. До 3–4 мл розчину солі Na^+ додають 3–4 мл розчину $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$, внутрішні стінки пробірки потирають скляною паличкою. Зазначте колір осаду, що утворився.

Осад скаламучують і переносять у дві пробірки. Досліджують відношення осаду до розчину NaOH та гарячої дистильованої води.

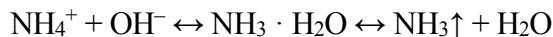
Випробовують відношення реагенту $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ до розчину 2М HCl . До 2–3 мл розчину $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ додають 2 мл розчину 2М HCl . Зазначте колір та структуру осаду, що утворився, і зробіть висновок про умови виявлення катіонів Na^+ з $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$.

2. *Реакція забарвлення полум'я Солі Na^+ забарвлюють безбарвне полум'я пальника в жовтий колір. Заважають відкриттю катіонів Na^+ на полум'ї пальника солі багатьох інших металів.

Дослід. Очищеною і розжареною ніхромовою петлею підхоплюють летку сіль Na^+ і вносять у безбарвну частину полум'я газового пальника. Зазначте колір полум'я.

Реакції катіона NH_4^+

1. *Дія лугів Іони NH_4^+ реагують з розчинами лугів (NaOH і KOH) при нагріванні з виділенням амоніаку:



Газуватий амоніак можна визначити:

– за запахом;

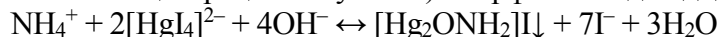
– за забарвленням вологого червоного лакмусового паперу в синій колір. Лакмусовий папір не повинен торкатися стінок пробірки, щоб запобігти попаданню лугу на папір. Інакше зміна кольору індикаторного паперу відбудеться під дією розчину лугу при відсутності іонів NH_4^+ .

Реакція чутлива і специфічна, тому що визначенню іонів NH_4^+ не заважають інші катіони. Але визначенню NH_4^+ іонів цією реакцією заважає присутність летких основ (амінів) та їх солей.

Дослід. До 1–2 мл розчину солі NH_4^+ додають 1–2 мл 2М розчину NaOH або KOH і нагрівають на водяній бані. До отвору пробірки, не торкаючись стінок пробірки, підносять вологий лакмусовий папір. Зазначте зміну кольору паперу. Напишіть рівняння реакції.

Ця реакція специфічна, тому нею можна виявляти катіон NH_4^+ у присутності інших катіонів.

2. *Дія реактиву Несслера (дикалію тетраіодомеркурат у суміші з калію гідроксидом) $\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$. Іони NH_4^+ з реактивом Несслера ($\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$) утворюють червоно-бурий або жовто-бурий (при невеликих концентраціях іону NH_4^+) аморфний осад йодиду основи Мілона:



При малих концентраціях іонів NH_4^+ осад не утворюється, але розчин забарвлюється в жовтий колір. У кислому середовищі реагент руйнується з утворенням червоного осаду HgI_2 , тому реакцію необхідно проводити в нейтральному або лужному середовищі.

Катіони K^+ та Na^+ не заважають відкриттю NH_4^+ реактивом Несслера. Виконанню реакції заважають катіони важких металів, які з лугами утворюють забарвлені осадки відповідних гідроксидів, наприклад, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ тощо.

Ця реакція надзвичайно чутлива і тому її використовують у фармакопейному аналізі при визначенні іонів NH_4^+ та амоніаку як домішок.

Дослід. До 1–2 мл розведеного розчину солі амонію додають 1–2 мл реактиву Несслера. Зазначте колір осаду або розчину. Напишіть рівняння реакції.

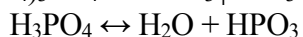
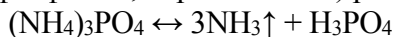
3. Реакція солей NH_4^+ при нагріванні Солі NH_4^+ при високій температурі розкладаються. Залежно від природи аніона розрізняють декілька типів їх термічного розкладу. Солі летких кислот при нагріванні розкладаються повністю:



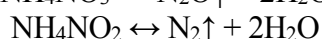
Солі нелетких кислот розкладаються частково:



Деякі солі нелетких кислот (фосфатної, боратної тощо) розкладаються на NH_3 і кислоту:



Деякі солі NH_4^+ при нагріванні вступають у реакції внутрішньомолекулярного окиснення-відновлення:



Дослід. У фарфоровому човнику нагрівають кристали NH_4Cl . Зазначте аналітичний ефект.

Аналіз суміші катіонів першої групи

При відкритті іонів необхідно дотримуватись певної послідовності. Аналіз починають з виявлення катіонів NH_4^+ . Якщо присутні катіони NH_4^+ , то їх видаляють з розчину або зв'язують. За їх відсутності, визначають K^+ і Na^+ (у будь-якій послідовності).

Відкриття катіону NH_4^+ . а) До 2-3 мл досліджуваного розчину додають розчин лугу і нагрівають до кипіння. При цьому з розчину, за наявності в ньому катіонів NH_4^+ , виділяється газоподібний NH_3 . Його виявляють за запахом або за посинінням червоного лакмусового папірця, піднесеного до отвору пробірки.

б) До 0,5-1 мл досліджуваного розчину додають кілька мл реактиву Неслера. Утворення червоно-бурого осаду вказує на наявність катіону NH_4^+ .

Відкриття катіонів Na^+ . До 1-2 мл досліджуваного розчину додають 1 мл $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$; якщо осад не випадає, слід потерти скляною паличкою внутрішні стінки пробірки. Випадіння білого кристалічного осаду є ознакою наявності в розчині іонів натрію.

Видалення катіонів NH_4^+ . Якщо присутній катіон NH_4^+ , то його перед виявленням катіону K^+ , необхідно видалити з розчину. Для цього в маленьку фарфорову чашку наливають 2-3 мл досліджуваного розчину, випарюють досуха і прожарюють до повного розкладу солей NH_4^+ (до припинення виділення білого «димув»). Після охолодження чашки залишок розчинить у 1-2 мл води.

Відкриття катіонів K^+ . Розчин, очищений від солей NH_4^+ , ділять на дві частини. До однієї додають кілька мл CH_3COOH і розчин $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. Жовтий осад вказує на присутність K^+ . До другої частини розчину додають $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ і потирають стінки пробірки скляною паличкою. Утворення білого осаду свідчить про наявність у розчині катіонів K^+ .

Аналіз суміші катіонів першої групи

| № операції | Досліджувана речовина | Реактив | Спостереження | Висновок | Можливий склад речовини | |
|------------|-----------------------|---------|---------------|----------|-------------------------|--------|
| | | | | | Осад | Розчин |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

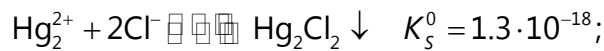
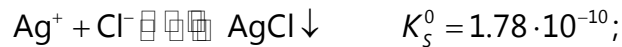
Висновок:

Підпис викладача

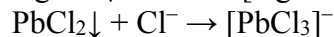
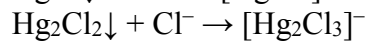
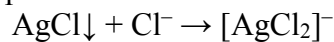
РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ II АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

Загальногрупові реакції

1. Дія розчину 2М хлоридної кислоти Катіони II аналітичної групи утворюють із хлоридною кислотою білі осад.



Осади хлоридів катіонів II аналітичної групи частково розчиняються в надлишку концентрованої хлоридної кислоти, з утворенням комплексних іонів:

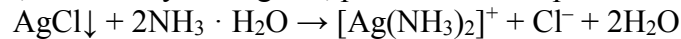


У зв'язку з цим не рекомендується додавати надлишок групового реагенту.

Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} додають по 1–2 мл розчину HCl . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів. Залиште осад для подальших дослідів.

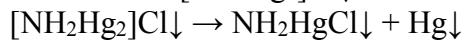
Плюмбум(II) хлорид має найбільшу розчинність серед хлоридів катіонів II аналітичної групи і розчиняється в гарячій воді. Цю його властивість використовують у систематичному ході аналізу для відокремлення PbCl_2 від інших хлоридів катіонів II аналітичної групи.

Аргентуму хлорид, на відміну від Hg_2Cl_2 , розчиняється в розчині амоніаку:



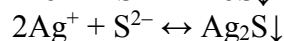
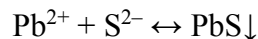
Цю реакцію використовують для відокремлення AgCl від Hg_2Cl_2 в систематичному ході аналізу.

Димеркурію (I) дихлорид у розчині амоніаку чорніє внаслідок утворення дрібнодисперсної металічної ртуті:

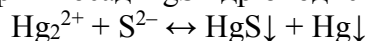


Ці реакції використовують для виявлення катіонів Hg_2^{2+} в ході аналізу.

2. Дія сульфід-іонів Катіони Ag^+ і Pb^{2+} із S^{2-} -іонами утворюють чорні осаді відповідних сульфідів:



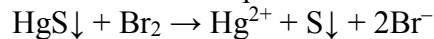
Hg_2^{2+} -катіони утворюють чорний осад HgS і дрібнодисперсну металічну ртуть:



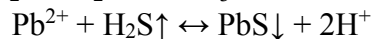
Сульфідні Ag (I) і Pb (II) розчиняються при нагріванні в розведений HNO_3 , наприклад:



Димеркурію (II) сульфід розчиняється в «царській водці» і бромній воді:



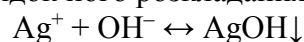
Катіони II аналітичної групи утворюють відповідні осаді і з тіоацетамідом CH_3CSNH_2 – замісником гідрогену сульфїду, робота з яким більш безпечна. Наприклад:

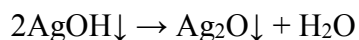


Дану реакцію ДФУ використовує для визначення на граничний вміст домішок катіонів важких металів у лікарських препаратах.

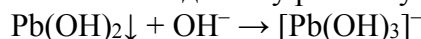
Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} додають по 1–2 мл розчину Na_2S . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

3. Дія лугів Ag^+ і Pb^{2+} -катіони з розчинами NaOH і KOH утворюють білі осаді. Аргентум(I) гідроксид швидко буріє внаслідок його розкладання до Ag_2O :

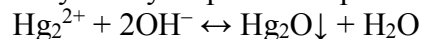




Амфотерний $\text{Pb}(\text{OH})_2$ розчиняється в надлишку реагенту:



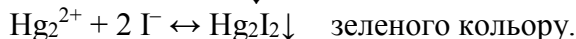
Hg_2^{2+} -катиони при взаємодії з лугами утворюють чорний осад Hg_2O :



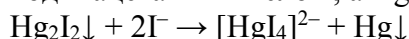
Усі гідроксиди і оксиди катіонів II аналітичної групи розчиняються в нітратній кислоті.

Дослід. До 2–3 мл розчинів солей Ag^+ , Hg_2^{2+} та Pb^{2+} додають по 2–3 мл розчинів KOH або NaOH . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

4. Дія розчину калію йодиду Катіони II аналітичної групи утворюють з I^- -іонами забарвлені малорозчинні сполуки:



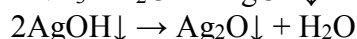
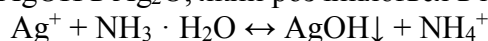
PbI_2 розчиняється в гарячій воді і ацетатній кислоті, а Hg_2I_2 реагує з надлишком реагенту:



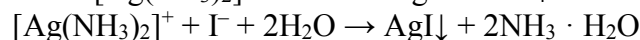
Дослід. До 2–3 мл розчинів солей Ag^+ , Hg_2^{2+} та Pb^{2+} додають по 2–3 мл розчину KI .

Осад PbI_2 ділять на дві частини. До однієї додають 3–4 мл розведеної CH_3COOH , до другої – 10 мл дистильованої води. Пробірки нагрівають, а потім охолоджують. Зазначте ефекти, що спостерігаються. Напишіть рівняння реакцій.

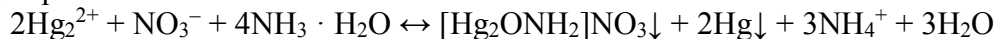
5. Дія розчину амоніаку Ag^+ -катиони утворюють з розчином амоніаку білий осад AgOH , що буріє внаслідок перетворення AgOH в Ag_2O , який розчиняється в надлишку амоніаку



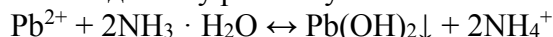
У кислому середовищі та при дії йодид-іонів діамінаргентум(I)-іон руйнується:



Hg_2^{2+} -катиони з розчином амоніаку утворюють димеркурійамідмонооксидунітрат і металічну ртуть. Склад комплексу залежить від складу солі Hg_2^{2+} . Наприклад, з $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ реакція перебігає згідно рівняння:



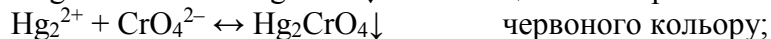
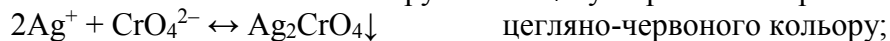
Pb^{2+} -катиони утворюють з розчином амоніаку білий осад плумбуму (II) гідроксиду $\text{Pb}(\text{OH})_2$, який не розчиняється в надлишку реагенту:



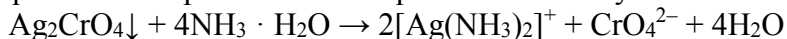
Дослід. До 2–3 мл розчинів солей Ag^+ , Hg_2^{2+} та Pb^{2+} додають спочатку по 3 мл, а потім надлишок розчину амоніаку. Зазначте ефект, що спостерігається.

Розчин, що містить іони $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$, розділяють на дві частини, до однієї додають 2М розчин HNO_3 до кислої реакції, а до іншої – 3 мл розчину KI . У першому випадку комплексний іон розкладається, вивільняються катиони Ag^+ , і знову утворюється осад AgCl . У другому випадку утворюється жовтий осад AgI . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

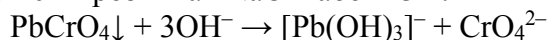
6. Дія хромат-іонів Катіони II аналітичної групи з CrO_4^{2-} утворюють забарвлені осад:



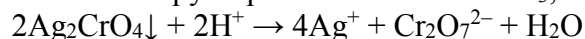
Аргентум (I) хромат легко розчиняється в розчині амоніаку:



Осад PbCrO_4 розчиняється в розчинах NaOH або KOH :



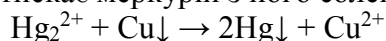
Хромати катіонів II аналітичної групи розчиняються в HNO_3 , наприклад:



Дослід. До 2–3 мл розчинів солей Ag^+ , Hg_2^{2+} та Pb^{2+} додають по 2–3 мл розчину K_2CrO_4 . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

Осад PbCrO_4 розділяють на дві частини і досліджують його відношення до 2М розчинів HNO_3 і NaOH .

7. *Дія купрум Купрум витискає ртуть з його солей:

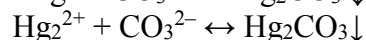
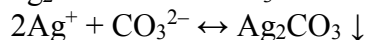


Якщо на мідну пластинку нанести розчин солі катіону Hg_2^{2+} , то через деякий час на пластинці з'являється темно-сіра пляма вільної ртуті. Якщо протерти пляму фільтрувальним папером, то поверхня стане сріблястою внаслідок утворення амальгами міді. При нагріванні пластинки пляма зникає, внаслідок випаровування металічної ртуті.

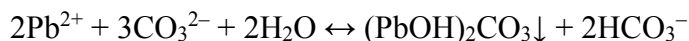
Відкриттю Hg_2^{2+} заважають катіони Hg^{2+} , які дають аналогічний ефект, і катіони Ag^+ , які відновлюються міддю, утворюючи під краплею сіру пляму металічного срібла.

Дослід. На добре очищену мідну пластинку чистою скляною паличкою наносять краплю розчину солі Hg_2^{2+} . Через 1-2 хв. на поверхні пластинки (під краплею) утворюється сіра пляма ртуті. Краплю розчину знімають фільтрувальним папером та протирають пляму. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте ефект, що спостерігається.

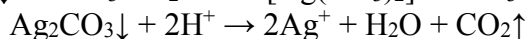
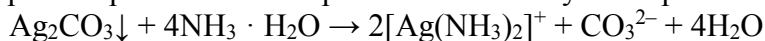
8. Дія карбонат-іонів Ag^+ і Hg_2^{2+} -катіонів з CO_3^{2-} -іонами утворюють жовті осад:



Pb^{2+} -катіони утворюють з CO_3^{2-} -іонами білий осад основної солі дигідроксид карбонату:



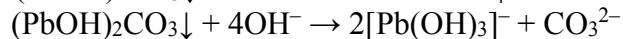
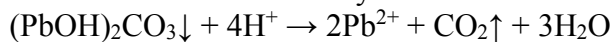
Аргентум(I) карбонат розчиняється в розчинах амоніаку та нітратної кислоти:



Димеркурій(I) карбонат нестійкий і розкладається:

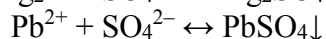
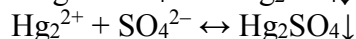
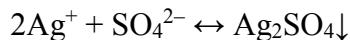


Осад $(\text{PbOH})_2\text{CO}_3$ розчиняється в кислотах і лугах:

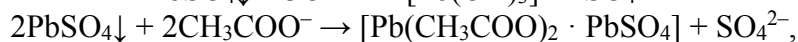
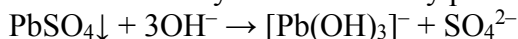


Дослід. До 2–3 мл розчинів солей Ag^+ , Hg_2^{2+} та Pb^{2+} додають по 2–3 мл розчину Na_2CO_3 або K_2CO_3 . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

9. Дія сульфат-іонів Катіони II аналітичної групи із SO_4^{2-} -іонами утворюють малорозчинні у воді сполуки білого кольору:



Плюмбум(II) сульфат розчиняється в лугах і 30 %-вому розчині амонію ацетату:



Дану реакцію використовують у систематичному ході аналізу катіонів I–VI аналітичних груп.

Дослід. До 2–3 мл розчину солі Pb^{2+} додають 2–3 мл 1М розчину H_2SO_4 . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

Осад розділяють на дві частини і досліджують його відношення до 2М розчину NaOH та 30 %-вого розчину $\text{CH}_3\text{COONH}_4$. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте ефект, що спостерігається.

10. Дія дифенілкарбазону і дифенілкарбазиду З катіонами Hg_2^{2+} дифенілкарбазону і дифенілкарбазиду утворюють фіолетово-синє забарвлення.

Аналогічний ефект із цим реактивом у нітратнокислом середовищі дають іони Hg^{2+} і CrO_4^{2-} , а в нейтральному – катіони Cu^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} і Co^{2+} .

Дослід. До 2–3 мл розчину солі Hg_2^{2+} додають 2–3 мл дифенілкарбазону. В присутності катіонів Hg_2^{2+} розчин забарвлюється в синій колір.

Аналіз суміші катіонів II аналітичної групи

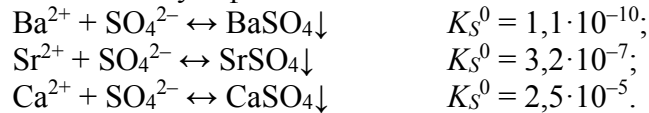
Практично немає жодного реактиву, яким можна було б відкривати той чи інший катіон II аналітичної групи у присутності інших катіонів. Тому для аналізу катіонів II аналітичної групи

РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ ІІІ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

Загальногрупові реакції.

Специфічних реакцій на окремі катіони ІІІ групи майже немає. Тому виявлення катіонів Ca^{2+} , Sr^{2+} та Ba^{2+} проводять загальноаналітичними реакціями. Одержані продукти реакцій подібні за зовнішнім виглядом і хімічними властивостями, але відрізняються розчинністю у воді та органічних розчинниках. На цьому ґрунтується їх відділення та наступне виявлення з розчинів.

1. Дія 1М розчину сульфатної кислоти. Катіони Ca^{2+} , Sr^{2+} та Ba^{2+} при дії розчину H_2SO_4 утворюють білі кристалічні осад сульфатів:

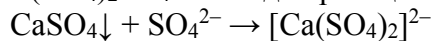


Розчинність осаду CaSO_4 досить велика, тому повного осадження катіонів Ca^{2+} не відбувається. Для зниження розчинності CaSO_4 до розчину додають етиловий спирт (або ацетон), який має меншу діелектричну проникність, ніж вода. Це призводить до зниження розчинності осадів усіх катіонів ІІІ аналітичної групи. При цьому досягається майже повне осадження катіонів Ca^{2+} . Крім катіонів ІІІ аналітичної групи H_2SO_4 утворює осад також із катіоном Pb^{2+} .

Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Ca^{2+} , Sr^{2+} та Ba^{2+} додають послідовно по 1–2 мл розчину 1М H_2SO_4 та по 3–5 крапель етилового спирту. Зазначте колір осадів, що утворилися, та поясніть, чому сульфати катіонів ІІІ групи осаджуються по-різному.

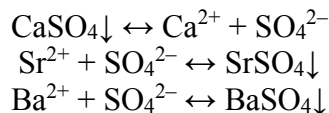
Досліджують відношення осадів до дії розчинів мінеральної та ацетатної кислот. Напишіть рівняння реакцій. Укажіть колір утворених осадів.

Сульфати катіонів Ca^{2+} , Sr^{2+} та Ba^{2+} не розчиняються в кислотах і лугах. CaSO_4 розчиняється в концентрованих розчинах $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ внаслідок реакції комплексоутворення:



Цією реакцією відокремлюють катіони Ca^{2+} у систематичному ході аналізу.

2. Дія гіпсової води (насичений розчин CaSO_4) Гіпсова вода осаджує катіони Sr^{2+} і Ba^{2+} у вигляді відповідних сульфатів:

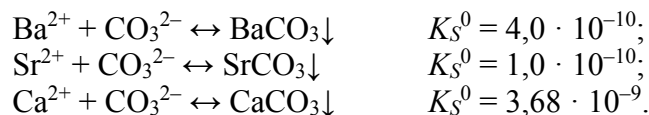


Оскільки добуток розчинності (ДР) BaSO_4 малий, то осад утворюється швидко. Завдяки високому значенню ДР осад SrSO_4 утворюється повільно при нагріванні. Катіони Ca^{2+} гіпсовою водою не осаджуються, через високу розчинність CaSO_4 ($S_{\text{CaSO}_4} = 5 \cdot 10^{-3}$ моль/л) концентрація SO_4^{2-} -іонів у насиченому розчині і CaSO_4 є недостатньою, щоб перевищити величину ДР CaSO_4 . Реакція використовується для визначення катіонів Sr^{2+} за відсутності катіонів Ba^{2+} .

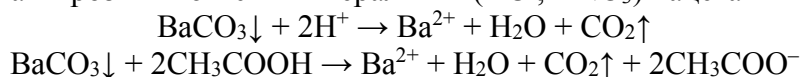
Дослід. До 1–2 мл розчину солей Ca^{2+} , Sr^{2+} і Ba^{2+} додають по 2–3 мл гіпсової води. Пробірки нагрівають на водяній бані до утворення осадів. Зверніть увагу на швидкість утворення осадів та їх кількість. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

Досліджують відношення осадів до дії розчинів мінеральної та ацетатної кислот.

3. Дія карбонатів Катіони Ca^{2+} , Sr^{2+} і Ba^{2+} осаджуються CO_3^{2-} -іонами у вигляді білих кристалічних осадів:



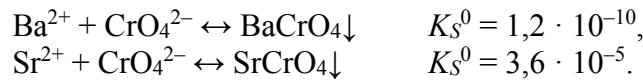
Осади карбонатів розчиняються в мінеральних (HCl , HNO_3) і ацетатній кислотах:



Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Ca^{2+} , Sr^{2+} і Ba^{2+} додають 1–2 мл розчину Na_2CO_3 . Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

Досліджують відношення осадів до дії розчинів мінеральної та ацетатної кислот.

4. Дія хроматів Катіони Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} з CrO_4^{2-} -іонами утворюють жовті осад:

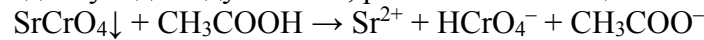


Кальцію хромат порівняно добре розчиняється у воді ($S_{\text{CaCrO}_4} = 2,7 \cdot 10^{-2}$ моль/л).

Осади BaCrO_4 і SrCrO_4 розчинні в сильних кислотах (HCl):



Осад SrCrO_4 , на відміну від осаду BaCrO_4 , розчиняється в ацетатній кислоті:

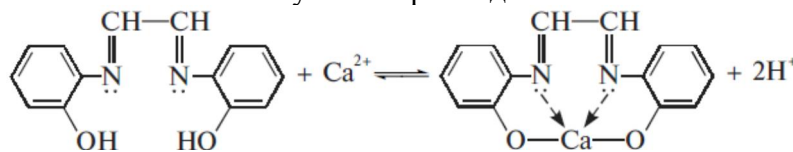


Ці властивості використовують для видалення і визначення катіонів Ba^{2+} у присутності Sr^{2+} і Ca^{2+} . В ацетатній кислоті при дії розчину K_2CrO_4 на суміш катіонів III аналітичної групи утворюється лише осад BaCrO_4 .

Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} додають по 1–2 мл розчину K_2CrO_4 . Зазначте колір осадів, що утворилися.

Досліджують відношення осадів до дії розчинів мінеральної та ацетатної кислот. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

5. *Дія гліоксальгідроксіанілу Катіони III аналітичної групи з гліоксальгідроксіанілом утворюють внутрішньокмлексні сполуки. Наприклад:

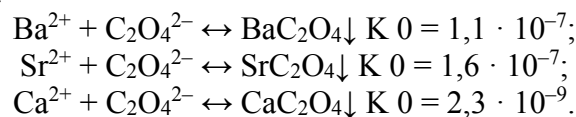


Реакцію проводять у лужному середовищі, щоб зрушити рівновагу праворуч. Комплекс екстрагують хлороформом, при цьому безбарвний органічний шар стає темно-червоним.

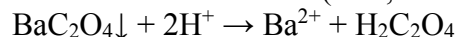
Цю реакцію використовують для визначення катіонів Ca^{2+} у присутності Ba^{2+} і Sr^{2+} . Щоб уникнути впливу катіонів Ba^{2+} і Sr^{2+} , у розчин, що аналізують, додають Na_2CO_3 для осадження BaCO_3 , SrCO_3 , CaCO_3 . Але концентрація Ca^{2+} у насиченому розчині CaCO_3 достатня, щоб утворилась комплексна сполука з гліоксальгідроксіанілом, оскільки розчинність CaCO_3 найвища, а рівноважні концентрації катіонів Ba^{2+} і Sr^{2+} занадто малі і їх комплексні сполуки з гліоксальгідроксіанілом у цих умовах не утворюються.

Дослід. До 1 мл розчину солі Ca^{2+} додають 0,5 мл спиртового розчину гліоксальгідроксіанілу, 0,2 мл розведеного розчину NaOH і 0,2 мл розчину Na_2CO_3 . Суміш струшують з 1 або 2 мл хлороформу і додають 1–2 мл води; хлороформний шар набуває червоного забарвлення. Зазначте колір осадів, що утворилися. Напишіть рівняння реакцій.

6. *Дія оксалатів Катіони III аналітичної групи осаджуються $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ -іонами з утворенням білих кристалічних осадів:



Осади розчиняються в розчинах сильних кислот (HCl, HNO_3):

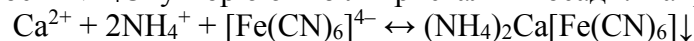


але не розчиняються в розведеній ацетатній кислоті.

Ці властивості використовують для виявлення катіонів Ca^{2+} у систематичному ході аналізу. Виявленню заважають катіони Ba^{2+} і Sr^{2+} . ДФУ використовує цю реакцію для визначення граничного вмісту домішок катіонів Ca^{2+} у препаратах.

Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} додають по 1–2 мл розчину $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір утворених осадів. Перевірте розчинність осадів у хлоридній і ацетатній кислотах. Напишіть рівняння реакцій.

7. *Дія розчину калій гексаціаноферату (II) Катіони III аналітичної групи з розчином $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ у присутності NH_4Cl утворюють білі кристалічні осади. Наприклад:



Осади $(\text{NH}_4)_2\text{Ca}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $(\text{NH}_4)_2\text{Sr}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $(\text{NH}_4)_2\text{Ba}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ розчиняються в сильних кислотах (HCl тощо), але $(\text{NH}_4)_2\text{Ca}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, на відміну від $(\text{NH}_4)_2\text{Ba}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ та $(\text{NH}_4)_2\text{Sr}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, не розчиняється в CH_3COOH .

Дана реакція служить для визначення катіонів Ca^{2+} у присутності Sr^{2+} і Ba^{2+} .

Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} додають по 1–2 мл розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, 0,5–1 мл розчину NH_4Cl і нагрійте до кипіння. Через деякий час випадає осад. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

Катіони Ba^{2+} при високій концентрації з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ також утворюють аналогічний осад. Катіони інших аналітичних груп (за винятком першої) також утворюють осад з цим реактивом.

8. *Реакція забарвлення полум'я Солі Ca^{2+} , Sr^{2+} і Ba^{2+} забарвлюють полум'я в цегляно-червоний, карміново-червоний і жовто-зелений колір відповідно.

Дослід. Очищеною (прожарити в полум'ї пальника, змочити у хлоридній кислоті і знову прожарити до повного зникнення забарвлення) розжареною ніхромовою петлею підхоплюють летку сіль відповідного катіону і вносять у безбарвне полум'я газового пальника. Відмічають колір полум'я. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

9. Мікрокристалоскопічна реакція катіона Ca^{2+} Катіони Ca^{2+} з розчином H_2SO_4 утворюють характерні кристали гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Під мікроскопом ці кристали різко відрізняються від дрібних кристалів SrSO_4 і BaSO_4 . Ця реакція дозволяє виявити катіони Ca^{2+} у присутності катіонів Sr^{2+} та Ba^{2+} .

Дослід. На предметне скло наносять краплю розчину солі Ca^{2+} , додають 1 краплю розчину 1М H_2SO_4 , упарюють на водяній бані до появи кромки по краях мл і розглядають її під мікроскопом. Зазначте колір та форму кристалів, що утворилися. Напишіть рівняння реакцій. Зазначте колір осадів, що утворилися.

СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ КАТІОНІВ ІІІ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

1. Попередні випробування та спостереження. Проба, яку аналізують, може бути сухою (у вигляді основ, солей, та суміші солей) або у вигляді розчину. Її уважно розглядають і описують зовнішній вигляд (колір, форма кристалів, запах тощо). У випадку аналізу сухої проби випробують її розчинність у воді. В отриманому або у вихідному розчині визначають рН середовища за допомогою індикаторного паперу.

Проводять реакцію забарвлення полум'я. Очищеною і розжареною ніхромовою петлею підхоплюють частину проби і вносять у безбарвну частину полум'я газового пальника. Якщо проба у вигляді розчину, його попередньо випаровують досуха.

2. Дія групового реагенту До 30–40 мл досліджуваного розчину додають послідовно по 10–15 мл розчину 1 М сульфатної кислоти та етилового спирту і перемішують.

Суміш нагрівають на водяній бані, охолоджують і фільтрують. Перевіряють повноту осадження. Після досягнення повноти осадження фільтрат відкидають, осад промивають дистильованою водою, до якої додають декілька мл H_2SO_4 .

3. Переведення сульфатів в карбонати Осад сульфатів, який одержано п.2, поміщають у фарфорову чашку і додають 15–20 мл насиченого розчину Na_2CO_3 та нагрівають на киплячій водяній бані протягом 10–15 хв при безперервному перемішуванні.

Охолоджену суміш переносять у пробірку і фільтрують. Фільтрат відкидають. Цю операцію повторюють не менше трьох разів.

Для контролю повноти перетворення сульфатів у карбонати до невеликої частини осаду додають декілька мл 2М розчину HCl . Розчинення осаду вказує на повне перетворення сульфатів катіонів ІІІ аналітичної групи в карбонати. Осад карбонатів промивають холодною дистильованою водою та фільтрують. Фільтрат відкидають.

4. Розчинення осаду карбонатів Осад, одержаний згідно п.3, розчиняють у 1,5–2,0 мл 2М розчину CH_3COOH при нагріванні на водяній бані.

5. Виявлення і відокремлення катіонів Ba^{2+} До 1–2 мл розчину, одержаного за п.4, додають 1–2 мл розчину K_2CrO_4 . Утворення жовтого осаду свідчить на присутність катіонів Ba^{2+} . Катіони Ca^{2+} і Sr^{2+} залишаються в розчині. Осад відокремлюють фільтруванням і відкидають. Фільтрат залишають для виявлення в ньому катіонів Ca^{2+} і Sr^{2+} .

6. Виявлення і відокремлення катіонів Sr^{2+} До 1–2 мл фільтрату, одержаного згідно п.5, додають 1–2 мл гіпсової води, нагрівають на водяній бані до 70°C протягом 1–2 хв і залишають на 20 хвилин. Поява білої каламуті вказує на присутність катіонів Sr^{2+} .

СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ СУМІШІ КАТІОНІВ І–ІІІ АНАЛІТИЧНИХ ГРУП**Аналіз розчину без осаду**

1. Попередні спостереження та дослідження (Див. с. 35).

2. Виявлення катіонів NH_4^+ в окремій пробі NH_4^+ -катіони виявляють дією надлишку 2М розчину NaOH або KOH при нагріванні.

3. Виявлення катіонів K^+ До 1–2 мл розчину, що аналізують, додають 1 мл 2М розчину Na_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення NH_3 (якщо присутні катіони NH_4^+). Осад оксидів, карбонатів, основних солей катіонів II та III груп відокремлюють фільтруванням. Фільтрат нейтралізують CH_3COOH до нейтрального середовища (проба на лакмус), концентрують упарюванням і виявляють катіони K^+ реакціями з $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ та $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

4. Виявлення катіонів Na^+ До 1–2 мл розчину, що аналізують, додають 1 мл 2М розчину K_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення NH_3 (якщо присутні іони NH_4^+). Осад оксидів основних солей та карбонатів катіонів II та III груп відокремлюють фільтруванням. Фільтрат нейтралізують CH_3COOH до нейтрального середовища (проба на лакмус), концентрують упарюванням і виявляють катіони Na^+ реакціями з $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ та $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$.

5. Проба на присутність у розчині катіонів II аналітичної групи До 1–2 мл розчину, що аналізують, додають 5–6 мл 2М розчину HCl . Утворення білого осаду або помутніння розчину свідчать про присутність у суміші катіонів II аналітичної групи.

6. Відокремлення катіонів II аналітичної групи До 2–3 мл розчину, що аналізують, додають 5–6 мл концентрованої HCl , перемішують склянкою паличкою, фільтрують та перевіряють повноту осадження.

Осад промивають дистильованою водою, яку підкислюють 2М розчином HCl . В осаді – хлориди катіонів II групи, у фільтраті – катіони I і III аналітичних груп та катіони Pb^{2+} , які не повністю осаджуються HCl . Осад хлоридів катіонів II аналітичної групи аналізують згідно систематичного ходу аналізу.

7. Проба на присутність у розчині катіонів III аналітичної групи До 1–2 мл фільтрату, одержаного за п.6, додають по 3–5 мл етилового спирту і 1М розчин H_2SO_4 та перемішують. Суміш нагрівають на водяній бані. Утворення осаду свідчить про присутність катіонів III аналітичної групи.

8. Відокремлення катіонів III аналітичної групи До фільтрату, одержаного п.6, додають по 20–25 мл етилового спирту та 1М розчин H_2SO_4 та перемішують. Суміш нагрівають на водяній бані протягом 5 хв, центрифугують і перевіряють повноту осадження.

9. Відокремлення PbSO_4 Осад, одержаний п.8, обробляють при нагріванні на водяній бані 1 мл 30 %-вого розчину $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, фільтрують і промивають дистильованою водою до негативної реакції на Pb^{2+} -іони.

Осад сульфатів катіонів III групи аналізують згідно систематичного ходу аналізу суміші катіонів III аналітичної групи.

Аналіз розчину з осадом

1. Попередні спостереження і випробування, визначення катіонів дробним методом виконують так, як при аналізі розчину без осаду.

2. Визначення катіонів NH_4^+ дробним методом у досліджуваній суміші В окремих порціях досліджуваної суміші характерною реакцією з розчином NaOH або KOH визначають катіони NH_4^+ .

3. Виявлення катіонів K^+ До 1–2 мл суміші, що аналізують, додають 4–5 мл 2М розчину Na_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення NH_3 (якщо присутні іони NH_4^+). Осад відділяють фільтруванням. Фільтрат нейтралізують розчином CH_3COOH до нейтрального середовища (проба на лакмус), концентрують упарюванням, охолоджують і визначають катіони K^+ реакціями з $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ та $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

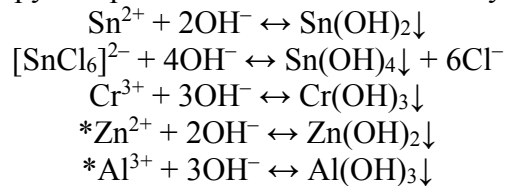
4. Виявлення катіонів Na^+ До 1–2 мл суміші, що аналізують, додають 1 мл 2М розчину K_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення NH_3 (якщо присутні іони NH_4^+). Утворений осад відокремлюють фільтруванням. Фільтрат нейтралізують ацетатною кислотою до

РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ IV АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

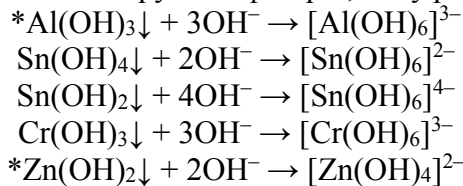
Загальногрупові реакції.

Дія групового реагенту (надлишок 6М розчину NaOH і 3 %-вого розчину H₂O₂)

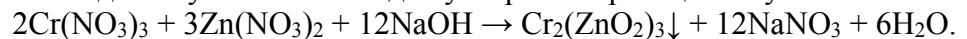
Катіони IV аналітичної групи з розчинами NaOH або KOH утворюють осаді гідроксидів:



Гідроксиди катіонів IV аналітичної групи амфотерні, тому розчиняються в надлишку луку:



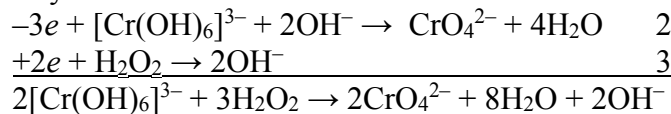
Хром (III) гідроксид в присутності катіонів Zn²⁺ (а також у присутності деяких катіонів інших груп) не розчиняється в надлишку NaOH внаслідок утворення хром цинкату:



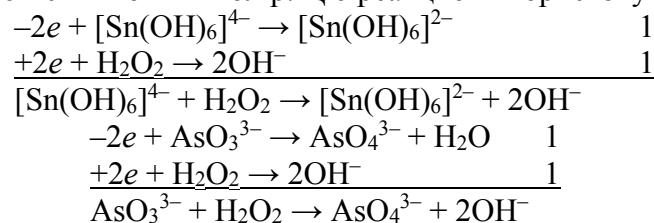
Це явище має назву співосадження і може бути використане в аналізі.

Арсен виявляє неметалічні властивості, тому в розчинах кислот і лугів він переважно перебуває у вигляді аніонів: AsO₃³⁻ та AsO₄³⁻.

Гідроген пероксид, як складова групового реагенту, окиснює гідроксо- та оксо-аніони, що утворилися, до вищих ступенів окиснення:

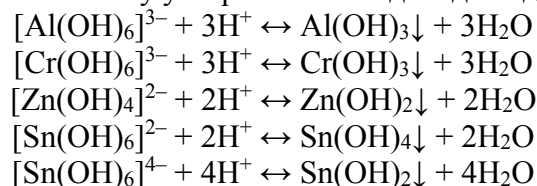


Розчин забарвлюється в жовтий колір. Цю реакцію використовують для визначення Cr³⁺.

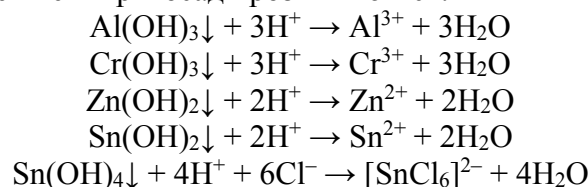


Дослід. До 1–2 мл розчинів солей катіонів IV аналітичної групи додають по краплям розчин NaOH при постійному збобтуванні розчину. Зазначте колір осадів, що утворилися. Напишіть рівняння реакцій, відмітьте колір осадів. Досліджують відношення осадів до дії надлишку розчинів NaOH та мінеральної кислоти.

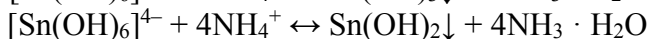
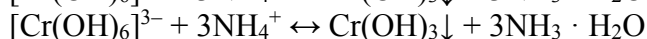
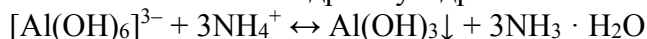
Властивості розчинів іонів [Al(OH)₆]³⁻, [Cr(OH)₆]³⁻, [Zn(OH)₄]²⁻, [Sn(OH)₆]⁴⁻, [Sn(OH)₆]²⁻
Гідроксо-аніони катіонів IV аналітичної групи стійкі в сильнолужному середовищі. При зниженні рН розчинів або при нагріванні спочатку утворюються осаді відповідних гідроксидів:



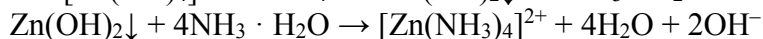
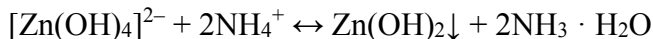
При подальшому зменшенні рН осаді розчиняються:



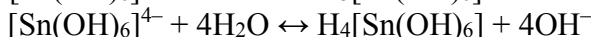
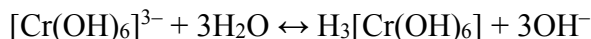
Додавання концентрованого розчину NH_4Cl призводить до утворення осадів відповідних гідроксидів за рахунок взаємного посилення гідролізу гідроксо-аніонів та іону NH_4^+ :



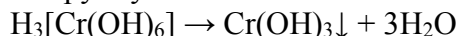
Взаємодія NH_4Cl з $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ не призводить до утворення осаду $\text{Zn}(\text{OH})_2$, оскільки останній розчиняється в розчинах солей NH_4^+ :



На відміну від інших гідроксо-аніонів, $[\text{Cr}(\text{OH})_6]^{3-}$ і $[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{4-}$ при кип'ятінні необоротно гідролізують:



Одержані кислоти нестійкі та руйнуються:



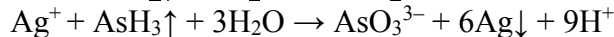
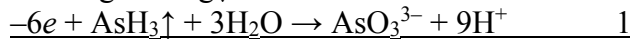
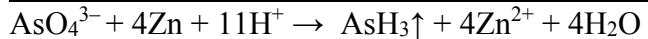
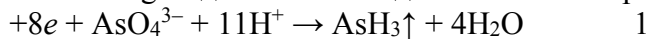
Дослід. До 1–2 мл солей Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , $\text{Sn}(\text{IV})$ додають надлишок розчину NaOH до розчинення осадів гідроксидів.

Отримані розчини розділяють на три частини: одну – нагрівають, до другої – додають твердого NH_4Cl і нагрівають, до третьої – додають краплями розчин HCl . Зазначте аналітичні ефекти. Зазначте колір осадів, що утворилися. Напишіть рівняння реакцій,

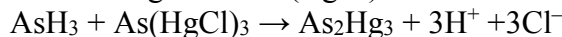
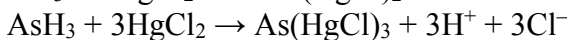
Реакції сполук арсену

1. *Відновлення $\text{As}(\text{III})$ і $\text{As}(\text{V})$ до AsH_3 Малі кількості арсену визначають у кислому середовищі, відновленням сполук $\text{As}(\text{III})$ і $\text{As}(\text{V})$ металічним цинком до арсину AsH_3 .

Почорніння фільтрувального паперу, змоченого розчином AgNO_3 , свідчить про присутність AsH_3 . При цьому катіони Ag^+ відновлюються до металічного срібла:

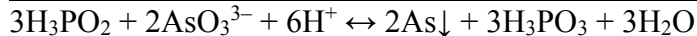
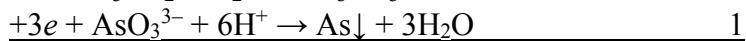


Визначити AsH_3 можна за допомогою паперу, змоченого розчином HgCl_2 , при цьому, залежно від кількості As , утворюються продукти помаранчевого та жовтого кольору:



Дослід. У пробірку поміщають гранулу металічного цинку, додають 10–15 мл 2М розчину HCl , 5 мл розчину натрію триоксоарсенату (III) Na_3AsO_3 . Пробірку закривають сухою смужкою фільтрувального паперу просоченого розчином HgCl_2 . Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

2. *Відновлення сполук $\text{As}(\text{III})$ і $\text{As}(\text{V})$ до As^0 Сполуки арсену в середовищі HCl при нагріванні відновлюються розчином SnCl_2 , H_3PO_2 та її солями (наприклад, NaH_2PO_2):



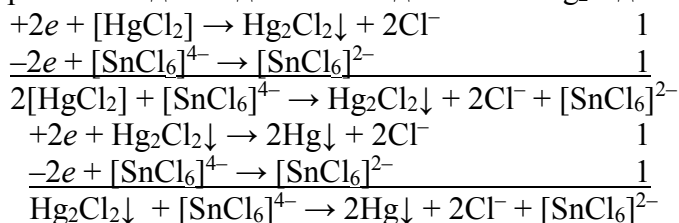
Катіони $\text{As}(\text{III})$ і $\text{As}(\text{V})$ виявляють за чорним осадом або при забарвленні розчину в коричневий колір. У разі виявлення домішок арсену до розчину додають діетиловий етер. На межі розподілу фаз спостерігають буру плівку.

Дослід. До 0,3 мл розчину, що містить сполуки As(III), додають 0,5 мл розчину HCl і 0,1 мл розчину Na₂S. Утворюється жовтий осад, який нерозчинний у концентрованій HCl і розчинний у розчині аміаку. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

До 0,3 мл розчину, що містить сполуки As(V), додають по 1 мл розчину NH₄Cl, розчину аміаку і 1 мл розчину MgSO₄. Утворюється білий кристалічний осад, розчинний у розведеній HCl (відмінність від арсенітів). Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

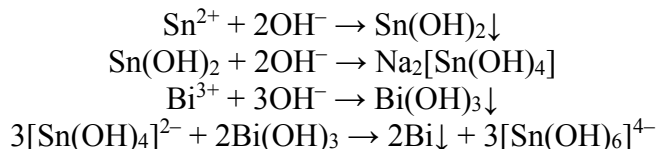
Реакція на катіон Sn²⁺

1. Дія меркурій(II) хлориду Катіони Sn²⁺ відновлюють катіони Hg²⁺ до Hg₂²⁺ (білий осад Hg₂Cl₂), осад швидко чорніє внаслідок подальшого відновлення Hg₂²⁺ до металічної ртуті:



Дослід. До 1–2 мл розчину солі Sn²⁺ додають 1–2 мл розчину солі Hg²⁺. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

2. Дія солей бісмуту Окиснення катіонів Sn²⁺ проводять солями Bi³⁺, який відновлюється до вільного металу:



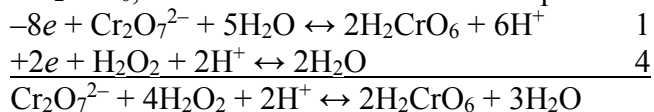
Катіони IV аналітичної групи не заважають виявленню Sn²⁺ цим способом. З катіонів інших груп відкриттю заважають катіони Sb³⁺, оскільки також відновлюють катіони Bi³⁺ з його солей.

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Sn²⁺ додають розчин NaOH до повного розчинення осаду і краплю розчину Bi(NO₃)₃. Випадає осад. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

Реакції на катіон Cr³⁺

Характерною і специфічною реакцією на катіони Cr³⁺ є реакція окиснення Cr³⁺ до CrO₄²⁻ і Cr₂O₇²⁻-іонів і далі до хром пероксиду або надхромових кислот. Окиснення хрому можна проводити як у кислому, так і в лужному середовищах.

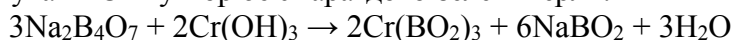
1. Утворення тетраоксопероксохроматної (VI) кислоти У кислому середовищі Cr₂O₇²⁻-іони перетворюються на H₂CrO₆, яка має інтенсивне синє забарвлення:



Тetraоксопероксохроматна (VI) кислота H₂CrO₆ у водних розчинах нестійка. Тому для підвищення стійкості її екстрагують органічними розчинниками, наприклад аміловим спиртом C₅H₁₁OH, етером тощо, з якими вона утворює комплексні сполуки [CrO(L)(O₂²⁻)₂], де ліганд L – молекула органічного розчинника.

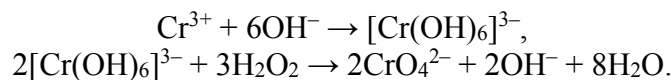
Дослід. До 1–2 мл розчину солі Cr³⁺ додають 1 мл 2М розчину NaOH, 2–3 мл 3 %-вого розчину H₂O₂ і нагрівають на водяній бані до зміни забарвлення розчину із зеленого на жовте. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

2. Утворення забарвлених перлин бури із солями Cr³⁺ Натрій тетраборат Na₂B₄O₇ · 10H₂O при сплавленні зі сполуками Cr³⁺ утворює смарагдово-зелені перли:

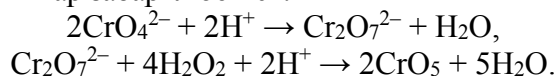


Дослід. Прожарюють вушко ніхромової дротинки до червоного кольору, доторкуються нею до твердого натрію тетраборату і прожарюють у полум'ї газового пальника, доки маса не перестане пінитися. Охолоджують одержану склоподібну масу, беруть небагато осаду Cr(OH)₃, знову прожарюють. Після охолодження зазначають колір перлини. Зазначте аналітичний ефект.

3. Окиснення в лужному середовищі проводять гідроген пероксидом:

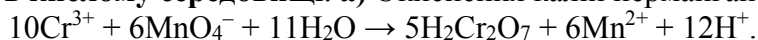


Дослід. До 1-2 мл розчину солі Cr^{3+} додають невеликий надлишок луку, 3-5 мл H_2O_2 і нагрівають 2-3 хв. до кипіння. Розчин набуває забарвлення (колір аніону CrO_4^{2-}). Після охолодження розчину до нього додають кілька мл суміші ефіру з ізоаміловим спиртом і розчин підкислюють HNO_3 . Суміш перемішують. Верхній шар забарвлюється:



Окиснення до CrO_5 можна проводити і без додавання суміші ефіру з ізоаміловим спиртом. При цьому після реакції окиснення розчин набуває синього забарвлення, яке швидко зникає, оскільки хром пероксид CrO_5 в кислих розчинах дуже нестійкий.

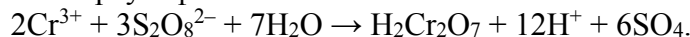
4. Окиснення в кислому середовищі. а) Окиснення калій перманганатом:



При надлишку MnO_4^- внаслідок його взаємодії з Mn^{2+} може утворитися бурий осад MnO_2 .

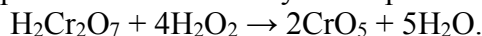
Дослід. До 0,5-1 мл розчину солі Cr^{3+} додають 1 мл розчину HNO_3 і кілька мл розчину KMnO_4 , пробірку із сумішшю нагрівають кілька хвилин на водяній бані до зміни забарвлення. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

б) Окиснення амоній персульфатом.



Дана методика окиснення Cr^{3+} до надхромових кислот застосовна при відкритті Cr^{3+} не лише із суміші катіонів IV аналітичної групи, але й усіх інших груп.

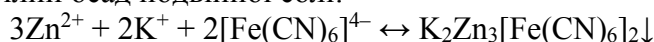
Дослід. До 2 мл розчину солі Cr^{3+} додають 2 мл розчину HNO_3 , краплю розчину AgNO_3 , 1 мл розчину амоній персульфату і нагрійте пробірку на водяній бані. Після нагрівання розчин набуває забарвлення внаслідок утворення аніона $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$. Після охолодження, до розчину додають кілька мл суміші ефіру з ізоаміловим спиртом і 1-2 мл H_2O_2 . Суміш перемішайте:



Зазначте аналітичний ефект.

Реакції на катіон Zn^{2+}

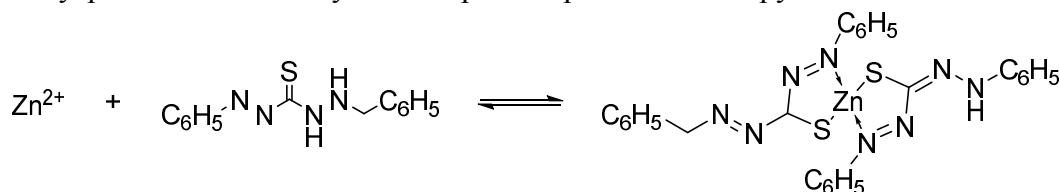
1. *Дія розчину калій гексаціаноферату(II) У слабокислому середовищі катіони Zn^{2+} з $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ утворюють білий осад подвійної солі:



Виявлення Zn^{2+} проводять у присутності Al^{3+} , які з цим реагентом осад не утворюють.

Дослід. До 1-2 мл солі Zn^{2+} додають 1 мл розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій. Досліджують розчинність одержаного осаду в розведеній HCl .

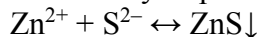
2. Дія дитизону (дифенілтіокарбазон) Дитизон утворює з катіонами Zn^{2+} у хлороформі або в CCl_4 внутрішньокомплексну сіль яскраво-червоного кольору:



Реакцію виконують в амоніачному буферному розчині. Ця реакція дозволяє виявляти катіони Zn^{2+} у присутності інших катіонів IV аналітичної групи.

Дослід. До 1-2 мл розчину солі Zn^{2+} додають 5 мл амоніачного буферного розчину і 5 мл розчину дитизону. Вміст пробірки перемішують струшуванням. Водний і органічний шари забарвлюються в яскраво-червоний колір. Зазначте аналітичний ефект.

3. *Дія сульфідів Катіони Zn^{2+} із S^{2-} -іонами утворюють білий драглистий осад:



Осад розчиняється в сильних кислотах (HCl), але не розчиняється в ацетатній кислоті.

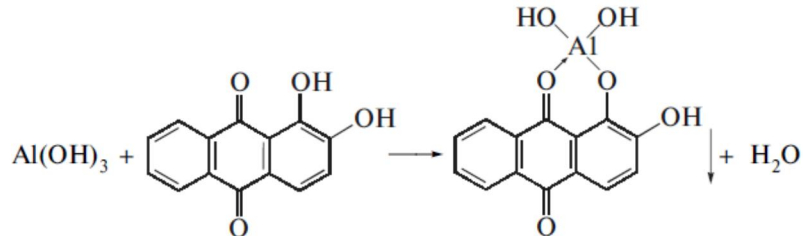
Катіон Sn^{2+} , як і Zn^{2+} , утворює осад сульфїду SnS . Тому визначення катіонів Zn^{2+} за цією реакцією проводять після відділення катіонів Sn^{2+} . Катіони Al^{3+} і Cr^{3+} при дії Na_2S внаслідок гідролізу утворюють осади гідроксидів. Щоб запобігти гідролізу, визначення катіонів Zn^{2+} проводять

в ацетатнокислому середовищі.

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Zn^{2+} додають 1 мл розчину Na_2S утворюється білий драглистий осад. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

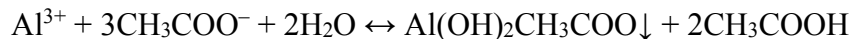
Реакції на катіон Al^{3+}

1. Дія алізарину (1,2-діоксіантрахінон) Алізарин у лужному середовищі утворює з Al^{3+} внутрішньокомплексну сіль яскраво-червоного кольору ("алюмінієвий лак"):



Дослід. До 1–2 мл розчину солі Al^{3+} додають 10 мл розчину амоніаку, 2 мл алізарину. При появі фіолетового забарвлення додають краплями розчин CH_3COOH до переходу фіолетового забарвлення в червоне. Зазначте аналітичний ефект.

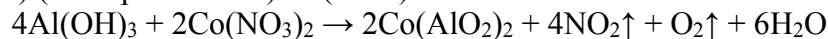
2. Дія розчину натрій ацетату Катіони Al^{3+} з CH_3COONa при нагріванні утворюють білий осад основної солі:



Реакціями 1, 2 виявляють катіони Al^{3+} після їх відокремлення від інших катіонів IV групи.

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Al^{3+} додають 1–2 мл розчину CH_3COONa і нагрівають на водяній бані. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

3. Дія кобальт(II) нітрату на солі Al^{3+} Реакцію виконують сухим методом. Сполуки Al^{3+} при прожарюванні з $Co(NO_3)_2$ забарвлюються в синій колір внаслідок утворення кобальт(II) діоксоалюмінату (III) ("тенарова синь") $Co(AlO_2)_2$:



Дослід. До 1–2 мл розчину солі Al^{3+} додають по краплям розчин амоніаку. Осад $Al(OH)_3$ відфільтровують, обережно висушують, змочують розведеним розчином $Co(NO_3)_2$, висушують і прожарюють у полум'ї газового пальника. Зазначте аналітичний ефект.

СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ СУМІШІ КАТІОНІВ IV АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

1. Попередні спостереження і випробування Пробу, яку аналізують, уважно розглядають і описують зовнішній вигляд (колір, форма кристалів, запах тощо). У випадку аналізу сухої проби випробують її розчинність у воді. В отриманому або у вихідному розчині визначають рН середовища за допомогою індикаторного паперу.

Проводять реакцію забарвлення полум'я. Очищеною і розжареною ніхромовою петлею підхоплюють частину проби і вносять у безбарвну частину полум'я газового пальника. Якщо проба у вигляді розчину, його попередньо випаровують досуха.

2. Виявлення $As(III)$ і $As(V)$ в окремій пробі

3. Дія групового реагенту У пробірку відбирають 20–25 мл вихідного розчину, додають краплями 6M розчин $NaOH$ до утворення осаду, а потім – до повного його розчинення. До цього розчину додають 5 мл 3 %-вого розчину H_2O_2 , перемішують і нагрівають на водяній бані до повного руйнування H_2O_2 (припинення виділення O_2). При цьому Cr^{3+} окиснюється до CrO_4^{2-} , розчин якого має жовте забарвлення. З окремих порцій отриманого розчину відкривають катіони IV аналітичної групи окремими реакціями.

4. Видалення катіонів $Al(III)$ - та $Sn(IV)$ у вигляді гідроксидів До розчину, який одержано п.3, додають декілька кристалів NH_4Cl і нагрівають. Осад, що містить $Al(OH)_3$ і $Sn(OH)_4$, відокремлюють фільтруванням і промивають дистильованою водою.

5. Розчинення осадів $Al(OH)_3$, $Sn(OH)_4$ у хлоридній кислоті Осад, який одержано п.4, розчиняють у 2M розчині HCl .

6. Відкриття катіонів Cr^{3+} . В окремих порціях розчину, одержаного за п.5, виявляють катіони Cr^{3+} . До невеликої порції розчину додайте кілька мл ефіру, 1-2 мл HNO_3 і розчин струсіть. При наявності у фільтраті катіонів Cr^{3+} після відстоювання розчину на його поверхню спливає

| | | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|--|
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

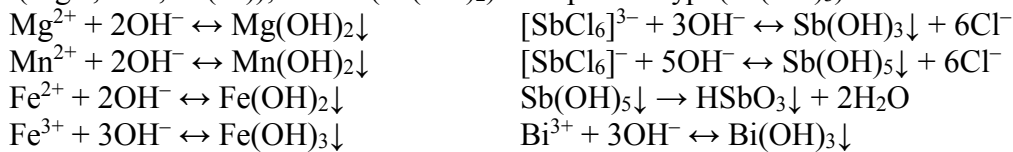
Висновок: .

Підпис викладача

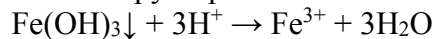
КАТІОНИ V АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

Загальногрупові реакції

1. Дія розчинів натрій або калій гідроксидів NaOH або KOH утворюють білі аморфні осаді гідроксидів (Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sb(III)); зелені ($Fe(OH)_2$) та червоно-бурі ($Fe(OH)_3$):



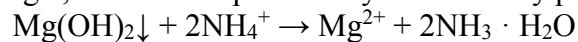
Гідроксиди катіонів V аналітичної групи розчиняються в кислотах:



Амфотерна природа Sb(III) і Sb(V) пояснює їх розчинення в надлишку лугів:



Гідроксиди катіонів Mg^{2+} , Mn^{2+} і Fe^{2+} розчинні у насиченому розчині NH_4Cl :

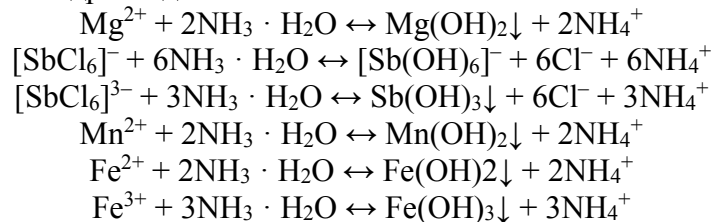


Дана реакція дозволяє відокремити катіони Mg^{2+} від інших катіонів V аналітичної групи.

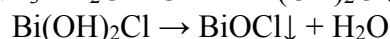
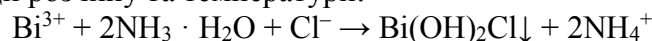
Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb(III), Sb(V), Bi^{3+} додають по 5–6 мл 2М розчину NaOH. Зазначте колір осадів, що утворилися. Напишіть рівняння реакції.

Кожний осад діляють на 3 частини і досліджують їх відношення до надлишку луку, мінеральної кислоти, насиченого розчину NH_4Cl .

2. Дія розчину амоніаку Катіони V аналітичної групи при дії на них розчину $NH_3 \cdot H_2O$ утворюють осаді відповідних гідроксидів:



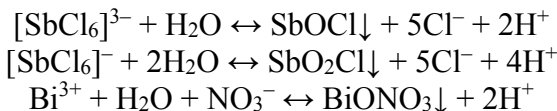
Катіони Bi^{3+} при дії $NH_3 \cdot H_2O$ утворюють білий осад основної солі, склад якої змінюється залежно від концентрації розчину та температури:



Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb(III), Sb(V), Bi^{3+} додають розчин $NH_3 \cdot H_2O$. Зазначте колір осадів, що утворилися. Напишіть рівняння реакції.

Досліджують відношення осадів до надлишку розчину $NH_3 \cdot H_2O$.

3. Гідроліз солей Sb(III), Sb(V) та Bi^{3+} Солі катіонів Bi^{3+} , Sb(III), Sb(V) гідролізують із утворенням білих осадів основних солей:

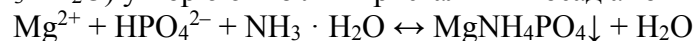


Усі осаді розчинні в кислотах.

Дослід. До 1–2 мл солей Sb(III), Sb(V) і Bi(III) додають 3–4 мл дистильованої води. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

Реакції на катіон Mg^{2+}

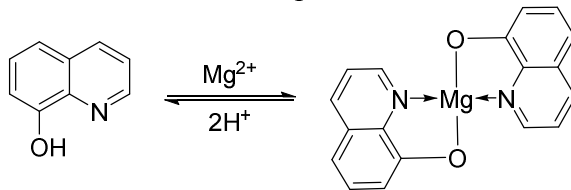
1. *Дія розчину натрій гідрогенфосфату Катіони Mg^{2+} з розчином Na_2HPO_4 у присутності буферного розчину ($NH_3 \cdot H_2O$) утворюють білий кристалічний осад амоніймагній фосфату:



Реакцію виконують з кислого розчину, поступово знижуючи кислотність додаванням розчину $NH_3 \cdot H_2O$. Щоб запобігти утворенню осадку $Mg(OH)_2$, до реакції додають сіль NH_4^+ . Проведенню реакції заважають катіони всіх аналітичних груп, окрім першої.

Дослід. До 0,5 мл розчину $MgCl_2$ додають 1 мл розчину NH_4Cl та 0,5 мл розчину Na_2HPO_4 . До розчину додають кілька мл $NH_3 \cdot H_2O$ (збовтуючи вміст пробірки після додавання кожної краплини) до появи осаду $MgNH_4PO_4$. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

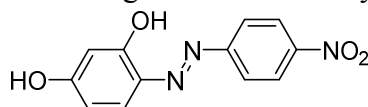
2. *Дія розчину 8-гідроксихіноліну¹ Mg^{2+} -катиони з 8-гідроксихіноліном в лужному середовищі (рН = 8–13) утворюють жовто-зелений кристалічний осад комплексної сполуки:



Виявленню заважають Co^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , які з реагентом утворюють осад. Чутливість реакції підвищують екстракцією солі розчином *n*-бутіламіну у хлороформі в присутності триетаноламіну (рН = 10,5–11,5). Спостерігають забарвлення органічного шару в жовто-зелений колір.

Дослід. До 1 мл розчину солі Mg^{2+} додають по дві мл NH_4OH і NH_4Cl і стільки ж спиртового розчину 8-гідроксихіноліну. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

3. Дія розчину магнезону Катіони Mg^{2+} з магнезоном утворюють забарвлену сполуку.

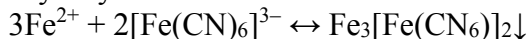


Реакції заважають іони, які утворюють у лужному середовищі осад, Ni^{2+} , Co^{2+} і Cd^{2+} , які, так само як і Mg^{2+} , утворюють із магнезоном забарвлені адсорбційні сполуки.

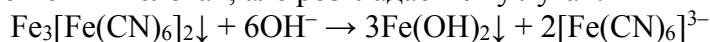
Дослід. До 0,5-1 мл 2н. розчину $NaOH$ додають 1 краплю розчину магнезону і кілька мл солі Mg^{2+} . В присутності Mg^{2+} осад або розчин забарвлюється.

Реакція на катіон Fe^{2+}

1. *Дія розчину калій гексаціаноферату(III) Катіони Fe^{2+} з розчином $K_3[Fe(CN)_6]$ утворюють осад синього кольору турбулєву синь:



Осад не розчиняється в кислотах, але розкладається у лугах:



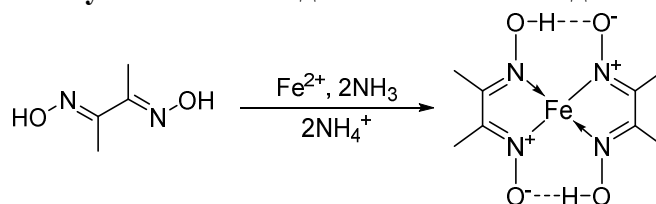
Реакцію проводять при рН ≈ 3 . Інші катіони, за цих умов, не заважають відкриттю Fe^{2+} .

Реакція специфічна на катіони Fe^{2+} і дозволяє виявити їх дробним методом.

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Fe^{2+} додають кілька мл розчину $K_3[Fe(CN)_6]$. Зазначте колір осаду, що утворився. Напишіть рівняння реакції.

Досліджують відношення осаду до дії мінеральної кислоти і лугу.

2. Дія диметилглюксиму Катіони Fe^{2+} з диметилглюксимом дають комплексну сполуку:



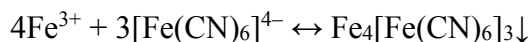
Виявленню Fe^{2+} заважають катіони Mn^{2+} (за умови великої концентрації), Ni^{2+} , (утворює яскраво-червоний осад) Cu^{2+} , Co^{2+} , Cr^{3+} .

Дослід. До 1 мл досліджуваного розчину додають краплю розчину диметилглюксиму і кілька мл розчину $NH_3 \cdot H_2O$. У присутності Fe^{2+} розчин забарвлюється.

Реакції на катіон Fe^{3+}

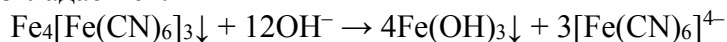
1. *Дія розчинів калій гексаціаноферату (II) Катіони Fe^{3+} з розчином $K_4[Fe(CN)_6]$ утворюють темно-синій осад берлінської лазурі.

¹ Згідно ДФУ, реакція з Na_2HPO_4 служить для ідентифікації катіонів Mg^{2+} у лікарських препаратах, а реакція з 8-гідроксихіноліном – для визначення на граничний вміст домішок Mg^{2+} у лікарських субстанціях.



Реакція Fe^{3+} з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ специфічна і дозволяє відкривати їх дробним методом. Реакцію проводять при $\text{pH} = 3$ (сильне підкислення, як надлишок реагенту розчиняє осад), оскільки інші катіони V аналітичної групи з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворюють осади. Але у середовищі HCl усі вони розчиняються. Ця реакція дозволяє відкривати катіон Fe^{3+} у присутності інших катіонів.

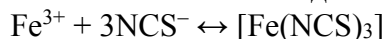
У лугах осад розкладається:



Дослід. До 1–2 мл розчину солі Fe^{3+} додають декілька мл розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Зазначте колір осаду, що утворився. Напишіть рівняння реакції.

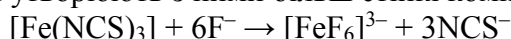
Досліджують відношення осаду до дії мінеральної кислоти і лугу.

2. *Дія тіоціонат-іонів² Катіони Fe^{3+} з NCS^- -іонами дають комплекси червоного кольору:



При надлишку NCS^- утворюються комплексні іони: $[\text{Fe}(\text{NCS})_4]^-$, $[\text{Fe}(\text{NCS})_5]^{2-}$, $[\text{Fe}(\text{NCS})_6]^{3-}$

Реакцію виконують у кислому середовищі при $\text{pH} = 2$. Виявленню катіонів Fe^{3+} з NCS^- -іонами заважають аніони, які утворюють з ними більш стійкі комплекси, наприклад:

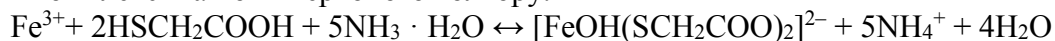


Цією реакцією Fe^{3+} можна виявити у присутності будь-яких катіонів.

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Fe^{3+} додають 1 краплю розчину NH_4NCS . Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

До забарвленого розчину додають кілька кристалів NaF . Зазначте ефект, що спостерігається.

3. *Дія розчину тіогліколевої кислоти³ Катіони Fe^{3+} з HSCH_2COOH у присутності амоніаку утворюють комплексні аніони червоного кольору:



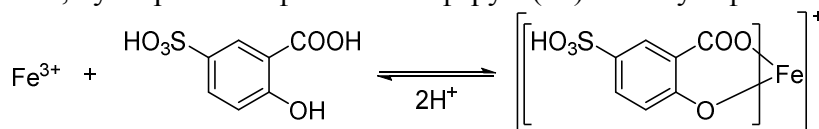
Катіони Fe^{2+} окиснюються киснем до Fe^{3+} і утворюють забарвлені комплексні аніони.

Реакції заважають катіони Co^{2+} , Bi^{3+} , Ag^+ , Hg^{2+} , які з тіогліколевою кислотою утворюють забарвлені комплекси. Для їх маскування, реакцію проводять у присутності цитратної кислоти, яка утворює більш стійкі комплекси. Деякі катіони (Zn^{2+} , Cu^{2+}) послаблюють забарвлення, тому беруть надлишок реагенту. Заважають реакції NO_2^- -іонів, що руйнують реагент.

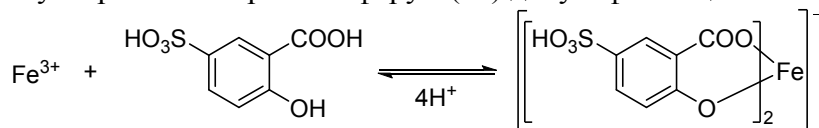
Реакції, які характерні для Fe^{3+} і Fe^{2+}

Дія розчину сульфосаліцилової кислоти Катіони Fe^{3+} і Fe^{2+} , залежно від pH розчину, утворюють з сульфосаліциловою кислотою забарвлені комплекси.

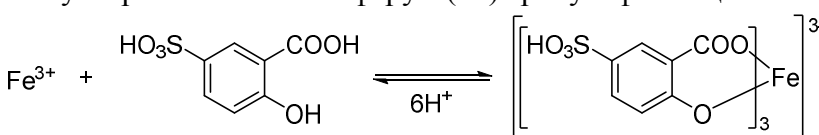
При $\text{pH} = 1,8 \dots 2,5$ утворюється фіолетовий ферум (III) моносульфосаліцилат:



При $\text{pH} = 4 \dots 8$ утворюється червоний ферум (III) дисульфосаліцилат:



При $\text{pH} = 8 \dots 11$ утворюється жовтий ферум (III) трисульфосаліцилат:



² Утворення осаду берлінської лазури та забарвлених комплексів катіонів Fe^{3+} з NCS^- -іонами ДФУ використовує для ідентифікації катіонів Fe^{3+} у лікарських препаратах.

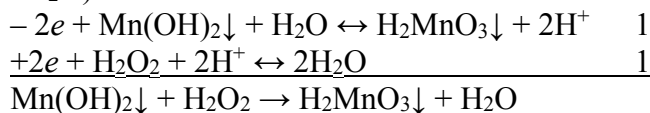
³ДФУ реакцію Fe^{3+} з HSCH_2COOH використовує для визначення граничного вмісту домішок Fe^{3+} у лікарських субстанціях.

Проведенню реакції не заважають як катіони V так і інших аналітичних груп. Так, як і у випадку реакції з SCN^- , аніони F^- , PO_4^{3-} , винна та щавлева кислота впливають на цю реакцію, оскільки вони руйнують ферро-саліциловий комплексний іон.

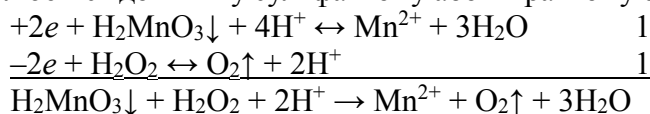
Дослід. До 1–2 мл розчину солі Fe^{3+} додають 2–3 мл сульфосаліцилової кислоти. Забарвлення розчину у фіолетовий колір свідчить про наявність катіонів Fe^{3+} . Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

Реакції на катіон Mn^{2+}

1. **Дія гідроген пероксиду** Катіони Mn^{2+} окиснюються H_2O_2 , з утворенням темно-бурого осаду H_2MnO_3 ($\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$).



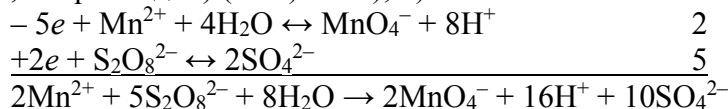
$\text{Mn}(\text{IV})$ -іон відновлюється до Mn^{2+} у сульфатному або нітратному середовищі при дії H_2O_2 :



Реакції заважають катіони Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Hg_2^{2+} , Hg^{2+} і Ag^+ , які з H_2O_2 утворюють чорні або забарвлені осад.

Дослід. До 1–2 розчину солі Mn^{2+} додають розчин луку і обережно кілька мл H_2O_2 . Осад набуває забарвлення через утворення MnO_2 .

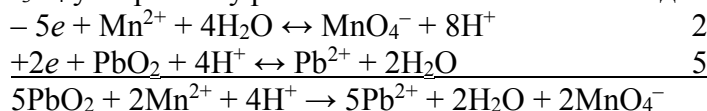
2. **Дія диамоній гексаоксопероксодисульфатом** Катіон Mn^{2+} сильними окисниками окиснюється до MnO_4^- , наприклад: а) $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$; б) PbO_2 :



Дослід. а) До 1 мл 2М розчину HNO_3 додають кілька мл розчину AgNO_3 , декілька кристалів $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ і нагрівають до 50–60 °С. У нагріту суміш додають за допомогою скляної палички 1 краплю розведеного розчину солі Mn^{2+} і перемішують. Зазначте аналітичний ефект.

Реакція перебігає при нагріванні і в присутності солей Ag^+ . Це реакція виявлення Mn^{2+} .

б) PbO_2 або Pb_3O_4 у нітратному розчині окиснює катіони Mn^{2+} до MnO_4^- (реакція Кruma):

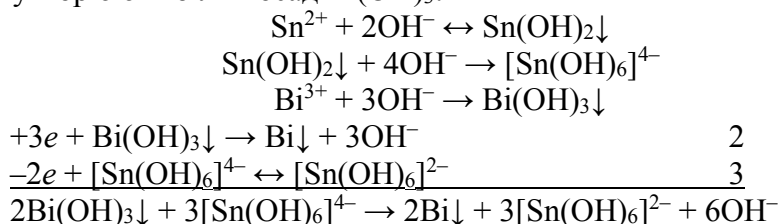


Реакція перебігає при кип'ятінні у присутності концентрованої HNO_3 .

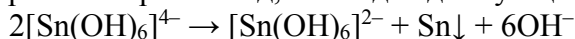
Дослід. У пробірку додають декілька кристалів PbO_2 або Pb_3O_4 , додають 4-5 мл 2М HNO_3 . Суміш кип'ятять 1-2 хв і в розчин вносять скляну паличку, змочену розчином солі Mn^{2+} . Після відстоювання рідина в забарвлюється у фіолетовий колір. Зазначте аналітичний ефект.

Реакції на катіон Bi^{3+}

1. **Дія натрій гексагідроксостаніту (II) (свіжоприготовлений)** При змішуванні розчинів Sn^{2+} та надлишку NaOH утворюються гексагідроксостаніт(II)-іони $[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{4-}$, які відновлюють катіони Bi^{3+} до металічного бісмуту. $[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{4-}$ -іони стійкі лише в лужних розчинах. Катіони Bi^{3+} за цих умов утворюють білий осад $\text{Bi}(\text{OH})_3$:



При виявленні катіонів Bi^{3+} слід уникати надлишку концентрованого луку і нагрівання, оскільки за цих умов може утворитися чорний осад, внаслідок дисмутації олова:

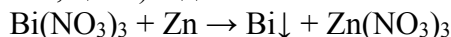


Інші катіони V аналітичної групи з $\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$ також утворюють осаді гідроксидів білого або буруватого кольору. Відкриттю катіонів Bi^{3+} заважає висока концентрація катіонів Fe^{3+} , оскільки утворюється темно-бурий осад $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

З катіонів інших груп визначенню Bi^{3+} заважають катіони Hg^{2+} та Ag^+ , які також відновлюються до простих речовин.

Дослід. До 1 мл розчину солі Sn^{2+} додають по краплинах 2М розчин NaOH до утворення осаду і його розчинення. До одержаного розчину додають 1–2 мл розчину солі Bi^{3+} . Утворюється чорний осад металічного вісмуту. Напишіть рівняння реакції.

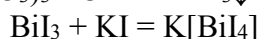
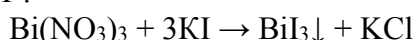
2. Дія металів Метали (залізо, цинк) відновлюють катіони Bi^{3+} до металічного вісмуту:



Реакцію проводять у слабкокислотному середовищі. Її проведенню заважають катіони (Ag^+ , Hg^{2+} , Sb^{3+} , Cu^{2+}), які також відновлюються до вільного металу.

Дослід. На очищену металічну пластину, наносять 1-2 мл підкисленого HCl розчину солі Bi^{3+} . Утворюється пляма металічного вісмуту. Зазначте аналітичний ефект.

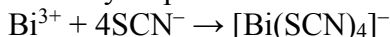
3. Дія калій йодиду Катіони Bi^{3+} з KI утворюють осад бісмут йодиду BiI_3 , який розчиняється у надлишку йодид-аніонів I^- :



Дослід. До 0,5 мл розчину солі Bi^{3+} додають при збовтуванні краплю розчину KI . Випадає осад BiI_3 . При додаванні надлишку KI осад розчиняється з утворенням комплексного тетраїодобісмутат-іона $[\text{BiI}_4]^-$. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

Серед катіонів V аналітичної групи відкриттю Bi^{3+} калій йодидом заважає Fe^{3+} , оскільки окиснює I^- до I_2 та забарвлює розчин у коричневий колір. Катіони Fe^{3+} видаляють відновленням Fe^{3+} до Fe^{2+} оксалатною кислотою. Серед катіонів інших груп, заважають Hg^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+} і Cu^{2+} .

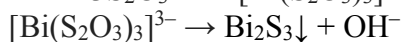
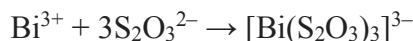
4. Дія тиоціонат-іонів Катіони Bi^{3+} утворюють з NCS^- -іонами комплексні сполуки:



Цій реакції заважають катіони Fe^{3+} , Cu^{2+} , Hg_2^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} .

Дослід. У пробірку вносять кристалик KSCN , підкислюють HCl і додають розчин солі Bi^{3+} . З'являється забарвлення. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

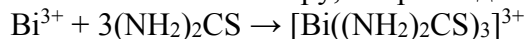
5. Дія натрій тіосульфату Катіони Bi^{3+} при нагріванні з $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ утворюють осад бісмут сульфїду Bi_2S_3 :



Заважають виявленню Bi^{3+} катіони Cu^{2+} , Hg^{2+} , які утворюють важкорозчинні сульфїди.

Дослід. До 1-2 мл розчину солі Bi^{3+} додають кілька кристалів $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Суміш нагрівають і кип'ятять 1-2 хв. Випадає коричневий осад Bi_2S_3 . Напишіть рівняння реакцій.

6. *Дія розчину тіосечовини $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$ Катіони Bi^{3+} з розчином тіосечовини утворюють комплекси різного складу жовто-лимонного кольору, наприклад:



Залежно від концентрації Bi^{3+} та тіосечовини в розчині присутні комплекси: $[\text{Bi}((\text{NH}_2)_2\text{CS})_2]^{3+}$, $[\text{Bi}((\text{NH}_2)_2\text{CS})_9]^{3+}$.

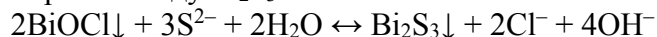
Дослід. До 1 мл розчину солі Bi^{3+} додають 0,5 мл розчину тіосечовини. Утворюється жовтувато-помаранчеве забарвлення або помаранчевий осад. Напишіть рівняння реакцій.

7. *Дія розчину натрій сульфїду Катіони Bi^{3+} з Na_2S утворюють коричневий осад Bi_2S_3 :



Bi_2S_3 не розчиняється в розбавлених кислотах, але розчиняється в концентрованій HNO_3 .

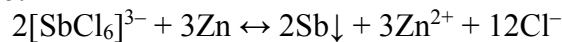
Якщо до осаду основної солі Bi^{3+} білого кольору додати розчин Na_2S , колір осаду зміниться на коричневий⁴ внаслідок утворення осаду Bi_2S_3 :



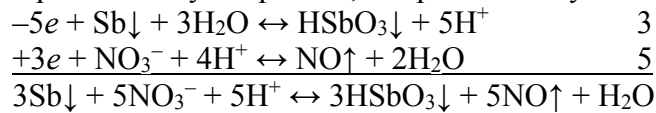
⁴ Реакції гідролізу солей Bi^{3+} з утворенням осаду основної солі та забарвлення осаду в коричневий додаванням Na_2S разом з реакцією утворення комплексів з тіосечовиною ДФУ використовує для ідентифікації Bi^{3+} у лікарських препаратах.

Реакції на катіони Sb(III) і Sb(V)

1. Дія металічного цинку Катіони Sb(III) і Sb(V) відновлюються цинком на нікелевій пластині до металічного стибію:

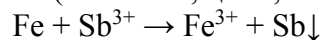


Нікелева пластина з цинком утворює гальванічну пару, в якій позитивним електродом є Ni, а негативним – Zn. Цинк віддає нікелю електрони, який передає їх іонам стибію, що відновлюються до металу, який не розчинний у хлоридній, але розчинний у HNO₃:



Дослід. На нікелеву пластину наносять 1–2 мл розчину солі Sb(III) або Sb(V) і додають гранулу цинку. Чорну пляму, яка утворилася, промивають дистильованою водою і досліджують її відношення до концентрованої HCl. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

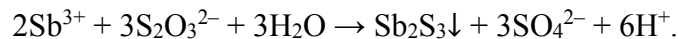
2. Дія активних металів Катіони Sb³⁺ відновлюються до металічної сурми металами, розміщеними у ряду напруг лівіше стибію (алюміній, цинк, залізо тощо):



Відкриттю катіонів Sb³⁺ заважають катіони Bi³⁺ і Hg²⁺, які дають аналогічний ефект.

Дослід. На добре очищену цинкову, алюмінієву або залізну пластину наносять краплю підкисленого 1М хлоридною кислотою розчину солі Sb³⁺. Через деякий час поверхня пластини під краплею стає чорною. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

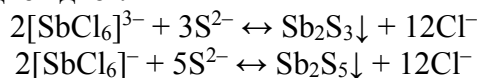
3. Дія натрій тіосульфату Катіони Sb³⁺ з Na₂S₂O₃ при нагріванні утворюють червоний осад стибій сульфіді Sb₂S₃:



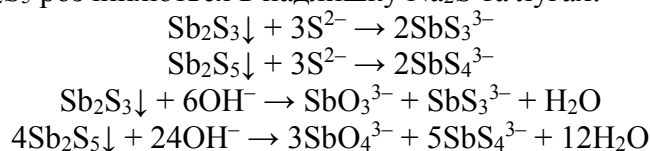
Відкриттю катіонів Sb³⁺ за цією реакцією заважають катіони Bi³⁺, Cu²⁺, Hg²⁺ тощо, які утворюють важкорозчинні сульфіді.

Дослід. До 1-2 мл розчину солі Sb³⁺ і додають кілька кристалів Na₂S₂O₃. Суміш нагрівають і кип'ятять 1-2 хв. Випадає осад Sb₂S₃. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

4.* Дія розчину натрій сульфіді Катіони Sb(III) і Sb(V) з S²⁻-іонами утворюють помаранчево-червоні осаді Sb₂S₃ та Sb₂S₅ відповідно⁵:



Осаді Sb₂S₃ та Sb₂S₅ розчиняються в надлишку Na₂S та лугах:



Дослід. До 2 мл розчину солі Sb³⁺ по краплинам додають розчин Na₂S. Утворений осад помаранчево-червоного кольору розчиняється при додаванні розведеного розчину NaOH.

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ V АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ ДРОБНИЙ ХІД АНАЛІЗУ

Катіони Fe²⁺ виявляють безпосередньо з досліджуваного розчину: а) K₃[Fe(CN)₆]; б) диметилглюксимом. Виявлення катіонів Fe³⁺ виявляють: а) KSCN; б) K₄[Fe(CN)₆].

1. Визначення катіона Fe³⁺ До 1–2 мл досліджуваного розчину додають 1 мл 2М розчину HCl і декілька мл розчину K₄[Fe(CN)₆].

2. Визначення катіона Fe²⁺ До 1 мл досліджуваного розчину додають декілька мл 2М розчин HCl і декілька мл розчину K₃[Fe(CN)₆].

3. Виявлення катіонів Mn²⁺ проводять: а) окисненням Mn²⁺ до MnO₄⁻; або б) Mn²⁺ до MnO₂.

4. Виявлення катіонів Bi³⁺ проводять з розчину: а) відновленням Bi³⁺ до металічного вісмуту

⁵ Утворення осадів Sb₂S₃ та Sb₂S₅ та їх подальше розчинення в лугах ДФУ використовує для ідентифікації стибію в лікарських препаратах.

свіжоприготованим розчином $\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$; б) відновленням Bi^{3+} до металічного вісмуту на пластинках шинку, алюмінію або заліза; в) KI .

Відкриття Mg^{2+} у присутності інших катіонів V аналітичної групи неможливе, оскільки всі реактиви, що дають із Mg^{2+} характерні осаді, з іншими катіонами також утворюють нерозчинні сполуки, які за зовнішнім виглядом схожі на осаді солей Mg^{2+} . Тому для відкриття катіонів Mg^{2+} необхідно виділити з розчину і відділити від інших катіонів. Також неможливе відкриття катіону Sb^{3+} у присутності Bi^{3+} . Тому катіони Sb^{3+} відкривають у ході систематичного аналізу.

СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ

1. Попередні спостереження і дослідження Пробу, яку аналізують, уважно розглядають і описують зовнішній вигляд (колір, форма кристалів, запах тощо). У випадку аналізу сухої проби випробують її розчинність у воді. В отриманому або у вихідному розчині визначають рН середовища за допомогою індикаторного паперу.

Проводять реакцію забарвлення полум'я. Очищеною і розжареною ніхромовою петлею підхоплюють частину проби і вносять у безбарвну частину полум'я газового пальника. Якщо проба у вигляді розчину, його попередньо випаровують досуха.

2. Виявлення катіонів дробним методом

2.1. Визначення катіона Fe^{3+} До 1–2 мл досліджуваного розчину додають 1 мл 2М розчину HCl і декілька мл розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

2.2. Визначення катіона Fe^{2+} До 1 мл досліджуваного розчину додають декілька мл 2М розчин HCl і декілька мл розчину $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

3. Відокремлення та визначення катіонів Sb^{3+} До 1–2 мл досліджуваної суміші (з осадом або без осаду) додають 15–20 мл 2М розчину HNO_3 , 10 мл 3 %-вого розчину H_2O_2 і нагрівають на водяній бані до повного розкладу H_2O_2 . Суміш фільтрують. У фільтраті – катіони V аналітичної групи, в осаді – HSbO_3 .

Осад, одержаний за п.3, розчиняють у 8–10 краплях концентрованої HCl . На нікелеву пластину наносять 1–2 мл одержаного розчину і додають до нього гранулу цинку.

4. Осадження гідроксидів катіонів V аналітичної групи До фільтрату, який одержано за п.3, додають 20–25 мл концентрованого розчину амоніаку, перемішують і обережно нагрівають. Осад, який містить гідроксиди та основні солі катіонів V аналітичної групи, відділяють фільтруванням. Фільтрат відкидають.

5. Відділення катіонів Mg^{2+} До осаду, одержаного за п.4, додають насичений розчин NH_4Cl , 5 мл 3 % розчину H_2O_2 і нагрівають. Суміш фільтрують. У фільтраті – катіони Mg^{2+} , в осаді – оксиди, гідроксиди та основні солі катіонів V аналітичної групи (крім Mg^{2+} , Sb(III) і Sb(V)).

5. Визначення катіонів Mg^{2+} До 1 мл фільтрату, який одержано за п.5, додають 1мл розчину Na_2HPO_4 , по 0,5 мл розчинів NH_4Cl і 2М розчину $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, суміш перемішують.

6. Відділення катіонів Mn^{2+} До осаду, одержаного за п.5, додають 1 мл 2М розчину HNO_3 . Суміш фільтрують. У фільтраті – Fe^{3+} , Bi^{3+} , в осаді – H_2MnO_3 ($\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$).

6.1. Розчинення осаду $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ Невелику частину осаду, одержаного за п.6, кілька разів промивають дистильованою водою до негативної реакції на Cl^- -іони. Потім до осаду додають 2–3 мл 2М розчину HNO_3 і 2–3 мл 3 %-вого розчину H_2O_2 , нагрівають на водяній бані до повного розкладу H_2O_2 .

6.2. Визначення катіонів Mn^{2+} Готують суміш для окиснення: до 1 мл 2М розчину HNO_3 по краплях додають розчин AgNO_3 і кілька кристалів $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$. Суміш перемішують, нагрівають до 50°C і вносять склянкою декілька мл розчину, який одержано за п.6.1.

7. Визначення катіонів Bi^{3+} У фільтраті, що одержано за п.6, катіони Bi^{3+} визначають дією розчину свіжоприготовленого $\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$.

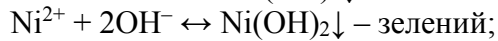
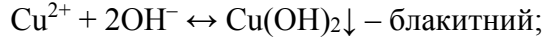
АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ V АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

| № операції | Досліджувана речовина | Реактив | Спостереження | Висновок | Можливий склад речовини | |
|----------------|-----------------------|---------|---------------|----------|-------------------------|------------|
| | | | | | Осад (О) | Розчин (Р) |
| Дробний аналіз | | | | | | |
| | | | | | | |

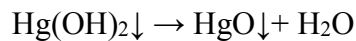
РЕАКЦІЇ КАТІОНІВ VI АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ**Загальногрупові реакції.**

Суміші, що містять сполуки Hg^{2+} , зливають у окрему тару.

1. Дія розчину натрію або калію гідроксиду Розчини NaOH або KOH з катіонами VI аналітичної групи утворюють забарвлені гідроксиди:



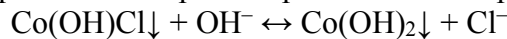
$Hg^{2+} + 2OH^- \leftrightarrow Hg(OH)_2\downarrow$ – білий, який швидко переходить у жовтий унаслідок розкладу $Hg(OH)_2$:



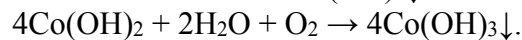
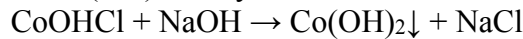
Катіони Co^{2+} утворюють з лугами осад основної солі, наприклад:



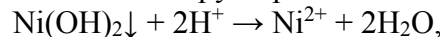
яка в надлишку лугу перетворюється в гідроксид рожевого кольору:



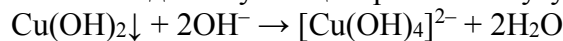
На повітрі основна сіль та $Co(OH)_2$ поступово окиснюється до кобальт(III) гідроксиду:



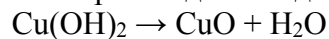
Усі гідроксиди катіонів VI аналітичної групи розчиняються в кислотах, наприклад:



а $Cu(OH)_2$ частково розчиняється в надлишку концентрованого лугу:



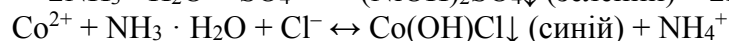
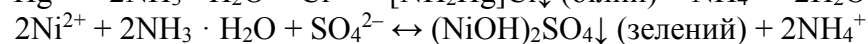
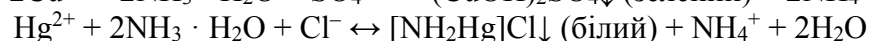
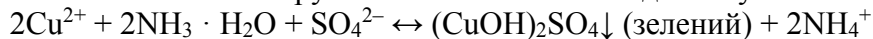
Купрум(II) гідроксид при нагріванні розкладається до купрум(II) оксиду:



Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} додають по 1 мл розчину NaOH. Ззначте аналітичний ефект. Пробірки з $Cu(OH)_2$ та $CoOHCl$ нагрійте. Напишіть рівняння реакцій.

Досліджують відношення одержаних осадів до надлишку розчинів NaOH і HCl.

2. Дія розчину амоніаку Водний розчин амоніаку, якщо його додати в невеликій кількості, утворює з катіонами VI аналітичної групи основні солі або амідосполуки.



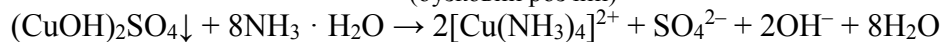
При додаванні надлишку розчину амоніаку основні солі і амідосполуки катіонів VI аналітичної групи розчиняються з утворенням амоніачних комплексів:



(помаранчевий розчин)



(бузковий розчин)



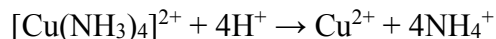
(синій розчин)



(безбарвний розчин)

Утворення меркурій(II) та кобальт аміакатів відбувається при додаванні NH_4Cl .

При дії кислот амоніачні комплекси катіонів VI аналітичної групи руйнуються:



Дослід. До 1 мл розчинів солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} додають 5–6 мл концентрованого розчину амоніаку, а потім його надлишок (у розчини солей Hg^{2+} і Co^{2+} додають кілька кристалів NH_4Cl). Ззначте аналітичний ефект. Порівняйте забарвлення розчинів комплексних солей із забарвленням осадів. Напишіть рівняння реакцій.

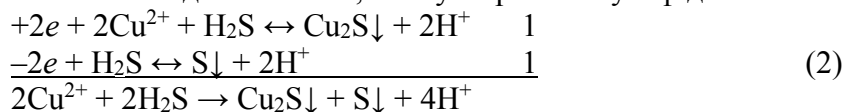
3. Дія натрій тіосульфату Катіони Cu^{2+} і Hg^{2+} з $Na_2S_2O_3$ у кислих розчинах при нагріванні утворюють осад сульфідів Cu(I) і Hg(II). Це обумовлено тим, що при гідролізі $S_2O_3^{2-}$ -іонів:



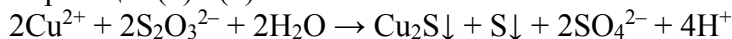
утворюється H_2S у кількості, достатній для утворення тільки Cu_2S і HgS , що зумовлено низьким значенням їх добутку розчинності на відміну від ДР NiS та CoS :

$$\text{ДР}_{\text{Cu}_2\text{S}} = 2,5 \cdot 10^{-48}, \quad \text{ДР}_{\text{HgS}} = 1,5 \cdot 10^{-52}, \quad \text{ДР}_{\text{NiS}} = 3,2 \cdot 10^{-19}, \quad \text{ДР}_{\text{CoS}} = 4,0 \cdot 10^{-21}.$$

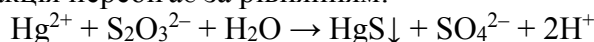
Гідроген сульфід відновлює Cu^{2+} -іони до Cu^+ -іонів, які і утворюють сульфід:



Сумарне рівняння реакцій (1) і (2):

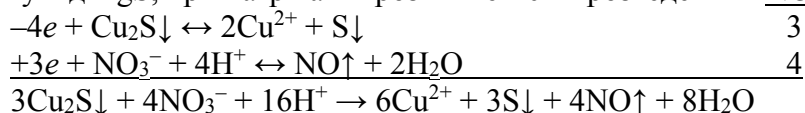


З катіонами Hg^{2+} реакція перебігає за рівнянням:



Дією $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ виділяють катіони Cu^{2+} і Hg^{2+} від інших катіонів VI аналітичної групи.

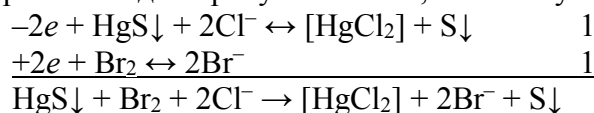
Cu_2S на відміну від HgS , при нагріванні розчиняється в розведеній HNO_3 :



За допомогою цієї реакції виділяють Cu_2S від HgS .

Якщо осадження Cu^{2+} проводиться з розчину катіонів усіх аналітичних груп, то осад буде містити HgS , PbS , Bi_2S_3 , Sb_2S_3 і SnS .

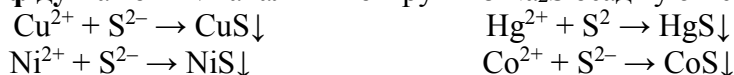
HgS розчиняється в бромній воді в присутності HCl , яка зв'язує катіони Hg^{2+} в комплекс:



Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} додають декілька кристалів $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ і нагрівають до 60–80 °С. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

Досліджують відношення осадів Cu_2S , HgS до розведеної HNO_3 при нагріванні; HgS до бромної води в присутності HCl при нагріванні.

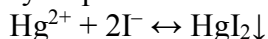
Дія натрій сульфід Катіони VI аналітичної групи із Na_2S осаджуються у вигляді сульфідів:



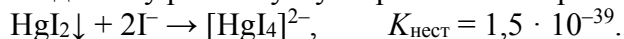
Дослід. До 1–2 мл розчинів солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} додають таку ж кількість розчину натрій сульфід. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій.

Реакції на катіони Hg^{2+}

1.* Дія розчину калію йодиду KI утворює з катіонами Hg^{2+} яскраво-оранжевий осад:



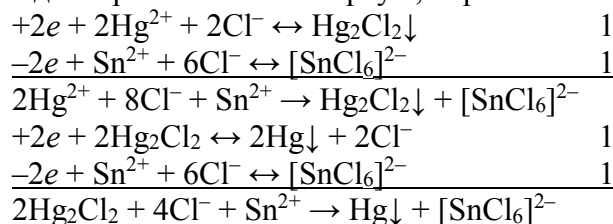
Осад розчиняється в надлишку реагенту з утворенням безбарвного аніону:



Дана реакція дозволяє виявляти Hg^{2+} у присутності катіонів усіх аналітичних груп. Заважають виявленню катіони Ag^+ і Pb^{2+} , які вилучають осадженням сумішшю KCl і K_2SO_4 .

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Hg^{2+} додають 1 мл розчину KI , а потім його надлишок. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакцій утворення осаду та його розчинення.

2. Дія розчину станум(II) хлориду Розчин SnCl_2 відновлює катіони Hg^{2+} до Hg(I) , а при надлишку реактиву – до Hg . Тому, на початку реакції, утворюється білий осад (Hg_2Cl_2), а потім, внаслідок утворення дрібнодисперсної металічної ртуті, чорний:

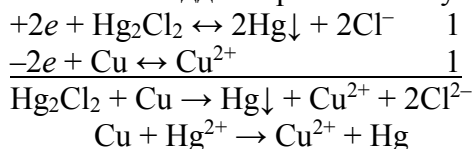


Цю реакцію використовують для визначення катіонів Hg^{2+} .

Відкриттю катіону Hg^{2+} не заважають катіони VI аналітичної групи. Катіони Ag^+ , Bi^{3+} , Hg_2^{2+} і Sb^{3+} дають подібний ефект. Катіони Ag^+ і Hg_2^{2+} видаляють з розчину осадженням HCl .

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Hg^{2+} додають краплями розчин SnCl_2 і спостерігають за змінами, які відбуваються при додаванні кожної мл реагенту: утворення осаду Hg_2Cl_2 , який у надлишку SnCl_2 розкладається з утворенням осаду металічної ртуті. Напишіть рівняння реакції.

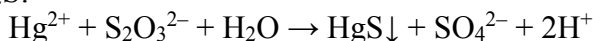
3. *Реакція з міддю та іншими металами Метали, що знаходяться в електрохімічному ряду стандартних електродних потенціалів ліворуч ртуті (Cu , Zn тощо), витискають її з розчинів солей. Наприклад, реакція з металічною міддю перебігає наступним чином:



Із часом на мідній пластині з'являється темно-сіра пляма металічної ртуті. Якщо її протерти фільтрувальним папером, поверхня перетвориться на сріблясто-білу внаслідок утворення амальгами міді. При нагріванні пластини ртуть випаровується, а пляма зникає.

Дослід. На мідну пластинку наносять краплю солі Hg^{2+} . Через 1 хв. краплю знімають шматочком фільтрувального паперу. Пляма стає сріблястою. Напишіть рівняння реакції.

4. Дія розчину натрій тіосульфату Катіон Hg^{2+} у кислому середовищі при нагріванні із $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ утворює осад Hg_2S :



За даних умов чорні осад утворюють також катіони Cu^{2+} , Bi^{3+} , Ag^+ і Pb^{2+} . Проте, на відміну від осаду Hg_2S , вони розчиняються в розведений HNO_3 при нагріванні.

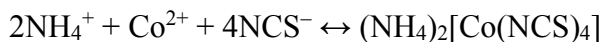
Дослід. До розчину солі Hg^{2+} додають кілька кристалів $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, розчин HCl або H_2SO_4 і кип'ятять. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

5. Дія розчину дифенілкарбазиду. Дифенілкарбазид, у середовищі HNO_3 , з катіонами Hg^{2+} утворює забарвлену комплексну сполуку. Подібне забарвлення дають Ag^+ , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} і Cu^{2+} .

Дослід. До мл солі Hg^{2+} додають краплю HNO_3 та краплю дифенілкарбазиду. Зазначте аналітичний ефект.

Реакція на катіони Co^{2+}

1. Дія розчину амонію тіоціанату Катіони Co^{2+} з NH_4SCN утворюють комплексну сполуку синього кольору:



Константа нестійкості цих комплексних іонів велика, тому для пригнічення їх дисоціації, реакцію проводять при надлишку реагенту. Для підвищення стійкості комплексу в реакційне середовище додають аміловий спирт, який екстрагує його і набуває синього забарвлення.

Реакцію використовують для визначення катіонів Co^{2+} . З катіонів інших аналітичних груп відкриттю Co^{2+} заважають катіони Fe^{3+} і Bi^{3+} .

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Co^{2+} додають кристалічний NH_4SCN , 5 мл амілового спирту і перемішують. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

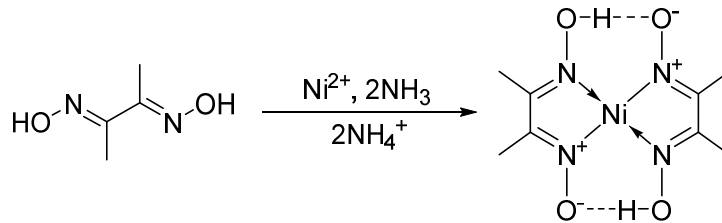
2. Дія розчину калій нітриту Концентрований розчин катіону Co^{2+} з KNO_2 утворює кристалічний осад калій гексанітрокобальтату $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$:



Дослід. 1–2 мл розчину солі Co^{2+} підкислюють CH_3COOH , додають невелику кількість 20%-ного розчину KNO_2 , нагрівають і відстоюють. Через деякий час випадає кристалічний осад. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

Реакція на катіони Ni^{2+}

Дія реактиву Чугасва (диметилглюксиму) Катіони Ni^{2+} в амоніачному середовищі із диметилглюксимом дають червоний осад комплексної сполуки – нікол(II) диметилглюксимату:



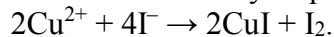
Реакцію виконують у середовищі амоніачного буферного розчину. Це найбільш селективна реакція для визначення катіонів Ni^{2+} .

Реакції заважають катіони Fe^{3+} , які з диметилглюксимом також дають червоне забарвлення.

Дослід. До 1–2 мл розчину солі Ni^{2+} додають 5 мл амоніачного буферного розчину і 2–3 мл реактиву Чугаєва. Зазначте аналітичний ефект.

Реакції катіона Cu^{2+} .

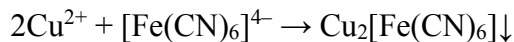
1. Дія розчину калій йодиду Катіони Cu^{2+} з KI утворюють жовтий осад CuI :



З катіонів VI аналітичної групи заважають виявленню катіони Hg^{2+} , але осад HgI_2 розчиняється до безбарвного комплексу. З інших груп заважають виявленню Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} і Bi^{3+} , які дають кольорові осадки з KI , а також окисники (Fe^{3+}), які виділяють вільний I_2 .

Дослід. До розчину солі Cu^{2+} додають кілька мл розчину KI . Утворюється осад CuI ; розчин набуває жовтого забарвлення. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

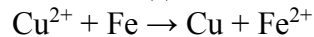
2. Дія розчину калій гексаціаноферату (II) Катіони Cu^{2+} з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворюють осад $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$:



Інші катіони VI аналітичної групи з цим реактивом утворюють осадки: Cd^{2+} і Hg^{2+} - білі, Co^{2+} - сіро-зелений, Ni^{2+} - блідо-зелений.

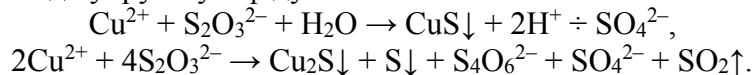
Дослід. До розчину солі Cu^{2+} додають розчин $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Утворюється коричневий осад $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

3. Реакція з металами Активні метали відновлюють катіони Cu^{2+} до вільної міді:



Дослід. До підкисленого H_2SO_4 розчину солі Cu^{2+} додають шматочки заліза. З часом залізо вкривається червоним шаром металічної міді. Зазначте аналітичний ефект.

3. Дія розчину натрій тіосульфату Катіони Cu^{2+} у кислому середовищі з $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ при нагріванні утворюють осад купрум сульфід CuS :



Склад осаду залежить від співвідношення реагентів: при співвідношенні 1:1 утворюється CuS , а при надлишку $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ – Cu_2S .

Дослід. До розчину солі Cu^{2+} додають кілька кристалів $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, розчин H_2SO_4 і кип'ятять 2-3 хвилини. З розчину випадає осад. Зазначте аналітичний ефект. Напишіть рівняння реакції.

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ VI АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ ДРОБНИЙ ХІД АНАЛІЗУ.

Виявлення катіонів Cu^{2+} . Катіони Cu^{2+} з суміші катіонів VI аналітичної групи виявляють: а) KI у присутності бензену або крохмалю; б) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$; в) відновленням до металічної міді; г) дією надлишку NH_4OH .

Виявлення катіонів Hg^{2+} . Катіони Hg^{2+} з розчину суміші катіонів VI аналітичної групи відкриваються: а) відновленням SnCl_2 або на мідній пластинці; б) KI .

Виявлення катіонів Cd^{2+} . В присутності інших катіонів шостої групи Cd^{2+} можна відкрити за допомогою KI в аміачному середовищі.

Виявлення катіонів Co^{2+} . Катіони Co^{2+} відкриваються з розчину суміші катіонів VI аналітичної групи: а) KSCN або NH_4SCN у присутності амілового спирту; б) KNO_2 .

Виявлення катіонів Ni^{2+} . Катіони Ni^{2+} відкривають диметилглюксимом.

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ ЧЕТВЕРТОЇ, П'ЯТОЇ ТА ШОСТОЇ ГРУП

Більшість катіонів четвертої, п'ятої і шостої груп можна виявити з окремих порцій досліджуваного розчину в присутності інших катіонів або після попередньої обробки окремих порцій розчину. Тому при дослідженні суміші катіонів цих груп доцільно застосувати дробний хід аналізу.

Дробний аналіз.

У першу чергу необхідно відкривати ті катіони, які з часом переходять в інші форми або заважають відкриттю наступних катіонів.

Катіон стибію: реакцією гідролізу в нітратнокислому середовищі.

Катіон феруму (II): калій гексаціанофератом (III).

Катіон стануму: відновленням солей бісмуту.

Катіон феруму (III): калій гексаціанофератом (II).

Катіон мангану: окисненням Mn^{2+} до MnO_4^- .

Катіон кадмію: калій йодидом в аміачному середовищі.

Катіон купруму: дією надлишку NH_4OH .

Катіон ніколу: диметилглюксимом (при відсутності Fe^{3+}).

Катіон хрому: окисненням його у хромат-іон CrO_4^{2-} гідроген пероксидом і, далі, - у надхромові кислоти.

Катіон цинку: дитизоном.

Катіон бісмуту: відновленням свіжоприготованим розчином $Na_2[Sn(OH)_4]$. *Катіон ртуті (II):* відновленням на мідній пластинці.

Відкриттю катіонів алюмінію та магнію заважають майже всі катіони. Тому для відкриття цих катіонів їх потрібно виділити з розчину від інших катіонів.

Систематичний аналіз.

Систематичний хід аналізу катіонів четвертої, п'ятої та шостої груп оснований на різному відношенні їх до лугів і до розчину аміаку.

Обов'язковим є попереднє виявлення катіонів стибію та феруму (III), оскільки катіон стибію при розподілі на аналітичні групи може бути і в четвертій, і в п'ятій групах, а катіон феруму (II) буде окиснений у катіон феруму (III).

Виділення катіонів четвертої групи. До розчину, що містить суміш катіонів четвертої, п'ятої та шостої груп, додайте натрій гідроксид (1-1,5 об'єми) до сильнолужного середовища і 0,5-1 мл гідроген пероксиду, а потім нагрійте на водяній бані 2-3 хв. і відфільтруйте. При цьому в осаді будуть катіони п'ятої та шостої груп, а в розчині - четвертої групи. З окремих порцій отриманого розчину відкрийте катіони четвертої групи окремими реакціями.

Відкриття хрому. До невеликої порції фільтрату додайте 0,5 мл ефіру і кілька мл HNO_3 . При наявності у фільтраті хрому після відстоювання розчину на його поверхню спливає синє кільце.

Відкриття алюмінію: алізарином у лужному середовищі.

Відкриття цинку проведіть характерними реакціями, створивши необхідні умови.

Виділення катіонів шостої групи. Осад катіонів п'ятої та шостої груп обробіть на фільтрі концентрованим розчином аміаку. При цьому гідроксиди катіонів шостої групи розчиняються. Осад катіонів п'ятої групи залишається на фільтрі. У фільтраті відкривають катіони шостої групи характерними реакціями.

Відкриття катіонів кадмію. В присутності інших катіонів шостої групи Cd^{2+} можна відкрити за допомогою калій йодиду в аміачному середовищі.

Відкриття катіонів ніколу. Катіони ніколу відкриваються диметилглюксимом.

Відкриття катіонів купруму. Катіони купруму виявляються з розчину суміші катіонів шостої групи: а) калій гексаціанофератом (II); б) відновленням їх до металічної міді.

Відкриття катіонів ртуті. Катіони ртуті з розчину суміші катіонів шостої групи відкриваються: відновленням на мідній пластинці.

Відкриття катіонів кобальту. Катіони кобальту відкриваються з розчину суміші катіонів шостої групи калій роданідом.

Виділення та відкриття катіонів п'ятої групи.

СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ СУМІШІ КАТІОНІВ I–VI АНАЛІТИЧНИХ ГРУП**Аналіз розчину без осаду****1. Попередні спостереження і дослідження**

2. Визначення катіонів дробним методом у досліджуваному розчині В окремих порціях досліджуваного розчину характерними реакціями визначають катіони NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+} .

3. Виявлення катіона K^+ До 1–2 мл розчину, що аналізують, додають 1 мл 2М розчину Na_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення NH_3 (за присутності NH_4^+). Осади оксидів, основних солей, карбонатів та гідроксидів катіонів II–VI груп, що утворюються, відокремлюють фільтруванням і в подальшому аналізі не використовують. Фільтрат нейтралізують CH_3COOH до нейтрального середовища (проба на лакмус), концентрують упарюванням, охолоджують і визначають катіон K^+ реакціями з $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ та $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

4. Виявлення катіона Na^+ До 1–2 мл розчину, що аналізують, додають 1–2 мл 2М розчину K_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення NH_3 (за присутності NH_4^+). Осади оксидів, основних солей, карбонатів та гідроксидів катіонів II–VI груп, що утворюються, відокремлюють фільтруванням і в подальшому аналізі не використовують. Фільтрат нейтралізують CH_3COOH до $\text{pH} = 7$ (проба на лакмус), концентрують упарюванням, охолоджують і визначають катіони Na^+ реакціями з $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ та $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$.

5. Проба на катіони II аналітичної групи До 1–2 мл досліджуваного розчину додають 2 мл 2М розчину HCl . Утворення білого осаду або каламуті свідчить про присутність у розчині катіонів II аналітичної групи.

6. Відокремлення катіонів II аналітичної групи До 3–4 мл розчину, що аналізують, додають 1–4 мл концентрованого розчину HCl , перемішують скляною паличкою і фільтрують. Перевіряють повноту осадження.

Осад промивають підкисленою 2М розчином HCl дистильованою водою. В осаді – хлориди катіонів II групи, у фільтраті – катіони I, III–VI аналітичних груп і домішки Pb^{2+} .

Осад хлоридів катіонів II аналітичної групи аналізують у згідно систематичного ходу аналізу суміші катіонів цієї групи.

7. Проба на катіони III аналітичної групи До 1 мл фільтрату, одержаного за п.6, додають по 3–5 мл етилового спирту та 1 мл 1М розчину H_2SO_4 і перемішують. Суміш нагрівають на водяній бані. Утворення осаду вказує на присутність катіонів III аналітичної групи.

8. Відокремлення катіонів III аналітичної групи До фільтрату, одержаного за п.6, додають по 0,5 мл етилового спирту та 2 мл 1М розчину H_2SO_4 і перемішують. Суміш нагрівають на водяній бані протягом 5 хв, фільтрують і перевіряють повноту осадження. В осаді сульфати катіонів III аналітичної групи і PbSO_4 , у фільтраті – катіони I, IV–VI груп.

9. Відділення PbSO_4 Осад, одержаний за п.8, обробляють при нагріванні на водяній бані 1 мл 30 %-вого розчину $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, фільтрують і промивають дистильованою водою до негативної реакції на катіони Pb^{2+} .

Осад сульфатів катіонів III аналітичної групи аналізують згідно систематичного ходу аналізу суміші катіонів цієї групи.

10. Відділення катіонів IV аналітичної групи від катіонів V і VI аналітичних груп Фільтрат, одержаний за п.8, упарюють на $1/3$. До нього додають 6М розчин NaOH або KOH (1,5 надлишку від об'єму цього розчину), 1 мл 3 %-вого розчину H_2O_2 , перемішують і нагрівають на водяній бані до повного руйнування H_2O_2 (припинення виділення бульбашок O_2 з розчину), охолоджують і фільтрують. Фільтрат містить гідроксо- і оксоаніони IV групи та катіони I групи, а осад – оксиди, гідроксиди та основні солі катіонів V, VI груп.

11. Аналіз катіонів IV аналітичної групи Фільтрат, одержаний за п.10, аналізують згідно систематичного ходу аналізу суміші катіонів IV аналітичної групи.

12. Відділення катіона Sb(V) Осад, одержаний за п. 10, обробляють 2М розчином HNO_3 (1–2 мл) і 0,5 мл розчину H_2O_2 , нагрівають на водяній бані до повного розкладу H_2O_2 . Суміш фільтрують. У фільтраті – катіони V, VI груп, в осаді – HSbO_3 .

13. Визначення катіона Sb(V) Осад, одержаний за п.12, розчиняють у 1–2 мл концентрованої HCl . У розчині визначають катіон Sb(V) реакцією з металічним Zn .

14. Розділення катіонів V і VI аналітичних груп До фільтрату, який одержано за п.12, додають 1,5-кратний об'єм концентрованого розчину амоніаку, перемішують і обережно нагрівають. Суміш фільтрують. У фільтраті – катіони VI аналітичної групи у вигляді амоніачних комплексів, в осаді – оксиди, гідроксиди та основні солі катіонів V аналітичної групи.

15. Аналіз катіонів V аналітичної групи Осад, одержаний за п.14, аналізують згідно систематичного ходу аналізу суміші катіонів V групи.

16. Аналіз катіонів VI аналітичної групи Фільтрат, одержаний за п.14, аналізують згідно систематичного ходу аналізу суміші катіонів VI групи.

Аналіз розчину з осадом

1. Попередні спостереження і випробування Визначення катіонів дробним методом виконують так, як при аналізі розчину без осаду.

2. Визначення катіона NH_4^+ дробним методом у досліджуваній суміші В окремих порціях досліджуваної суміші характерною реакцією з розчином NaOH або KOH визначають катіони NH_4^+ .

3. Виявлення катіона K^+ До 5–6 мл розчину, що аналізують, додають 4–5 мл 2М розчину Na_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення амоніаку (якщо присутні іони NH_4^+). Осад відділяють фільтруванням і в подальшому аналізі не використовують. Фільтрат нейтралізують ацетатною кислотою до нейтрального середовища (проба на лакмус), концентрують упарюванням, охолоджують і визначають катіон K^+ реагентами $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ та $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

4. Виявлення катіона Na^+ До 5–6 мл розчину, що аналізують, додають 4–5 мл 2М розчину K_2CO_3 . Суміш нагрівають на водяній бані до повного видалення амоніаку (якщо присутні іони амонію). Осад відокремлюють фільтруванням і в подальшому аналізі не використовують. Фільтрат нейтралізують ацетатною кислотою до нейтрального середовища (проба лакмусовим папером), концентрують упарюванням, охолоджують і визначають натрій-катіони реагентами $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ та $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$.

5. Відділення катіонів II–III аналітичних груп Суміш, що аналізують, перемішують і відбирають 30–35 мл у конічну пробірку, нагрівають до кипіння, додають 3–4 мл концентрованої HCl (pH = 2), перемішують склянню паличкою і знову нагрівають. Охолоджену суміш центрифугують і перевіряють повноту осадження катіонів II аналітичної групи. Для осадження катіонів III групи в цю ж пробірку додають по 10–15 мл етилового спирту та 1М розчину H_2SO_4 і перемішують. Суміш нагрівають на водяній бані протягом 5 хв і фільтрують. Перевіряють повноту осадження катіонів III аналітичної групи. Осад відділяють фільтруванням, промивають дистильованою водою, яка містить кілька мл 1М розчину H_2SO_4 . У фільтраті знаходяться катіони I, IV–VI аналітичних груп, в осаді – хлориди II групи, сульфати III групи і PbSO_4 .

6. Виявлення і видалення катіонів Pb^{2+} Осад, одержаний за п.5, обробляють 8–10 краплями дистильованої води і нагрівають на водяній бані при помішуванні протягом 2–3 хв. Гарячий розчин центрифугують. У фільтраті виявляють катіон Pb^{2+} дією розчинів KI або K_2CrO_4 .

Якщо виявлено катіони Pb^{2+} , то їх відокремлюють промиванням осаду гарячою водою до видалення катіонів Pb^{2+} (відсутня реакція з CrO_4^{2-}). Фільтрат відкидають, осад аналізують.

7. Відокремлення і виявлення катіонів Hg_2^{2+} До осаду, одержаного за п.6, додають 10–15 мл концентрованого розчину амоніаку і ретельно перемішують. Почорніння осаду свідчить про присутність Hg_2^{2+} . Осад відділяють фільтруванням. У фільтраті визначають катіон Ag^+ .

8. Визначення катіона Ag^+ До 2–3 мл фільтрату, який одержано за п.7, додають краплями концентровану HNO_3 (до кислої реакції). Утворення білого осаду або каламуті свідчить про присутність катіона Ag^+ в розчині.

9. Відокремлення Hg, HgNH_2Cl Осад, одержаний за п.7, переносять у фарфорову чашку, обробляють при нагріванні 10–15 краплями бромної води в присутності HCl. Суміш кип'ятять до зникнення чорних частинок в осаді і видалення надлишку бром. Після охолодження суміш фільтрують. Фільтрат відкидають. В осаді – сульфати катіонів III аналітичної групи і PbSO_4 .

10. Відокремлення PbSO_4 Осад, одержаний за п.9, при нагріванні на водяній бані обробляють 1,5–2,0 мл 30 %-вого розчину $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, або розчину NaOH, центрифугують і промивають осад дистильованою водою до негативної реакції на Pb(II)-катіони.

11. Визначення катіонів III аналітичної групи Осад, одержаний за п.10, аналізують у відповідності із систематичним ходом аналізу суміші катіонів III аналітичної групи.

12. Аналіз фільтрату Аналіз фільтрату виконують у відповідності із систематичним ходом аналізу суміші катіонів I–VI аналітичних груп без осаду, який починають з п. 10.

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ УСІХ ГРУП

Якщо в досліджуваному розчині є осад, то він може містити: 1) продукти гідролізу стибію, стануму і бісмуту, 2) хлориди другої групи, 3) сульфати третьої групи і п्लомбуму. Осад відфільтровують і досліджують розчин та осад окремо.

Попередні дослідження проводяться в окремих пробах (по кілька мл) досліджуваного розчину.

Катіони хрому, кобальту, ніколу, купрум, феруму (III): за забарвленням розчину.

Катіони другої групи виявляють розчином HCl.

Катіони третьої групи і п्लомбуму виявляють розчином H₂SO₄.

Катіон стануму виявляють відновленням солей бісмуту або меркурію.

Катіон амонію виявляють за виділенням аміаку при дії лугу та нагріванні.

Катіони меркурію (II) і бісмуту виявляють відновленням свіжоприготованим розчином Na₂[Sn(OH)₄].

Катіони меркурію (I) і меркурію (II): відновлення до ртуті на мідній пластинці.

Катіон стибію: гідроліз у присутності HNO₃.

Катіон феруму (II) виявляють калій гексаціанофератом (III).

Катіон феруму (III) виявляють калій гексаціанофератом (II).

Систематичний аналіз.

Якщо було виявлено катіони другої та третьої груп, до половини досліджуваного розчину долийте суміш HCl і H₂SO₄ для повного осадження катіонів цих груп. Осад відфільтруйте і дослідіть окремо розчин та осад. Половину досліджуваного розчину залишіть для перевірки наявності катіонів дробними реакціями та виявлення катіонів першої групи.

Дослідження осаду катіонів другої та третьої груп.

Відкриття катіонів другої групи.

Відкриття п्लомбуму. Осад на фільтрі обробіть гарячою водою до повного розчинення PbCl₂. У фільтраті виявіть катіон Pb²⁺.

Відкриття меркурію. Осад, що залишився на фільтрі, обробіть розчином аміаку. Розчиняється аргентум хлорид. Осад Hg₂Cl₂ під дією NH₄OH перетворюється на суміш NH₂HgCl і Hg чорного кольору. Почорніння осаду свідчить про наявність меркурію (I).

Відкриття аргентуму. У фільтраті, що містить [Ag(NH₃)₂]Cl, виявіть катіон Ag⁺ характерними реакціями. Якщо виявлено катіони Ag, то їх необхідно повністю видалити, обробивши осад 2-3 рази аміаком.

Відділення п्लомбуму і меркурію. Осад обробіть 30%-ним розчином амоній ацетату при нагріванні. При цьому п्लомбум сульфат і меркурамоній хлорид розчиняються.

Відкриття катіонів третьої групи.

Переведення сульфатів катіонів третьої групи в ацетати. Осад сульфатів катіонів третьої групи перенесіть у фарфорову чашку, налейте насичений розчин Na₂CO₃ і прокип'ятіть. Після охолодження додайте води, перемішайте, дайте відстоятись і злийте рідину з осадом. Потім знову додайте розчин Na₂CO₃, прокип'ятіть і відфільтруйте. Осад промийте водою і розчиніть у 3-5 мл ацетатної кислоти.

Відкриття барію. До частини розчину ацетатів долийте рівний об'єм K₂CrO₄. Утворення при цьому осаду вказує на наявність катіонів барію. Осад відфільтруйте.

Відкриття стронцію. До фільтрату від барій хромату додайте рівний об'єм гіпсової води, нагрійте на водяній бані до 70°C і дайте постояти 20 хв. Утворення осаду SrSO₄ свідчить про присутність у досліджуваному розчині катіонів Sr²⁺.

Відкриття кальцію. До решти розчину кальцій, стронцій та барій ацетатів додайте розчин (NH₄)₂SO₄, нагрійте і відфільтруйте. При цьому стронцій та барій будуть в осаді, а основна частина кальцію перейде у фільтрат. У фільтраті виявіть катіон Ca²⁺ характерними реакціями.

Дослідження розчину, що містить катіони I, IV-VI груп.

Відкриття катіонів четвертої групи та амонію. Фільтрат після відділення катіонів другої та третьої групи наполовину упарте. До розчину додайте розчин NaOH до сильнолужної реакції і гідроген пероксид, нагрійте на водяній бані 2-3 хв., відфільтруйте. При цьому в осаді будуть

ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ АНІОНІВ

Аніони, на відміну від катіонів, можна визначити в окремих порціях дробними реакціями в будь-якій послідовності. Але для спрощення аналізу їх ділять на групи. У більшості випадків класифікація аніонів базується на різниці в розчинності солей Ba^{2+} та Ag^+ відповідних аніонів:

I група аніонів: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-} , $C_2O_4^{2-}$, CrO_4^{2-} ($Cr_2O_7^{2-}$), PO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , F^- , SiO_3^{2-} , VO_3^{2-} ($B_2O_6^{2-}$)-іони тощо.

II група: Cl^- , I^- , Br^- , S^{2-} -іони.

III група: NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^- -іони.

Груповим реагентом на I групу є розчин $BaCl_2$ або $Ba(NO_3)_2$ у нейтральному або слаболужному середовищі (pH = 7...9). За цих умов аніони утворюють з катіонами Ba^{2+} важко розчинні у воді солі, які розчиняються в розведений HCl , за винятком $BaSO_4$.

Груповим реагентом на II групу є, підкислений 2М розчином HNO_3 , $AgNO_3$. Аніони II групи з катіонами Ag^+ утворюють осад, не розчинні в розведений HNO_3 . Аніони I групи (за винятком F^-) також осаджуються Ag^+ , але ці осад розчинні в HNO_3 . При визначенні аніонів II групи дією $AgNO_3$ підкислюють не розчин, що аналізують, а груповий реагент, оскільки при підкисленні HNO_3 досліджуваного розчину, іони S^{2-} окиснюються до S або SO_4^{2-} і будуть втрачені.

Аніони III групи з більшістю катіонів утворюють гарно розчинні у воді солі, тому не мають групового реагенту. Значення групових реагентів в аналізі аніонів інше ніж в аналізі катіонів: основне їх призначення – визначення груп, а не їх розділення. Поряд з дією групових реагентів для спрощення аналізу аніонів виконують ряд групових проб, які дозволяють виявити наявність певних груп аніонів:

– проба на аніони-окисники ($Cr_2O_7^{2-}$, AsO_4^{3-} , NO_3^-) – аніони-окисники визначають дією розчину KI в кислому середовищі в присутності хлороформу, який у випадку наявності цих іонів забарвлюється в червоно-фіолетовий колір;

– проба на аніони-відновники ($C_2O_4^{2-}$, $S_2O_3^{2-}$, S^{2-} , SO_3^{2-} , AsO_3^{3-} , I^- , NO_2^-) – визначають за обезбарвленням розчину I_2 в слабокислому середовищі (за виключенням AsO_3^{3-} , які визначають в слаболужному середовищі) або за знебарвленням розчину $KMnO_4$ у середовищі H_2SO_4 ;

– пробу на аніони нестійких кислот (H_2SO_3 , $H_2S_2O_3$, H_2CO_3) проводять дією HCl , внаслідок чого виділяються газуваті продукти (SO_2 , CO_2 , H_2S);

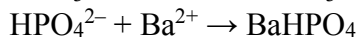
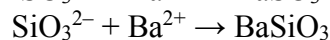
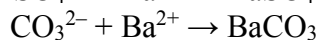
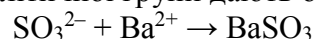
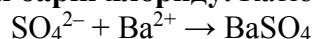
– пробу на аніони (Cl^- , Br^- , I^- , $C_2O_4^{2-}$, NO_2^- , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$) проводять дією концентрованої H_2SO_4 на їх солі, унаслідок чого виділяються газуваті продукти (HCl , I_2 , CO_2 , SO_2 тощо).

Дата ____.

РЕАКЦІЇ АНІОНІВ ПЕРШОЇ ГРУПИ

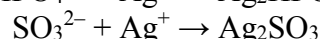
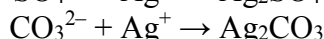
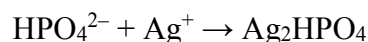
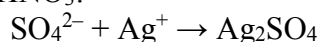
Загальногрупові реакції.

1. *Дія барій хлориду. Катіони Ba^{2+} з аніонами I аналітичної групи дають білі осад:

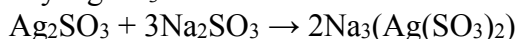


Дослід. До розчинів Na_2SO_4 , Na_2CO_3 , Na_2HPO_4 , Na_2SO_3 і Na_2SiO_3 додають 1 мл $BaCl_2$. Досліджують відношення осадів до дії розчину HCl . Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. Дія аргентум нітрату. Катіони Ag^+ з аніонами I аналітичної групи утворюють осад, розчинні в HNO_3 :



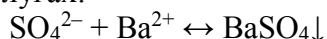
Ag_2SO_4 має високу розчинність, тому випадає лише з концентрованих розчинів. Ag_2SO_3 білого кольору нерозчинний у воді, але розчиняється в Na_2SO_3 , тому його утворення можна спостерігати лише при дії надлишку $AgNO_3$:



Дослід. До розчинів Na_2HPO_4 , Na_2CO_3 , Na_2SO_3 і Na_2SO_4 додають по 1-2 мл розчину $AgNO_3$. Досліджують відношення осадів до дії розчину HNO_3 . Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції SO_4^{2-} -іона

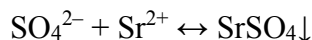
1. *Дія розчинів солей Ba^{2+} Сульфат-іони з катіонами Ba^{2+} утворюють осад BaSO_4 білого кольору, не розчинний у кислотах і лугах:



Якщо до суспензії BaSO_4 додати розчин I_2 , то вона залишиться жовтою (на відміну від SO_3^{2-} та $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, які знебарвлюють розчин I_2). При додаванні до жовтої суспензії BaSO_4 розчину SnCl_2 її колір стає білим. При кип'ятінні жовтий колір зникає, оскільки I_2 випаровується з розчину.

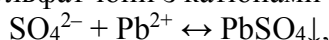
Дослід До 1–2 мл розчину солей, що містять аніони I аналітичної групи, додають по 2–3 мл розчину 0,5M BaCl_2 . Досліджують відношення осадів до розчину 2M HCl . Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. Дія розчинів солей Sr^{2+} Сульфат-іони із катіонами Sr^{2+} утворюють білий осад SrSO_4 , не розчинний у кислотах та лугах:

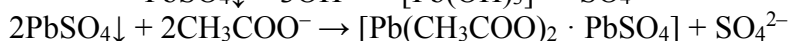
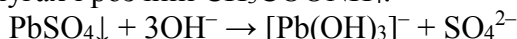


Дослід До 2–3 мл розчину солей, що містять аніони I аналітичної групи, додають по 2–3 мл розчину SrCl_2 . Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

3. Дія розчинів солей Pb^{2+} Сульфат-іони з катіонами Pb^{2+} утворюють білий осад PbSO_4 :



розчинний при нагріванні в лугах і розчині $\text{CH}_3\text{COONH}_4$:



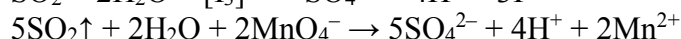
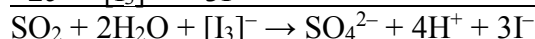
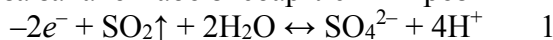
Дослід До 1–2 мл розчину солей, що містять аніони I аналітичної групи, додають по 2–3 мл розчину SrCl_2 . Досліджують відношення осадів до розчинів NaOH або KOH та $\text{CH}_3\text{COONH}_4$. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції SO_3^{2-} -іона

1. Дія мінеральних кислот При дії мінеральних кислот на SO_3^{2-} -іони утворюється H_2SO_3 , яка розкладається на SO_2 та воду:

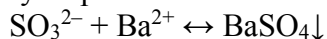


SO_2 відкривають за запахом або знебарвленням розчинів I_2 або KMnO_4 :

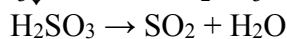
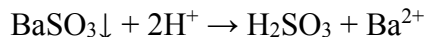


Дослід До 1 мл розчину Na_2SO_3 додають 2 мл 2M розчину HCl . Виявлення SO_2 проводять йод-крохмальним папірцем. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. Дія солей Ba^{2+} Сульфит-іони утворюють із катіонами Ba^{2+} білий осад BaSO_3 :

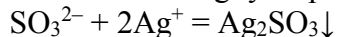


який розчиняється в HCl :

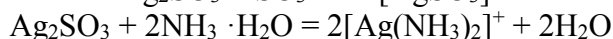
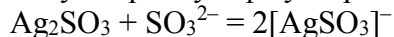


Дослід До 1–2 мл розчину Na_2SO_3 додають по 1 мл розчину BaCl_2 . Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

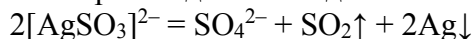
3. Дія солей Ag^+ Сульфит-іони із катіонами Ag^+ утворюють білий осад Ag_2SO_3 :



Осад Ag_2SO_3 розчиняється у надлишку натрій сульфиту та розчину амоніаку:

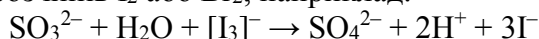


При нагріванні спостерігається розклад солі з виділенням металічного срібла:



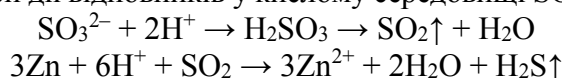
Дослід До 1–2 мл розчину Na_2SO_3 додають кілька краплин розчину AgNO_3 . Перевіряють його розчинність у мінеральних кислотах, надлишку Na_2SO_3 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

4. Дія окисників Такі окисники, як I₂ і Br₂ окиснюють сульфіти до сульфатів, при цьому відбувається знебарвлення розчинів I₂ або Br₂, наприклад:

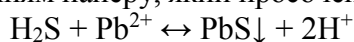


Дослід До 1–2 мл розчину Na₂SO₃ додають 1 мл розчину I₂. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

5. Дія відновників При дії відновників у кислому середовищі SO₃²⁻ відновлюються до H₂S:

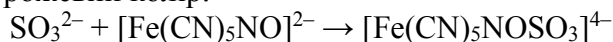


H₂S легко виявити за почорнінням паперу, який просочений розчином, що містить Pb²⁺:



Дослід До 1–2 мл розчину Na₂SO₃ додають декілька краплин розчину HCl та 1-2 шматочки металічного цинку. До отвору пробірки підносять фільтрувальний папір змочений розчином солей Pb²⁺. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

6. Дія натрій нітропрусиду Na₂[Fe(CN)₅NO] при взаємодії з SO₃²⁻ у нейтральному середовищі забарвлює розчин у рожевий колір.



Підсилює забарвлення ZnSO₄. При додаванні краплини K₄[Fe(CN)₆] з'являється червоний осад; при цьому чутливість реакції збільшується.

Заважають цій реакції сульфіди, які утворюють сполуку фіолетового кольору.

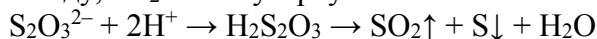
Дослід. До 1-2 мл розчину сульфіту додати 1-2 мл розчину Na₂[Fe(CN)₅NO] і краплю ZnSO₄. Додати краплю K₄[Fe(CN)₆]. Утворюється червоний осад. Написати рівняння реакції.

7. Дія розчину фуксину При дії сульфітів на фуксин, останній знебарвлюється.

Дослід. До 1 мл фуксину додати 1 мл розчину Na₂SO₃. Зазначити аналітичний ефект.

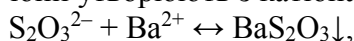
Реакції S₂O₃²⁻-іона

1.*Дія мінеральних кислот Мінеральні кислоти при дії на тиосульфат-іони утворюють H₂S₂O₃, яка розкладається на воду, SO₂ і вільну сірку:

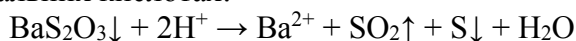


Дослід До 1–2 мл розчину Na₂S₂O₃ додають 1 мл розчину 2М HCl. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. Дія солей Ва²⁺ Тиосульфат-іони утворюють з катіонами Ва²⁺ білий осад ВаS₂O₃:

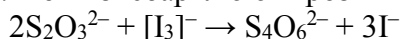


який розчиняється в мінеральних кислотах:



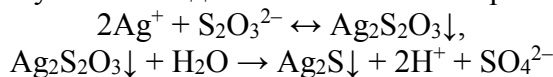
Дослід До 1–2 мл розчину Na₂S₂O₃ додають 1 мл розчину BaCl₂. Для прискорення утворення осаду, внутрішню стінку пробірки потирають скляною паличкою. Зазначити аналітичний ефект. Осад перевіряють на розчинність у мінеральних кислотах. Написати рівняння реакцій.

3. Дія окисників Тиосульфат-іони знебарвлюють розчин I₂:



Дослід До 1–2 мл розчину Na₂S₂O₃ додають 2–3 мл розчину I₂. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

4. *Дія розчину AgNO₃ Тиосульфат-іони утворюють з катіонами Ag⁺ білий осад Ag₂S₂O₃, колір якого змінюється у наступній послідовності: жовтий – коричневий – чорний (осад Ag₂S):

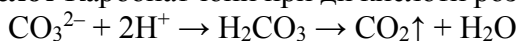


При високих концентраціях S₂O₃²⁻ осад Ag₂S₂O₃ розчиняється з утворенням комплексних іонів [AgS₂O₃]⁻, [Ag(S₂O₃)₂]³⁻. Тому при виконанні реакції розчин AgNO₃ беруть у надлишку.

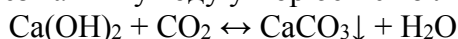
Дослід. До 1–2 мл розчину Na₂S₂O₃ додають 1-2 мл AgNO₃. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції CO₃²⁻-іона

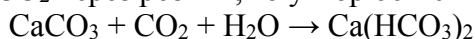
1.*Дія мінеральних кислот Карбонат-іони при дії кислоти розкладаються на CO₂ і H₂O:



При пропусканні CO_2 через вапняну воду утворюється білий осад CaCO_3 :

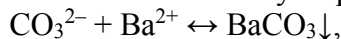


Якщо довго пропускати CO_2 через розчин, то утворюється HCO_3^- , і він стає прозорим:

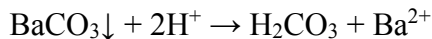


Дослід До 1–2 мл розчину Na_2CO_3 додають 1 мл 2М розчину HCl . Пробірку закривають пробкою з газовідвідною трубкою і газ, що виділяється, пропускають крізь вапняну воду. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. Дія солей Ba^{2+} Карбонат-іони з катіонами Ba^{2+} утворюють білий осад BaCO_3 :

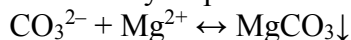


осад розчиняється у розчині HCl :

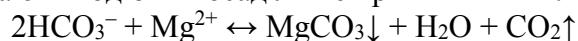


Дослід До 1–2 мл розчину, що містить іони CO_3^{2-} додають 1 мл розчину солі Ba^{2+} . Зазначте аналітичний ефект. Осад перевіряють на розчинність у розчині HCl . Написати рівняння реакцій.

3. *Дія розчину MgSO_4 Карбонат-іони утворюють з катіонами Mg^{2+} білий осад MgCO_3 :



Гідрогенкарбонати дають подібний осад лише при кип'ятінні:

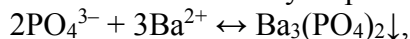


Дослід До 1–2 мл розчину, що містить іони CO_3^{2-} додають 1 мл розчину MgSO_4 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

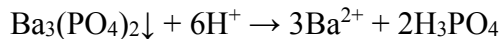
4. *Дія розчину фенолфталеїну Розчин, що містить іони CO_3^{2-} , при додаванні 2 мл розчину фенолфталеїну, на відміну від гідрогенкарбонату, забарвлюється в рожевий колір.

Реакції PO_4^{3-} -іона

1. Дія солей Ba^{2+} Фосфат-іони з катіонами Ba^{2+} утворюють білий осад $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$:

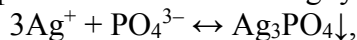


який розчиняється в мінеральних кислотах:

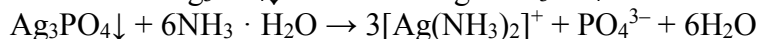
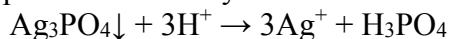


Дослід До 1–2 мл розчину, що містить іони PO_4^{3-} додають кілька мл розчину солі Ba^{2+} . Досліджують відношення осаду до мінеральних кислот. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

2. *Дія розчину AgNO_3 Фосфат-іони з катіонами Ag^+ утворюють жовтий осад Ag_3PO_4 :



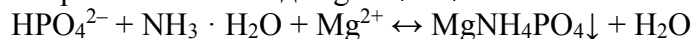
який розчиняється в HNO_3 та в розчині амоніаку:



Дослід До 1–2 мл розчину, що містить іони PO_4^{3-} додають кілька мл розчину AgNO_3 .

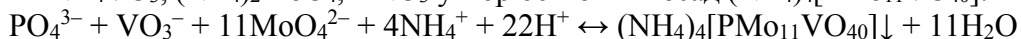
Досліджують відношення осаду до HNO_3 та розчину $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

3. *Дія магнезіальної суміші Фосфат-іони з магнезіальною сумішшю (MgCl_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, NH_4Cl) утворюють білий кристалічний осад MgNH_4PO_4 :



Дослід До 1–2 мл розчину Na_2HPO_4 додають по 2 мл розчинів NH_4Cl і $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 1–2 мл розчину MgCl_2 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

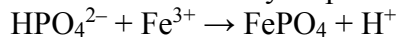
4. *Дія молібдено-ванадієвого реактиву (суміші NH_4VO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, HNO_3) Фосфат-іони при дії суміші NH_4VO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, HNO_3 утворює жовтий осад $(\text{NH}_4)_4[\text{PMo}_{11}\text{VO}_{40}]$:



Проведенню цієї реакції заважає присутність відновників (руйнують реактив) та іонів SiO_3^{2-} , які також дають реакцію з молібдено-ванадієвим реактивом.

Дослід До 1 мл молібденової рідини додають 1–2 мл Na_2HPO_4 і нагрівають на водяній бані до 50°C . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

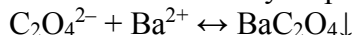
5. Дія солей Fe^{3+} Фосфат-іони з катіонами Fe^{3+} утворюють жовтуватий осад FePO_4 :



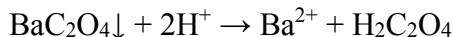
Дослід До 1–2 мл розчину Na_2HPO_4 додають 1–2 мл розчину FeCl_3 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ -іона

1. Дія солей Ba^{2+} Оксалат-іони з катіонами Ba^{2+} утворюють білий осад BaC_2O_4 :

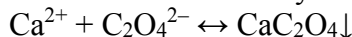


який розчиняється в мінеральних кислотах:

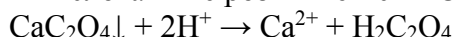


Дослід До 1–2 мл розчину, що містить іони $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ додають кілька мл розчину солі Ba^{2+} . Досліджують відношення осаду до мінеральних кислот. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. Дія розчину CaCl_2 Оксалат-іони з катіонами Ca^{2+} утворюють білий осад CaC_2O_4 :

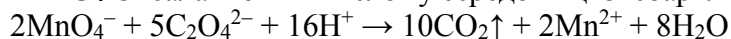


який розчиняється в мінеральних кислотах і не розчиняється в CH_3COOH :



Дослід До 1–2 мл розчину $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ додають декілька краплин розчину CaCl_2 . Досліджують відношення осаду до мінеральних кислот та розчину CH_3COOH . Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

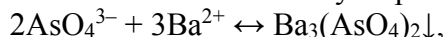
3. Дія розчину KMnO_4 Оксалат-іони в кислому середовищі знебарвлюють розчин KMnO_4 :



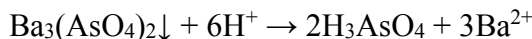
Дослід До 1 мл розчину $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ додають 1 мл 2М розчину H_2SO_4 , нагрівають і додають краплями розведений розчин KMnO_4 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції AsO_4^{3-} -іона

1. Дія солей барію Арсенат-іони з катіонами Ba^{2+} утворюють білий осад $\text{Ba}_3(\text{AsO}_4)_2$:



розчинний у кислотах:



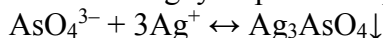
Дослід До 1–2 мл розчину, що містить іони AsO_4^{3-} додають кілька мл розчину солі Ba^{2+} . Досліджують відношення осаду до мінеральних кислот. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. *Дія магnezіальної суміші Арсенат-іони з магnezіальною сумішшю (MgCl_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, NH_4Cl) утворюють білий кристалічний осад $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$:

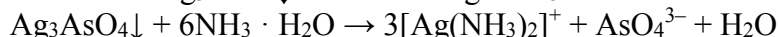
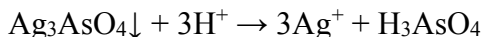


Проведенню реакції заважають PO_4^{3-} -іони, оскільки також утворюють з магnezіальною сумішшю білий осад MgNH_4PO_4 . Арсеніт-іони проведенню реакції не заважають.

3. *Дія розчину AgNO_3 Арсенат-іони з Ag^+ утворюють коричневий осад Ag_3AsO_4 :

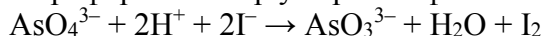


який розчиняється в HNO_3 та $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$:



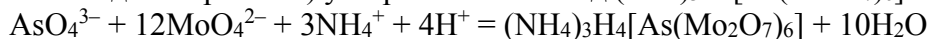
Дослід До 1–2 мл розчину, що містить іони AsO_4^{3-} , додають кілька краплин розчину AgNO_3 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

4. Дія розчину KI Арсенат-іони в середовищі концентрованої HCl окиснюють I^- -іони до вільного I_2 , який забарвлює хлороформний шар у червоно-фіолетовий колір:



Дослід До 1–2 мл розчину Na_3AsO_4 додають 1–2 мл концентрованої HCl , 1 мл розчину KI , 1 мл хлороформу і струшують. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

5. *Дія молібдено-ванадієвого реактиву Арсенат-іони при дії суміші NH_4VO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, HNO_3 (молібдено-ванадієвий реактив) утворює жовтий осад $(\text{NH}_4)_3\text{H}_4[\text{As}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$:

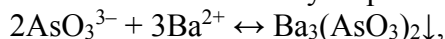


Реакції заважають іони PO_4^{3-} , які поведуть себе аналогічно.

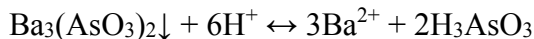
Дослід До 1 мл молібденової рідини додають 1-2 мл Na_3AsO_4 і нагрівають на водяній бані. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції AsO_3^{3-} -іона

1. Дія солей Ba^{2+} Арсеніт-іони з катіонами Ba^{2+} утворюють білий осад $\text{Ba}_3(\text{AsO}_3)_2$:



який розчиняється в мінеральних кислотах:

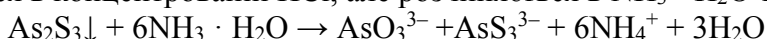


Дослід До 1-2 мл розчину, що містить іони AsO_3^{3-} додають кілька мл розчину солі Ba^{2+} . Досліджують відношення осаду до мінеральних кислот. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. *Дія розчинів сульфідів AsO_3^{3-} -іони в кислому середовищі із S^{2-} -іонами утворюють жовтий осад As_2S_3 :

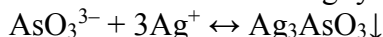


який не розчиняється в концентрованій HCl , але розчиняється в $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ та $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$:

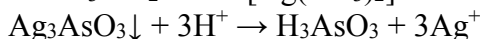
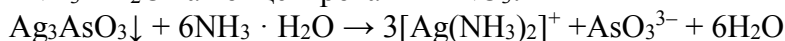


Дослід До 1-2 мл розчину Na_3AsO_3 додають 1-2 мл H_2SO_4 та 1-2 мл розчину H_2S_3 до утворення осаду As_2S_3 . Досліджують відношення осаду до HNO_3 та розчину $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

3. *Дія розчину AgNO_3 Арсеніт-іони з катіонами Ag^+ утворюють жовтий осад Ag_3AsO_3 :

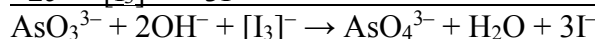
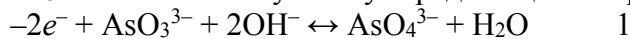


який розчиняється в $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ та концентрованій HNO_3 :



Дослід До 1-2 мл розчину Na_3AsO_3 додають кілька мл розчину AgNO_3 . Досліджують відношення осаду до HNO_3 та розчину $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Зазначити аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

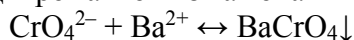
4. Дія розчину I_2 AsO_3^{3-} -іони в слаболужному середовищі знебарвлюють розчин I_2 :



Дослід До 1-2 мл нейтралізованого ацетатною кислотою розчину Na_3AsO_3 додають 0,5 мл насиченого розчину NaHCO_3 і краплями розведений розчин I_2 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

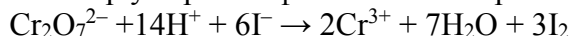
Реакції CrO_4^{2-} - та $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -іонів

1. Дія солей Ba^{2+} Хромат- та дихромат-іони з катіонами Ba^{2+} дають жовтий осад BaCrO_4 :



Дослід До 1-2 мл розчину, що містить йони CrO_4^{2-} додають по 1-2 мл розчину солі Ba^{2+} . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

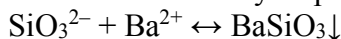
2. Дія розчину KI $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -іони в кислому середовищі окиснюють йони I^- до вільного I_2 , який забарвлює хлороформний шар у червоно-фіолетовий колір:



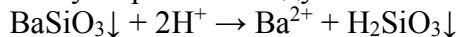
Дослід До 1-2 мл розчину, що містить йони CrO_4^{2-} або $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, підкисленого H_2SO_4 , додають 0,5 мл хлороформу і 1 мл розчину KI . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції SiO_3^{2-} -іона

1. Дія солей Ba^{2+} Силікат-іони з катіонами Ba^{2+} утворюють білий осад BaSiO_3 :

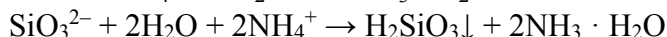
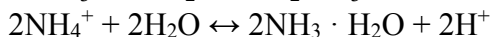
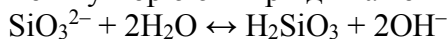


який при дії кислот розкладається з утворенням осаду змінного складу $n\text{SiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$:



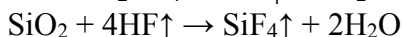
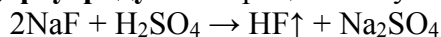
Дослід До 1 мл розчину, що містить іони SiO_3^{2-} додають 1 мл розчину солі Ba^{2+} . Досліджують відношення осаду до дії кислот. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

2. Дія солей NH_4^+ Силікат-іони утворюють при дії катіонів NH_4^+ осад H_2SiO_3 :

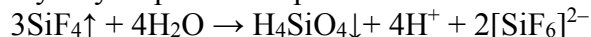


Дослід До 1–2 мл розчину, що містить йони SiO_3^{2-} додають 0,5-1 мл дистильованої води і 2-3 кристалики NH_4Cl . Суміш нагрівають. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

3. *Утворення силіцій(IV) флуориду SiF_4 Процес описується рівняннями реакцій:



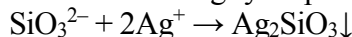
Газуватий SiF_4 гідролізує з утворенням нерозчинної H_4SiO_4 :



Проведенню цієї реакції перешкоджає присутність H_3BO_3 і борат-іонів.

Дослід (реакцію виконують сухим способом) У свинцевому тиглі змішують сухий залишок розчину, що містить SiO_3^{2-} -іони, з рівною кількістю NaF і декількома краплями H_2SO_4 до утворення суспензії. Тигель накривають прозорою пластиковою пластинкою з краплею води на її внутрішній поверхні і обережно нагрівають до утворення навколо мл води білого кільця.

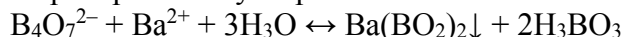
4. Дія солей Ag^+ Силікат-іони з катіонами Ag^+ утворюють білий осад Ag_2SiO_3 :



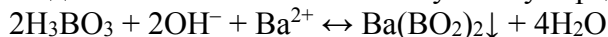
Дослід До 1–2 мл розчину, що містить йони SiO_3^{2-} додають декілька краплин AgNO_3 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Реакції $\text{V}_4\text{O}_7^{2-}$ - та VO_2^{2-} -іонів

1. Дія солей барію Тетраборат-іони утворюють з катіонами Ba^{2+} білий осад $\text{Ba}(\text{VO}_2)_2$:



Осадження $\text{V}_4\text{O}_7^{2-}$ -іона досягається лише в сильнолужному середовищі:

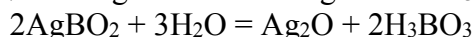


Осад розчиняється в мінеральних кислотах:



Дослід До 1–2 мл розчину, що містить йони $\text{V}_4\text{O}_7^{2-}$ додають 0,5-1 мл дистильованої води і 2-3 кристалики NH_4Cl . Суміш нагрівають. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

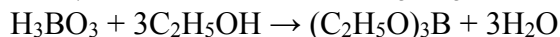
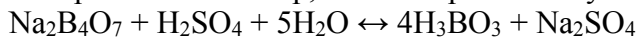
2. Дія солей Ag^+ Тетраборат-іони утворюють з катіонами Ag^+ бурий осад Ag_2O :



У дуже розведених розчинах на холоді, а в більш концентрованих – при нагріванні, утворюється бурий осад Ag_2O .

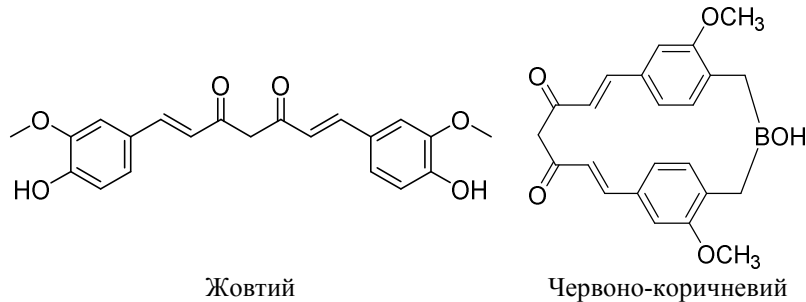
Дослід До 1–2 мл розчину, що містить йони $\text{V}_4\text{O}_7^{2-}$ додають декілька краплин розчину AgNO_3 до утворення білого осаду AgVO_2 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

3. *Забарвлення полум'я (Реакцію виконують сухим способом). Борат-іони в присутності H_2SO_4 і $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ утворюють борноетиловий етер, який забарвлює полум'я в зелений колір:



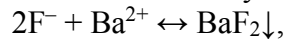
Дослід У тигель поміщають декілька кристалів $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, додають 3–4 мл концентрованої H_2SO_4 , 6 мл $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, добре перемішують і запалюють. Зазначте аналітичний ефект.

4. *Дія куркуміну $\text{V}_4\text{O}_7^{2-}$ -іони, у кислому середовищі, забарвлюють у рожевий колір, папірець оброблений розчином куркуміна (куркуміновий папірець):

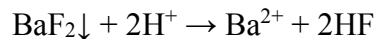


Реакції F⁻-іона

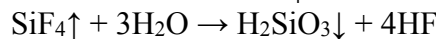
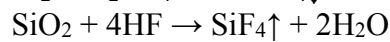
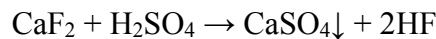
1. Дія солей Ba²⁺ Флуорид-іони з катіонами Ba²⁺ утворюють білий осад BaF₂:



який розчиняється в мінеральних кислотах:

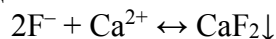


2. Утворення силіцію (IV) флуориду SiF₄ При дії H₂SO₄ на сухі флуориди утворюється HF, який реагує зі склом з виділенням SiF₄. Останній необоротно гідролізує з утворенням білого драглистого осаду H₂SiO₃:

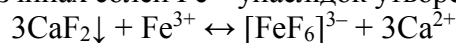


Дослід (Реакцію виконують сухим способом). Кілька кристалів CaF₂ і піску (SiO₂) змішують з 3–5 краплями концентрованої H₂SO₄. Суміш вносять у суху пробірку і закривають пробкою з металічною петлею, що містить краплю дистильованої води. Зазначте аналітичний ефект.

3. *Дія розчину CaCl₂ Флуорид-іони з катіонами Ca²⁺ утворюють білий осад CaF₂:

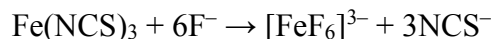


Осад CaF₂ розчинний у розчинах солей Fe³⁺ унаслідок утворення комплексних іонів [FeF₆]³⁻



Дослід До 2 мл розчину, що містить йони F⁻, додають 0,5 мл розчину CaCl₂ до утворення білого осаду, що розчиняється при додаванні 5 мл розчину FeCl₃. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

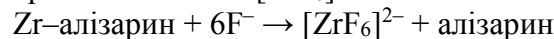
4. *Дія розчину ферум(III) тіоціанату F⁻-іони знебарвлюють розчин Fe(NCS)₃ з утворенням [FeF₆]³⁻-іону:



Чутливість реакції 1 мкг. Реакції заважають фосфат-іони, які дають аналогічний ефект.

Дослід До 1 мл розчину солі Fe³⁺ додають 1 мл розчину NaNCS або NH₄NCS. Спостерігають утворення криваво-червоного Fe(NCS)₃. До нього додають кілька краплин розчину флуориду. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

5. *Дія розчинів алізарину і цирконілу нітрату Алізарин утворює з цирконілу нітратом червоний алізаринцирконієвий лак. Але ця сполука руйнується F⁻-іонами, які утворюють з іонами цирконію стійкий безбарвний комплекс [ZrF₆]²⁻:



Забарвлення розчину змінюється від червоного (колір алізаринцирконієвого лаку) до жовтого (колір вільного алізарину). Реакції заважають PO₄³⁻, C₂O₄²⁻, AsO₄³⁻-іони оскільки вони руйнують алізаринцирконієвий лак.

Дослід До 2 мл розчину, що містить йони F⁻, додають розчини 0,1 мл алізарину і 0,1 мл цирконілу нітрату і перемішують до зміни кольору від червоного до жовтого.

АНАЛІЗ СУМІШІ АНІОНІВ ПЕРШОЇ ГРУПИ

Попередні дослідження.

Перевірка наявності аніонів першої групи. До досліджуваного розчину додайте розчин BaCl₂. Утворення осаду свідчить про присутність у розчині аніонів першої групи.

Дія аргентум нітрату. Якщо при додаванні AgNO₃ випадає жовтий осад, це свідчить про наявність PO₄³⁻. Якщо осад білий, то PO₄³⁻ відсутній, але можуть бути наявні CO₃²⁻, SiO₃²⁻ або SO₃²⁻.

РЕАКЦІЇ АНІОНІВ II АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

До другої групи належать аніони, які з катіонами Ag^+ утворюють малорозчинні у воді солі та розведеної HNO_3 . Важливо проводити розділення катіонів I і II аналітичних груп із нітратно-кислого середовища, інакше малорозчинні солі з Ag^+ можуть дати і деякі аніони I групи (зокрема, PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , SiO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ -іони).

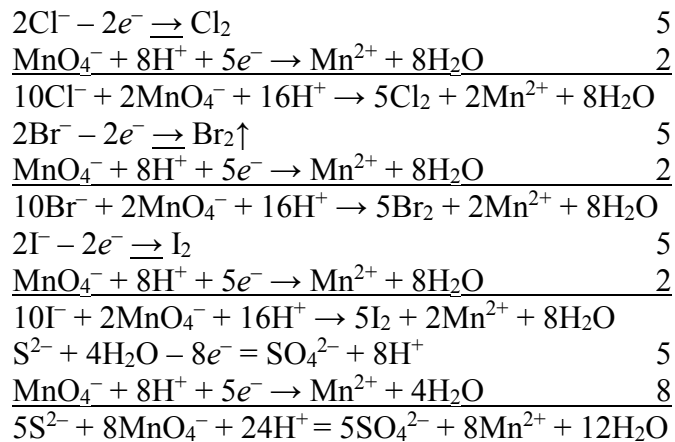
Загальногрупові реакції.

1. Дія розчину аргентуму нітрату AgNO_3 дає осад з усіма аніонами другої групи:



Дослід До 1–2 мл розчинів солей, що містять іони Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , додають по 1 мл розчину AgNO_3 , підкисленого розчином HNO_3 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

2. Дія розчину калій перманганат KMnO_4 у кислому середовищі окиснює аніони другої групи:



Легкість окиснення залежить від величини редокс-потенціалу відновника. Продукти окиснення аніонів мають різні зовнішні ознаки.

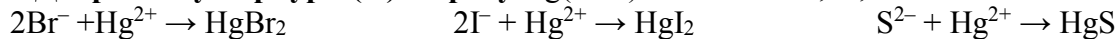
Дослід До 4 мл розчину KMnO_4 додають 4 мл розчину H_2SO_4 . Отриманий розчин ділять на чотири частини. До кожної додають по 1 мл розчину солей, що містять іони Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

2. Дія розчину меркурій(I) нітрату $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ дає осад з усіма аніонами другої групи:

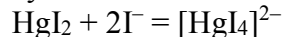


Дослід. До 1–2 мл розчинів солей, що містять іони Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , додають по 1 мл розчину $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

3. Дія розчину меркурій(II) нітрату $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ з іонами Br^- , I^- , S^{2-} дає осад:



Осад HgI_2 розчиняється в KI . Тому для осадження потрібен надлишок $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$.

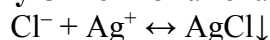


Дослід. До 1–2 мл розчинів солей, що містять іони Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , додають по кілька мл розчину $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

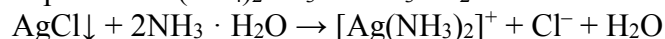
Досліджують відношення осадів до 12 %-вого розчину $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ та 2М розчину $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Реакції Cl^- -іона

1.* Дія розчину аргентуму нітрату Cl^- -іони з катіонами Ag^+ утворюють білий осад AgCl :

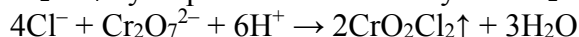


Осад розчиняється в розчинах $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ та $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$:



Дослід Див. Загальногрупові реакції, п.1. Досліджують відношення осадів до дії розчинів $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ та $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

2. *Дія калій дихромату Реакцію виконують сухим способом. Cl^- -іони реагують з $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ у присутності концентрованої H_2SO_4 з утворенням легкої сполуки CrO_2Cl_2 :



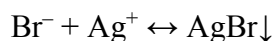
Газуватий CrO_2Cl_2 ідентифікують за червоно-фіолетовим забарвленням фільтрувального паперу, який просочено розчином дифенілкарбазиду.

Виявленню заважають F^- -іони, які також дають летку сполуку CrO_2F_2 . Визначенню іонів Cl^- заважають і I^- -іони. Для усунення їх впливу останні окиснюють іонами NO_2^- до кристалічного I_2 , а залишок розчиненого I_2 видаляють екстракцією хлороформом. Йони Br^- заважають реакції лише за умови, якщо їх концентрація перевищує концентрацію Cl^- -іонів не менш ніж у 5 разів.

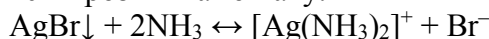
Дослід До 1–2 мл розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ додають 1 мл 1М розчину H_2SO_4 та 1 мл розчину солі, що містить іони Cl^- . В отвір пробірки поміщають фільтрувальний папір просякнутий 0,1 мл розчину дифенілкарбазиду (папір не повинен контактувати з $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$). Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

Реакції Br^- -іонів

1.*Дія розчину аргентуму нітрату Br^- -іони з Ag^+ -катіонами утворюють блідо-жовтий осад AgBr :

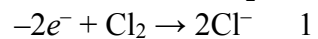
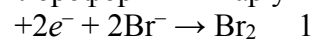


Осад частково розчиняється в розчині амоніаку:



Дослід Див. Загальногрупові реакції, п.1. Досліджують відношення осадів до розчинів $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ та $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

2.*Дія окисників Br^- -іони при дії окисників (хлорна вода, KMnO_4 тощо) у кислому середовищі утворюють Br_2 , який забарвлює хлороформний шар у жовто-коричневий колір:

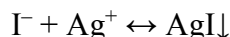


Вільний Br_2 ідентифікують за появою фіолетового забарвлення фільтрувального паперу, попередньо імпрегнованого розчином фуксину знебарвленого.

Дослід До 1–2 мл розчину NaBr додають 1–2 мл 1М розчину H_2SO_4 , 1 мл хлороформу і приливають краплями при безперервному струшуванні свіжоприготовлену хлорну воду. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

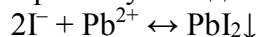
Реакції I^- -іона

1. Дія розчину аргентуму нітрату I^- -іони з катіонами Ag^+ утворюють жовтий осад AgI :



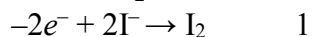
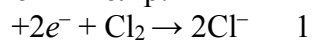
Дослід Див. Загальногрупові реакції, п.1. Досліджують відношення осадів до розчинів $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ та $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

2. Дія розчину солей плюмбуму I^- -іони з катіонами Pb^{2+} утворюють жовтий осад PbI_2 , розчинний у гарячій воді, а при охолодженні розчину випадає у вигляді золотистих лусочок:

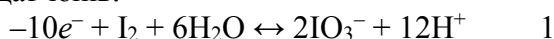


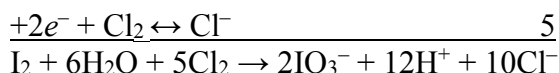
Дослід. До 1–2 мл розчину солі Pb^{2+} додають по 1 мл розчину KI . Зазначте ефекти, що спостерігаються. Осад PbI_2 ділять на дві частини. До однієї додають 1 мл розведеної CH_3COOH , до другої – 1 мл дистильованої води. Пробірки нагрівають, а потім охолоджують. Зазначте ефекти, що спостерігаються. Напишіть рівняння реакцій.

3. *Дія окисників При дії окисників іони I^- окиснюються до вільного I_2 , який забарвлює хлороформний шар у червоно-фіолетовий колір:



При подальшому додаванні хлорної води червоно-фіолетове забарвлення зникає внаслідок окиснення I_2 до безбарвних йодат-іонів:

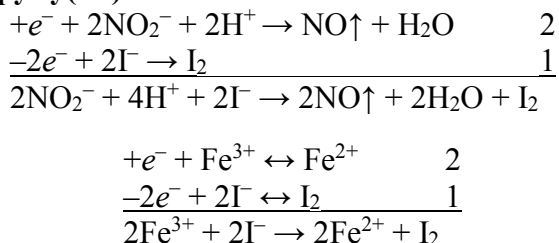




NO_2^- і Fe^{3+} -іони заважають виявленню I^- -іонів цією реакцією.

Дослід До 1–2 мл розчину KI додають 1 мл 1М розчину H_2SO_4 , 1 мл хлороформу (або бензену) і доливають краплями при безперервному струшуванні свіжоприготовлену хлорну воду. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

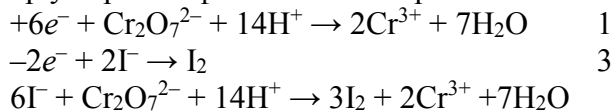
4. Дія розчину солей феруму(III) NO_2^- і Fe^{3+} -іони окиснюють I^- -іони до вільного I_2 :



Дослід До 1–2 мл розчину KI додають 1 мл 1М розчину H_2SO_4 , 1 мл хлороформу (або бензену) та 1 мл розчину NaNO_2 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

Дослід До 1 мл розчину KI додають 1 мл розчину FeCl_3 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

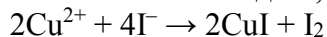
5. *Дія калій дихромату $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ окиснює іони I^- до вільного I_2 у присутності H_2SO_4 і забарвлює хлороформний шар у червоно-фіолетовий колір:



Осад AgI не розчиняється в розчині амоніаку.

Дослід До 1–2 мл розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ додають 1 мл розчину H_2SO_4 , 2 мл води, 1 мл хлороформу та 1 мл розчину солі, що містить іони I^- . Пробірку струшують протягом кількох секунд і залишають до розшарування розчину. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

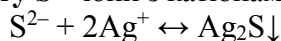
6. Дія купрум(II) сульфату CuSO_4 окиснює іон I^- до I_2 , а Cu^{2+} відновлюється до Cu^+ :



Дослід До 1–2 мл розчину KI додають 1 мл розчину CuSO_4 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

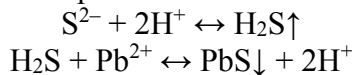
Реакції S^{2-} -іона

1. Дія розчину аргентуму нітрату S^{2-} -іони з катіонами Ag^+ утворюють чорний осад Ag_2S :



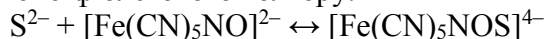
Дослід Див. Загальногрупові реакції, п. 1.

2. Дія кислот При дії кислот на сульфіді виділяється H_2S , який визначають за запахом або за почорнінням паперу, який просочено розчином солі Pb^{2+} :



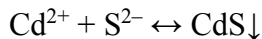
Дослід До 1–2 мл розчину Na_2S додають 1–2 мл розчину HCl . Розчин нагрівають. Спостерігають виділення газу за запахом та за почорнінням фільтрувального паперу просоченого розчином солі Pb^{2+} . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

3. Дія натрію нітропрусиду $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ S^{2-} -іони з $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ при $\text{pH} > 7$ утворюють комплексну сполуку червоно-фіолетового кольору:



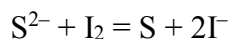
Дослід До 1–2 мл розчину Na_2S додають 1 мл розчину 0,5М NaHCO_3 і 1 мл розчину $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

4. Дія розчину солей кадмію S^{2-} -іони з катіонами Cd^{2+} утворюють жовтий осад CdS :



Дослід До 1–2 мл розчину Na_2S додають 1–2 мл розчин солі Cd^{2+} . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

5. Дія розчину дйоду S^{2-} -іони з молекулярним I_2 утворюють осад сірки:



Дослід До 1–2 мл розчину I_2 додають 2 мл розчину $(NH_4)_2S$. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакцій.

АНАЛІЗ СУМІШІ АНІОНІВ ДРУГОЇ ГРУПИ

Попередні дослідження.

Перевірка наявності аніонів другої групи. До 3-5 мл досліджуваного розчину додають 2-3 мл 2 н. розчину HNO_3 і краплю розчину $AgNO_3$. Якщо випадає осад, то присутні аніони другої групи. При цьому осад має чорний колір у присутності S^{2-} , жовтий – у присутності I^- , у світло-жовтий - у присутності Br^- , у білий - у присутності Cl^- .

Дія калій перманганату. Краплю розчину $KMnO_4$ підкислюють 2-3 мл 2 н. розчином H_2SO_4 і додають кілька мл досліджуваного розчину. Знебарвлення $KMnO_4$ свідчить про присутність у розчині іонів S^{2-} , I^- або Br^- . Якщо розчин забарвлюється від виділеного броду чи йоду, це свідчить про наявність відповідних аніонів: I^- або Br^- . Якщо випадає осад сірки, то в розчині присутній аніон S^{2-} .

Відкриття іонів.

Відкриття S^{2-} -аніону. S^{2-} -іон виявляють з розчину: а) $Cd(NO_3)_2$; б) $Na_2[Fe(CN)_5NO]$; в) $Pb(CH_3COO)_2$.

Видалення S^{2-} -аніону. Якщо в досліджуваному розчині присутні іони S^{2-} , то для виявлення інших аніонів його видаляють дією розчину $Cd(NO_3)_2$ до повного осадження сульфідів. Осад відфільтровують і не досліджують.

Виявлення Cl^- -аніонів. При відсутності S^{2-} -іона хлорид, бромід і йодид виявляють солями Hg^{2+} . До 0,3 мл досліджуваного розчину і додають 1 мл розчину $Hg(NO_3)_2$. За присутності лише іона I^- – утворюється помаранчевий осад; за присутності Br^- -іона – білий осад; за присутності обох іонів утворюється білий осад з помаранчевим відтінком.

Після повного осадження Br^- і I^- осад відфільтровують. До фільтрату додають 0,5 мл 2н. розчину HNO_3 і 0,3 мл 2н. розчину $Hg_2(NO_3)_2$. У присутності Cl^- утворюється білий осад Hg_2Cl_2 .

Відкриття I^- -аніону. I^- -іон виявляють з фільтрату після відділення S^{2-} -аніону будь-якою характерною реакцією.

Відкриття Br^- . Для виявлення іонів Br^- необхідно, щоб концентрація I^- була мінімальною. До фільтрату, що не містить S^{2-} -аніону, додають кілька мл розчину CH_3COOH і $NaNO_2$. I^- -аніон окиснюється до вільного I_2 . Розчин нагрівають до кипіння. При цьому більша частина йоду сублімується (фіолетова пара), і розчин – знебарвлюється.

Після охолодження досліджуваного розчину (після вилучення більшої частини йоду), до нього додають 1 мл 2н. розчину H_2SO_4 і кілька мл бензену. У присутності йоду шар бензену забарвлюється у червоно-фіолетовий колір. До розчину, при постійному струшуванні, краплями додають хлорну воду до зникнення червоно-фіолетового забарвлення. При цьому шар бензену забарвиться у жовтий колір (при наявності Br^-) або знебарвиться (при його відсутності).

Відкриття Cl^- -аніону. До 3-5 мл досліджуваного розчину додають 2-3 мл 2н. розчину HNO_3 і розчин $AgNO_3$ до повного осадження аніонів другої групи. Осад фільтрують і промивають водою. Осад обробляють $NH_3 \cdot H_2O$ (при наявності в досліджуваному розчині Br^- - реактивом Фаургольта). При цьому $AgCl$ переходить у розчин у вигляді комплексної солі діамінаргентум хлориду $[Ag(NH_3)_2]Cl$. Фільтрат ділять на дві частини. До однієї додають розчин HNO_3 до кислої реакції. До іншої – розчин KI . Поява каламуті у першій пробірці і утворення осаду в другій свідчить на присутність Cl^- .

Аналіз суміші аніонів II групи

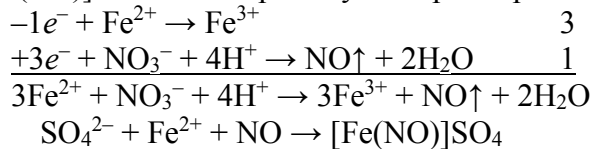
| № операції | Досліджувана речовина | Реактив | Спостереження | Висновок | Можливий склад речовини | |
|------------------------|-----------------------|---------|---------------|----------|-------------------------|--------|
| | | | | | Осад | Розчин |
| Попередні випробування | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

РЕАКЦІЇ АНІОНІВ ІІІ АНАЛІТИЧНОЇ ГРУПИ

Аніони ІІІ аналітичної групи не мають групового реагенту.

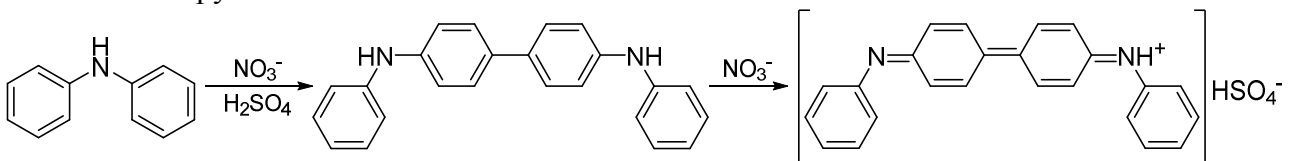
Реакції нітрат-іона

1. Дія катіонів ферум(ІІ) NO_3^- -іони з катіонами Fe^{2+} в присутності концентрованої H_2SO_4 утворюють коричневе кільце $[\text{Fe}(\text{NO})]\text{SO}_4$ на межі розділу двох рідин різної густини:



Дослід До 1 мл розчину NaNO_2 додають 1 мл розчину FeSO_4 , перемішують та обережно по стінці пробірки додають 2–3 мл концентрованої H_2SO_4 . Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

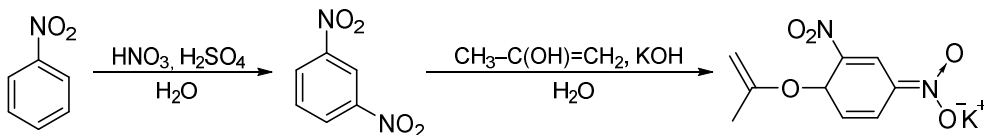
2. *Дія розчину дифеніламіну NO_3^- -іони окиснюють дифеніламін з утворенням сполуки синього кольору:



Заважають виявленню NO_3^- за цією реакцією окисники (NO_2^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- тощо).

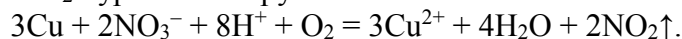
Дослід У пробірку вносять 2-3 краплі розчину дифеніламіну, а тоді 1 краплю розчину KNO_3 . Спостерігають утворення на стінках пробірки сполуки інтенсивно-синього забарвлення.

3. *Дія нітробензену $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$ Реакцію виконують сухим способом. Якщо до суміші нітробензену та концентрованої H_2SO_4 додати сіль нітратної кислоти, через 5 хв охолодити суміш у льодяній воді та повільно, при перемішуванні додати 10-кратний надлишок (за об'ємом) води, ту ж кількість 10М розчину NaOH і ацетону, збовтати, то верхній (органічний) шар набуде темно-фіолетового забарвлення:



Дослід. Наважку солі, еквівалентну близько 1 мг нітрат-іону (NO_3^-) додають до суміші 0,1 мл нітробензену і 0,2 мл сульфатної кислоти і через 5 хв охолоджують у льодяній воді. Продовжуючи охолодження, повільно, при перемішуванні, додають 5 мл води, 5 мл розчину концентрованого натрію гідроксиду, 5 мл ацетону, збовтують і відстоюють; верхній шар набуває темно-фіолетового забарвлення.

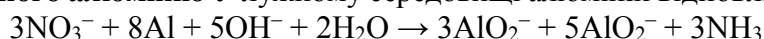
3. *Дія металічної міді Мідь у концентрованій H_2SO_4 відновлює NO_3^- -іон до NO , який на повітрі окиснюється до NO_2 бурого кольору:



Відкриттю NO_3^- за цією реакцією заважають іони NO_2^- , оскільки при взаємодії з H_2SO_4 вони дають нестійку HNO_2 , яка розкладається з виділенням NO_2 .

Дослід До 0,5 мл розчину NaNO_3 додають 0,5 мл концентрованої H_2SO_4 та шматочок металічної міді. Розчин нагрівають. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

4. Дія металічного алюмінію У лужному середовищі алюміній відновлює NO_3^- до NH_3 :



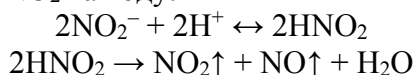
Аналогічно проходить реакція з цинковим пилом або порошком магнію.

Виявлення аніонів NO_3^- можна проводити лише за відсутності в розчині катіонів NH_4^+ .

Дослід До 1 мл розчину NaNO_3 додають шматочок металічного алюмінію, доливають 1-2 мл концентрованого розчину лугу та нагрівають. Виділення амоніаку виявляють за запахом або почервонінням змоченого водою папірця лакмусу, піднесеного до отвору пробірки. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

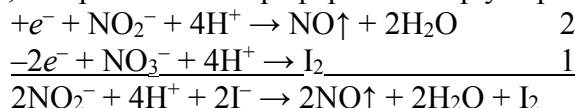
Реакції нітрит-іона

1. *Дія кислоти NO₂⁻-іони при дії сильних кислот утворюють нестійку нітритну кислоту HNO₂, яка розкладається на NO, NO₂ та воду:



Дослід До 1 мл розчину NaNO₂ додають 1 мл 1М розчину H₂SO₄. Зазначте аналітичний ефект. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

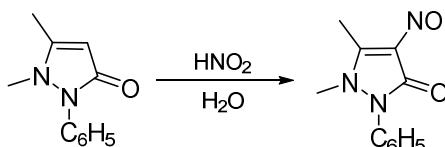
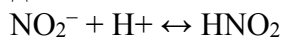
2. Дія розчину калію йодиду NO₂⁻-іони в присутності розбавленої мінеральної кислоти окиснюють I⁻-іони до вільного I₂, забарвлюючи хлороформний шар у червоно-фіолетовий колір:



Реакції заважають іони-відновники, які взаємодіють із йодом, знебарвлюючи розчин.

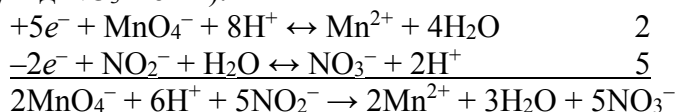
Дослід До 1 мл розчину NaNO₂ додають 1 мл 1М розчину H₂SO₄ та 0,5 мл бензену, 1 мл розчину KI і енергійно струшують. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

3. *Дія розчину антипірину NO₂⁻-іони реагують з антипірином у кислому середовищі з утворенням нітрозантипірину смарагдово-зеленого кольору:



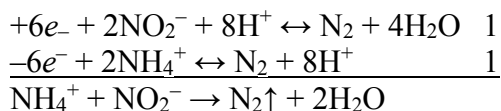
Дослід У фарфоровій чашці розчиняють кілька кристалів антипірину в 1 мл розведеної HCl та додають 2 мл NaNO₂. Зазначте аналітичний ефект.

4. Дія розчину калію перманганату NO₂⁻-іони в кислому середовищі знебарвлюють розчин KMnO₄ (на відміну від NO₃⁻-іонів):



Дослід До 1–2 мл розчину KMnO₄, підкисленого 1 мл 1М розчину H₂SO₄, додають при струшуванні 1–2 мл розчину NaNO₂. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

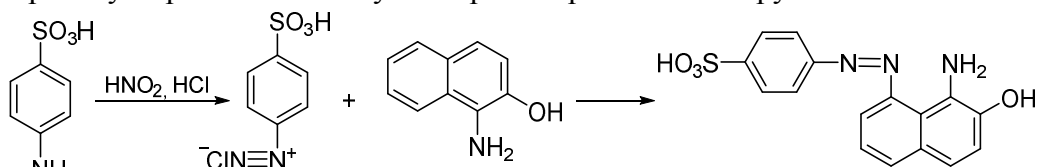
5. Дія амонію хлориду NO₂⁻-іони реагують із кристалічним NH₄Cl (при нагріванні) з утворенням N₂↑:



Цю реакцію використовують для видалення NO₂⁻-іонів при виявленні NO₃⁻-іонів.

Дослід До 1 мл розчину NaNO₂ додають кілька кристалів NH₄Cl та нагрівають на водяній бані. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

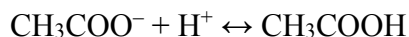
6. Дія реактиву Гріса (суміш сульфанілової кислоти та α-нафтиламіну) NO₂⁻-іони реагують з реактивом Гріса з утворенням азосполуки яскраво-червоного кольору:



Дослід Пробірку ополіскують розчином NaNO₂, а потім - дистильованою водою. У пробірку наливають нову порцію води, додають кілька мл сульфанілової кислоти і краплю α-нафтиламіну. Зазначте аналітичний ефект.

Реакції ацетат-іона

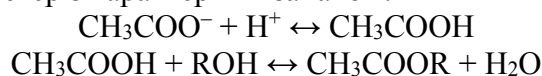
1. Дія кислот CH₃COO⁻-іони при дії сильних кислот утворюють CH₃COOH, яку виявляють за запахом:



Дослід До 1–2 мл розчину CH_3COONa додають 1–2 мл 1М розчину H_2SO_4 і обережно нагрівають. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

Збережіть суміш для наступного досліду.

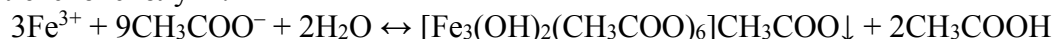
2. *Реакція естерифікації CH_3COO^- -іони в присутності концентрованої H_2SO_4 і спирту при нагріванні утворюють естер з характерним запахом:



Виявленню ацетат-іонів цією реакцією заважають іони, які при взаємодії з концентрованою H_2SO_4 утворюють леткі кислоти, або окиснюються з виділенням газів.

Дослід До 1 мл розчину CH_3COONa додають 0,5 мл концентрованої H_2SO_4 і 1-2 мл етилового, амілового або ізоамілового спирту. Суміш нагрівають на гарячій водяній бані протягом 2-3 хв. Після нагрівання вміст пробірки виливають у склянку з холодною водою. Утворений естер має специфічний запах, який залежить від природи спирту. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

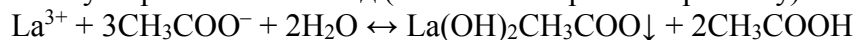
3. *Дія розчину ферум(III) хлориду CH_3COO^- -іони з катіонами Fe^{3+} утворюють червоний осад комплексної сполуки:



Аніони CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-} також утворюють із FeCl_3 відповідні осадки. Аніон I^- окиснюється катіоном Fe^{3+} до вільного I_2 , що надає розчину бурого забарвлення, подібного до забарвлення $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_3$. Тому виявлення аніонів CH_3COO^- іони проводять після видалення $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ усіх аніонів, що заважають проведенню реакції.

Дослід До 2 мл розчину CH_3COONa додають 1 мл розчину FeCl_3 . Зазначте аналітичний ефект. Розчин нагріти до кипіння. Спостерігати утворення осаду. Написати рівняння реакцій.

4. *Дія розчинів лантан(III) нітрату і I_2 CH_3COO^- -іони з катіонами La^{3+} і I_2 в амоніачному розчині при кип'ятінні утворюють синій осад (або синє забарвлення розчину):



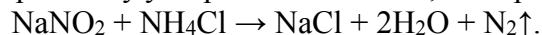
Виявленню аніонів CH_3COO^- заважають SO_4^{2-} і PO_4^{3-} -іони, які з катіонами La^{3+} утворюють осад $\text{La}_2(\text{SO}_4)_3$ та LaPO_4 .

Дослід До 1 мл розчину CH_3COONa додають 0,25 мл розчину $\text{La}(\text{NO}_3)_3$, 0,1 мл розчину йоду і 0,1 мл розчину амоніаку. Одержану суміш обережно нагрівають до кипіння. Зазначте аналітичний ефект. Написати рівняння реакції.

АНАЛІЗ СУМІШІ АНІОНІВ ДРУГОЇ ГРУПИ

Відкриття NO_2^- -аніону проводять: а) I^- -іоном; б) реактивом Гріса.

Видалення NO_2^- -аніону. Якщо розчин містить аніон NO_2^- , то для виявлення інших аніонів його видаляють. До досліджуваного розчину додають кілька кристаликів NH_4Cl і нагрівають 2-3 хв. до припинення виділення газу. При цьому утворюється NH_4NO_2 , який розкладається:



Відкриття NO_3^- -аніону проводять після видалення NO_2^- металічною міддю або солями Fe^{3+} . Якщо розчин не містить NO_2^- , то виявлення проводять алюмінієм або дифеніламіном.

Відкриття CH_3COO^- -аніону проводять: а) FeCl_3 ; б) реакцією із спиртами (етиловим, аміловим або ізоаміловим).

Аналіз суміші аніонів III групи

| № операції | Досліджувана речовина | Реактив | Спостереження | Висновок | Можливий склад речовини | |
|------------|-----------------------|---------|---------------|----------|-------------------------|--------|
| | | | | | Осад | Розчин |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

Аналіз суміші аніонів другої та третьої груп**Попередні дослідження.**

Перевірка наявності аніонів другої групи. До 3-5 мл досліджуваного розчину додають 2-3 мл 2 н. розчину HNO_3 і краплю розчину AgNO_3 . Якщо випадає осад, то присутні аніони другої групи. При цьому осад, у присутності S^{2-} має чорний колір, у жовтий - у присутності I^- , у світло-жовтий - у присутності Br^- , у білий - у присутності Cl^- .

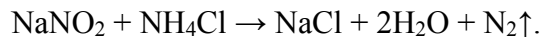
Перевірка на іони-відновники. Краплю розчину KMnO_4 підкислюють 2-3 мл 2 н. розчину H_2SO_4 і додають кілька мл досліджуваного розчину. Знебарвлення KMnO_4 свідчить про присутність у розчині йонів-відновників: S^{2-} , NO_2^- , I^- , Br^- . Якщо розчин забарвлюється від виділеного бромиду чи йодиду, то це свідчить про наявність аніонів I^- або Br^- . Якщо випадає в осад сірки, то – S^{2-} . Якщо розчин стає прозорим і безбарвним, то в розчині присутній NO_2^- .

Відкриття іонів.

Відкриття CH_3COO^- -аніону проводять: а) ферум(III) хлоридом після осадження аніонів другої групи; б) етиловим, аміловим або ізоаміловим спиртом.

Відкриття NO_2^- -аніону проводять: а) йодид-іоном; б) реактивом Гріса.

Видалення нітрит-аніону. Якщо в досліджуваному розчині присутній NO_2^- -іон, то для виявлення NO_3^- -аніону його слід видалити. До досліджуваного розчину додають кілька кристалів NH_4Cl і нагрівають 2–3 хв. до припинення виділення газу. При цьому утворюється амоній нітрит, який легко розкладається:



Відкриття NO_3^- -аніону проводять після видалення нітриту за допомогою міді або солі Fe^{2+} . Якщо досліджуваний розчин не містить нітриту, можна використовувати реакції з алюмінієм.

Відкриття S^{2-} -аніону. Сульфід-аніон виявляють з розчину: а) кадмій нітратом; б) натрій нітроприсидом.

Видалення S^{2-} -аніону. Якщо досліджуваний розчин містить S^{2-} -іон, то для виявлення аніонів другої групи його видаляють. До досліджуваного розчину додають розчин $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ до повного осадження сульфиду. Осад фільтрують і не досліджують.

Відкриття I^- -аніону. Йодид-аніон виявляють з фільтрату після відокремлення S^{2-} -аніону будь-якою характерною реакцією.

Відкриття бромід-аніону. Для виявлення Br^- необхідно, щоб концентрація йодиду була мінімальною. До фільтрату після відділення I^- -аніону додають кілька мл розчину CH_3COOH і натрій нітриту. При цьому I^- -аніон окиснюється до вільного йоду. Вміст пробірки кип'ятять. Більша частина йоду випаровується (фіолетова пара), і розчин поступово знебарвлюється.

Після охолодження в пробірку наливають 1 мл 2 н. розчину H_2SO_4 , краплю досліджуваного розчину і кілька мл бензену. В присутності йоду шар, бензену забарвлюється у червоно-фіолетовий колір. Краплями додають хлорну воду, постійно струшуючи пробірку до зникнення червоно-фіолетового забарвлення. При цьому шар бензолу забарвиться у жовтий колір (при наявності Br^-) або знебарвиться (при його відсутності).

Відкриття Cl^- -аніону. До 3-5 мл досліджуваного розчину додають 2-3 мл 2 н. розчину HNO_3 і розчин AgNO_3 до повного осадження аніонів другої групи. Осад відфільтровують і промивають водою. Одержаний осад обробляють розчином амоніаку (за наявності в досліджуваному розчині бромиду – реактивом Фаургольта). Фільтрат розділяють на дві частини. До однієї додають розчин HNO_3 до кислої реакції. До іншої – розчин калій йодиду. Поява каламуті у першій пробірці і випадіння осаду в другій указує на присутність Cl^- .

Аналіз суміші аніонів другої та третьої груп

| № операції | Досліджувана речовина | Реактив | Спостереження | Висновок | Можливий склад речовини | |
|------------------------|-----------------------|---------|---------------|----------|-------------------------|--------|
| | | | | | Осад | Розчин |
| Попередні випробування | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

Аналіз суміші аніонів
Попередні дослідження.

Перевірка наявності аніонів першої групи. До досліджуваного розчину додають розчин BaCl_2 . Утворення осаду свідчить про присутність у розчині аніонів першої групи.

Перевірка наявності аніонів другої групи. До досліджуваного розчину додають 2-3 мл 2 н. розчину HNO_3 і кілька мл розчину AgNO_3 . Якщо випадає осад, то присутні аніони другої групи.

Перевірка на іони-відновники. Краплю розчину KMnO_4 підкислюють 2-3 мл 2 н. розчину H_2SO_4 і додають кілька мл досліджуваного розчину. Знебарвлення калію перманганату свідчить про присутність у розчині йонів-відновників: SO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- , I^- , Br^- . Якщо розчин забарвлюється, за рахунок утворення молекулярного броду чи йоду, то, відповідно, розчин містить аніони I^- або Br^- . Якщо утворюється осад сірки, то в розчині присутній аніон S^{2-} . Якщо розчин стає прозорим і безбарвним, то в розчині присутні SO_3^{2-} або NO_2^- .

Проба на виділення газів. До невеликої порції розчину додають розчин H_2SO_4 . Виділення газу свідчить про присутність CO_3^{2-} . Одержаний розчин підігривають. За запахом і кольором газів виявляють окремі аніони: бурий колір газу (NO_2) – NO_2^- -іони; запах тухлих яєць (H_2S) – S^{2-} -іони; запах оцту – CH_3COO^- -іони.

Відкриття іонів.

Окремі аніони виявляють не за групами, а за складністю їх відкриття, а саме: спочатку відкривають аніони, які можна виявити із загального розчину в присутності інших; ті аніони, які потребують вилучення з розчину інших аніонів, визначаються останніми.

Відкриття S^{2-} -іона. Сульфід-аніон виявляють з розчину на основі попередніх досліджень. Його присутність перевіряють кадмій нітратом.

Відкриття SiO_3^{2-} -іону проводять соляною кислотою або NH_4Cl з окремою порцією досліджуваного розчину.

Відкриття SO_4^{2-} -іона. Осад, після осадження силікату, відфільтровують, фільтрат добре підкислюють HCl і додають кілька мл BaCl_2 . Утворення білого осаду свідчить про присутність у розчині сульфат-іона.

Відкриття NO_2^- -аніону проводять: а) йодид-іоном; б) реактивом Гріса.

Відкриття SO_3^{2-} -іонів проводять розчинами окисників: а) калій перманганатом; б) йодом. За відсутності в іонів NO_2^- , SO_3^{2-} -іони виявляють з досліджуваного розчину розкладанням їх H_2SO_4 при нагріванні і виявленням утвореного SO_2 за знебарвленням розчину KMnO_4 . При наявності в розчині іонів NO_2^- , до окремої порції розчину додають BaCl_2 , відфільтровують і промивають одержаний осад солей барію аніонів першої групи. Далі осад змивають у пробірку, додають розчин HCl , нагрівають і пропускають утворений газ через розчин KMnO_4 .

За відсутності в розчині іонів S^{2-} , SO_3^{2-} -іони можна виявити йодною водою. До кількох мл йодної води додають досліджуваний розчин. Розчин йоду знебарвлюється. Якщо присутні іони S^{2-} , то їх осаджують кадмій нітратом. Осад відфільтровують і фільтратом діють на йодну воду.

Відкриття CO_3^{2-} -іонів. За відсутності SO_3^{2-} -іонів, CO_3^{2-} -іони виявляються з досліджуваного розчину дією H_2SO_4 при слабкому нагріванні і пропусканням отриманого CO_2 через розчин вапняної води. За присутності у досліджуваному розчині сульфат-іону, його попередньо переводять в сульфат дією H_2O_2 при нагріванні.

Відкриття фосфату проводять з контрольного розчину магnezіальною сумішшю, а за відсутності аніонів другої групи – молібденовою рідиною. За наявності в розчині аніонів другої групи до порції розчину додають BaCl_2 , осад фільтрують і, після промивання, розчиняють на фільтрі розбавленою HNO_3 . В отриманому розчині визначають PO_4^{3-} -іон молібденовою рідиною.

Відкриття I^- -аніону. Йодид-аніон виявляють з досліджуваного розчину натрій нітритом. Для збільшення чутливості, виявлення можна проводити у присутності крохмалю.

Відкриття I^- і Br^- -іонів. Аніони I^- і Br^- виявляють з досліджуваного розчину хлорною водою (у присутності бензену). У пробірку наливають 1 мл 2н. розчину H_2SO_4 , краплю досліджуваного розчину і кілька мл бензену. Потім додають краплями хлорну воду, постійно струшуючи пробірку. У присутності йодиду шар бензену забарвлюється у червоно-фіолетовий колір. Подальше додавання хлорної води призводить до зникнення червоно-фіолетового забарвлення.

Навчальне видання

ЦИГАНКОВ С. А., МОСКАЛЕНКО О. В.

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

Лабораторний практикум

Технічний редактор – І. П. Борис

Книга друкується з оригінал-макету замовника.

| | | |
|--------------------------------|---------------------|----------------|
| Підписано до друку __.03.23 р. | Формат 60x84/16 | Папір офсетний |
| Гарнітура Times | Обл.-вид. арк. 4,26 | Тираж 50 прим. |
| Замовлення № ____ | Ум. друк. арк. 8,37 | |



Ніжинський державний університет
імені Миколи Гоголя.

м. Ніжин, вул. Воздвиженська, 3^А
(04631) 7–19–72

E-mail: vidavn_ndu@ukr.net
www.ndu.edu.ua

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи
ДК № 2137 від 29.03.05 р.