

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
по дисциплине «Б.2.Б.3.Химия»
Аналитическая химия. Качественный анализ
для студентов агротехнологического и инженерного факультетов

Якутск – 2014 г.

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Якутская государственная сельскохозяйственная академия»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
по дисциплине «Б.2.Б.3.Химия»
Аналитическая химия. Качественный анализ
для студентов агротехнологического и инженерного факультетов

*по направлениям 110900 «Технология производства и переработки сельскохозяйственной
продукции», 111100 «Зоотехния», 110800 «Агроинженерия», 280100 «Природообустройство
и водопользование», 250100 «Лесное дело»*

Якутск – 2014 г.

УДК 543(075.8)
ББК 24.4я73

Химия: Аналитическая химия. Качественный анализ: методические указания по выполнению лабораторных работ для студентов агротехнологического и инженерного факультетов. - Якутск: ФГБОУ ВПО «Якутская ГСХА», 2013. – с.

Составители: Рожина М.Я., Дыбина С.М., Наумова Я.И.

Утверждена на заседании кафедры агробиохимии ФГОУ ВПО «Якутская ГСХА»: от «30» октября 2013г., протокол № 20.

Рекомендована к печати на заседании методического совета агротехнологического факультета ФГОУ ВПО «Якутская ГСХА» от «26» ноября 2013г., протокол № 3.

© Федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение высшего
профессионального образования
«Якутская государственная
сельскохозяйственная академия»,
2014

Рожина Мария Яковлевна,
Дыбина Светлана Михайловна,
Наумова Яна Ивановна.

Методические указания по выполнению лабораторных работ по дисциплине «Химия», Аналитическая химия, для студентов агротехнологического и инженерного факультетов.

Компьютерный набор и верстка:
Ответственный за выпуск

Наумова Я.И.
Дыбина С.М.

Подписано в печать
Бумага офисная. Формат А5
Гарнитура Times New Roman
Усл.печ.л. __. Тираж 50 экз. Заказ №

Отпечано на ризографе
Отдела автоматизации
Научной библиотеки
Федерального государственного
бюджетного образовательного
учреждения высшего
профессионального образования
«Якутской государственной
сельскохозяйственной академии»
677077, Якутск, ул. Красильникова, 15.

Содержание

1.	Введение.....	3
2.	Общие правила выполнения лабораторных работ.....	3
3.	Порядок оформления лабораторных работ.....	3
4.	Меры оказания первой помощи при несчастных случаях.....	4
5.	Качественный анализ.....	5
6.	Первая аналитическая группа катионов.....	5
7.	Вторая аналитическая группа катионов.....	9
8.	Анализ смеси катионов 1 и 2 групп.....	12
9.	Третья аналитическая группа катионов.....	13
10.	Четвертая аналитическая группа катионов.....	16
11.	Пятая аналитическая группа катионов.....	19
12.	Шестая аналитическая группа катионов.....	22
13.	Качественные реакции на анионы.....	25
14.	Первая аналитическая группа анионов.....	26
15.	Вторая аналитическая группа анионов.....	27
16.	Третья аналитическая группа анионов.....	29
17.	Список литературы.....	32

Введение

Аналитическая химия – наука о методах и приемах определения качественного и количественного химического состава веществ или их смесей. Знание аналитической химии необходимо при изучении специальных дисциплин: почвоведения, общего земледелия, агрономической химии, физиологии животных и растений, микробиологии, химической защиты растений, процессов переработки продукции сельского хозяйства.

Каждая работа имеет теоретическую и экспериментальную части.

Предлагаемое методическое пособие может быть полезно практическим работникам сельскохозяйственных лабораторий.

Общие правила выполнения лабораторных работ

Лабораторные работы являются одной из важнейших составных частей курса химии. Для их выполнения студенту необходимо ознакомиться с оборудованием, измерительными приборами, а также с техникой проведения основных лабораторных операций.

Поскольку в химической лаборатории находятся электроприборы, газ, ядовитые и огнеопасные вещества, студенты должны строго соблюдать правила внутреннего распорядка и техники безопасности.

Перед каждым лабораторным занятием студент должен изучать соответствующий раздел учебника, конспекта лекций и описание лабораторной работы.

Порядок оформления лабораторных работ

При выполнении лабораторных работ необходимо все записи производить в следующем порядке:

1. Дата, номер, название работы и опыта.
2. Цель работы.

3. Конспект теоретического материала.
4. Краткое описание хода опыта.
5. Результаты, полученные при его выполнении.
6. Выводы.

При проведении эксперимента необходимо соблюдать следующие правила:

1. Опыты проводят всегда в чистой посуде.
2. Нельзя выливать избыток реактива из пробирки обратно в реактивную склянку.
3. Склянки (и другие сосуды) с растворами должны быть снабжены этикетками, указывающими, что в них содержится. Нельзя пользоваться реактивами без этикеток.
4. Все реакции, сопровождающиеся выделением ядовитых газов и паров (например сероводорода, брома и другие) выполняют под тягой.

При пользовании спиртовками запрещается зажигать их одну от другой, так как при этом можно разлить спирт и вызвать пожар. Нельзя задувать пламя спиртовки. Тушат спиртовку, закрывая ее колпачком.

Нельзя пробовать на вкус химические вещества. Не следует нюхать вещества непосредственно из горла склянки. Газообразное (или парообразное) вещество направляют к носу движением рукою.

Меры оказания первой помощи при несчастных случаях

В лаборатории бывают случаи, требующие неотложной медицинской помощи, - порезы рук стеклом, ожоги горячими предметами, кислотами, щелочами. В особо серьезных случаях необходимо немедленно обратиться к врачу.

Для оказания первой помощи в лаборатории имеется аптечка. Основные правила первой помощи сводятся к следующему:

1. При ранении стеклом удалите осколки из раны, смажьте края раны раствором йода и перевяжите бинтом.
2. При ожоге рук или лица реактивом смойте реактив большим количеством воды, затем либо разбавленной уксусной кислотой (в случае ожога щелочью), либо раствором соды (в случае ожога кислотой), а затем опять водой.
3. При ожоге горячей жидкостью или горячим предметом обожженное место обработайте свежеприготовленным раствором перманганата калия, смажьте обожженное место мазью от ожога или вазелином. Можно присыпать ожог содой и забинтовать.
4. При химических ожогах глаз обильно промойте глаза водой, используя глазную ванночку, а затем обратитесь к врачу.

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

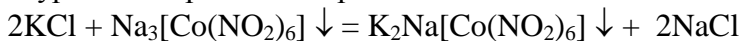
ПЕРВАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

К первой аналитической группе катионов относятся катионы, образованные I-ой группой периодической таблицы Д.И.Менделеева, и сюда же включен катион аммония.

Особенностью катионов I группы является то, что у них нет группового реактива.

Катион калия

1. Гексанитрокобальтат натрия – $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ – осаждает катион калия в виде желтого осадка $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. К 3-4 каплям раствора соли калия прибавить 3 капли раствора $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. Напишите уравнение реакции образования осадка.



Проверьте растворимость осадка в соляной и уксусной кислотах. Убедитесь в том, что осадок растворяется в соляной и не растворяется в уксусной кислоте.

Щелочами реактив разлагается с образованием бурого осадка. Проверьте! Для этого к 2-3 каплям раствора $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ прибавьте 5 капель щелочи, нагрейте. Выпадает осадок:



Вывод: указанный реактив можно применять только в нейтральной или слабо кислой среде.

Убедитесь, что гексанитрокобальтат натрия осаждает не только катион натрия, но и катион аммония, проведите реакцию с солью аммония. Катион аммония мешает открытию катиона калия.

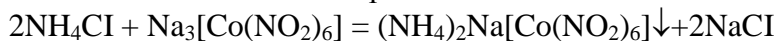
В сильноокислой среде образуется очень нестойкая кислота $\text{H}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$:



Однако в уксусной кислоте ни сам реактив, ни образующийся осадок не разрушаются.

Потирание стеклянной палочкой о стенки пробирки предотвращает образование пересыщенного раствора и ускоряет выпадение осадка. Из разбавленных растворов он выделяется после непродолжительного стояния.

Присутствие солей аммония мешает выполнению реакции, так как при этом тоже выпадает жёлтый кристаллический осадок:



Ион Mg^{2+} , образующий с реактивом растворимое соединение, обнаружению калия не мешает.

Таким образом, катион K^+ следует обнаруживать действием гексанитрокобальтата (III) натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ в нейтральном или уксуснокислом растворе, который может содержать Mg^{2+} , но не содержит солей аммония, они должны быть предварительно удалены прокаливанием.

Кислая виннонатриевая соль (гидротартрат натрия) – $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ осаждает катион калия в виде белого кристаллического осадка. Налейте в пробирку 1 мл раствора соли калия и добавьте 10 капель реактива $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$. Если осадка нет, поместите пробирку в снег или под струю холодной воды и стеклянной палочкой протрите внутреннюю стенку пробирки. Полученный осадок разделите на 5 частей. К первой части добавьте щелочь, ко 2-ой – соляной кислоты, к третьей – уксусной кислоты, к 4-ой – немного воды и нагрейте, к 5-ой – большое количество воды.

Во всех случаях осадки растворились, не растворился осадок только в уксусной кислоте.

Вывод: осадить катион калия можно только при определенных условиях:

- а) нейтральная или слабокислая среда;
- б) достаточно высокая концентрация раствора;
- в) низкая температура;
- г) механическое воздействие (потирание палочкой).

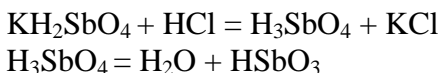
Катион аммония мешает открытию катиона калия, так как гидротартрат натрия осаждает и катион аммония. Проверьте!

Сухая соль калия или насыщенный раствор, внесенный в бесцветное пламя спиртовки, дает фиолетовое окрашивание (демонстрирует преподаватель).

Катион натрия

1. Дигидроактимонат калия (ортосурьмянокислый калий) – KH_2SbO_4 с катионом натрия образует белый кристаллический осадок. Налейте в пробирку 1 мл раствора соли натрия и добавьте несколько капель реактива. Если осадка нет, охладите пробирку, потрите стеклянной палочкой о внутреннюю стенку пробирку. Полученный осадок разделите на 5 порций и проверьте растворимость его в соляной, уксусной кислотах, в щелочах, в горячей и большом количестве холодной воды.

Сделайте вывод о растворимости осадка. Напишите уравнения реакций получения и растворения осадка. Обратите на тот факт, что условия осаждения катиона натрия такие же как и катиона калия. Необходимо знать, что дигидроантимонат калия разлагается сильными кислотами и солями аммония с образованием аморфного осадка метасурьмяной кислоты:



2. Бесцветное пламя горелки окрашивается солями натрия в желтый цвет. Следует помнить, что желтая окраска маскирует окраску, вызванную солями калия. В этом случае пламя надо рассматривать через два синих кобальтовых стекла. Они адсорбируют натриевую окраску. Калиевое пламя тогда кажется красным.

Катион аммония

Соли аммония при нагревании разлагаются с выделением аммиака и соответствующей кислоты, например:



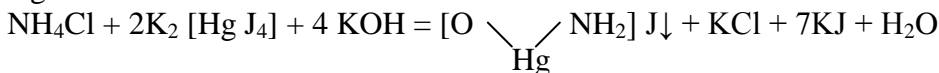
Этими свойствами солей аммония пользуются для удаления ?? раствора катиона аммония. Для этого раствор выпаривается и сухой

остаток прокаливают до полного разложения аммонийной группы с выделением аммиака. Полнота удаления определяется реактивом Несслера (см. ниже)

1. Едкие щелочи вытесняют из солей аммония аммиак, который обнаруживается по запаху и посинению влажной красной лакмусовой бумажки.

Смочите красную лакмусовую бумажку водой, в пробирку поместите 1 мл раствора соли аммония, добавьте 10 капель раствора щелочи и нагрейте. К отверстию пробирки поднесите подготовленную лакмусовую бумажку, не касаясь стенок. Опишите, что наблюдаете, напишите уравнения реакций.

3. Реактив Несслера – это щелочной раствор комплексной соли $K_2 [Hg J_4]$, с солями аммония дает красно-бурый осадок йодистого меркуаммония. Эта реакция очень чувствительна.



Реактив Несслера применяют для того, чтобы обнаружить следы иона аммония. Из концентрированных растворов солей аммония осадок не выпадает.

В пробирку поместите несколько капель раствора соли аммония и добавьте 1-2 капли реактива Несслера. К осадку прибавьте еще 5-10 капель исследуемого раствора – полученный осадок растворяется. При малых концентрациях солей вместо красно-бурого осадка появляется желтый или оранжевый.

Сравнивая отношение катионов к применяемым реактивам, составим ход анализа для случая, когда в растворе предполагается наличие катионов калия, натрия и аммония.

1. Открыть катион аммония.

2. Удалить катион аммония. Для этого выпарить 5-10 мл. раствора в фарфоровой чаше, осадок нагревать до полного удаления аммиака. Полноту удаления катиона аммония проверить реактивом Несслера. Стеклопалочкой взять кристаллик осадка, растворить в небольшом количестве воды и добавить каплю реактива Несслера. Если появляется хотя бы желтое окрашивание, нагревание сухого остатка продолжать.

3. После полного удаления катиона аммония, осадок растворить 2 мл воды и открывать катионы калия и натрия. Помните, что в горячую посуду с нагретым осадком, холодную воду наливать нельзя.

Все аналитические реакции следует проводить в чистой посуде, а для последующего анализа брать новую порцию исследуемого раствора.

Контрольные вопросы

1. Место нахождения изучаемых катионов в периодической таблице Д.И.Менделеева.
2. Какой катион нельзя обнаружить в присутствии катиона аммония?
3. В какой последовательности надо вести анализ смеси катионов первой группы?
4. Какие реагенты называются индивидуальными, какие групповыми?
5. Что такое систематический ход анализа?

ВТОРАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

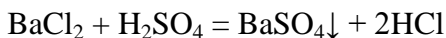
Ко второй аналитической группе катионов относятся катионы кальция, стронция, бария.

Образующие их металлы расположены во 2 группе периодической системы Д.И.Менделеева, называются щелочноземельными и отличаются высокой химической активностью, растущей от кальция к барию, относятся к S-семейству. Катионы второй группы бесцветны и водные растворы на окрашивают. Ионы кальция и бария образуют нерастворимые в воде сульфаты и карбонаты, поэтому в качестве групповых реактивов могут быть использованы раствор серной кислоты или раствор карбоната аммония с добавлением растворов хлорида аммония и гидроксида аммония.

Действие групповых реактивов

1. Серная кислота

Серная кислота и ее соли образуют с ионом бария белый мелкокристаллический осадок, нерастворимый в кислотах и щелочах:

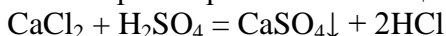


$\text{PP}_{\text{BaSO}_4} = 1,1 \times 10^{-10}$, растворимость этого осадка равна $2,5 \times 10^{-3}$ г/л – весьма незначительна, поэтому данная реакция является очень чувствительной.

Выполнение реакции.

К 2-3 каплям раствора хлорида бария добавить столько же раствора серной кислоты. К полученному осадку прилить 5 капель раствора соляной кислоты, убедиться, что сульфат бария в соляной кислоте не растворяется.

Серная кислота и ее соли при достаточной концентрации выделяют из растворов солей кальция белый кристаллический осадок:



Осадок сульфата кальция значительно растворим в воде. $\text{PP}_{\text{CaSO}_4} = 6,1 \times 10^{-5}$, растворимость CaSO_4 равна 2 г/л. Растворимость сульфата кальция может быть снижена введением органических растворителей (этанола, ацетона). Сульфат кальция растворим в горячей соляной кислоте.

2. Карбонат аммония

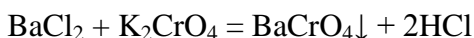
Горячий раствор карбоната аммония (50^0 - 70^0) в присутствии смеси растворов гидроксида и хлорида аммония более полно осаждает катионы кальция и бария, чем раствор серной кислоты и ее солей. Этот факт объясняется тем, что $\text{PP}_{\text{BaCl}_2} = 8 \times 10^{-9}$, (оно близко к $\text{PP}_{\text{BaSO}_4}$), а $\text{PP}_{\text{CaCO}_3} = 4,8 \times 10^{-9}$, т.е. значительно ниже, чем $\text{PP}_{\text{CaSO}_4}$. Поэтому в качестве группового реактива лучше использовать раствор карбоната аммония.

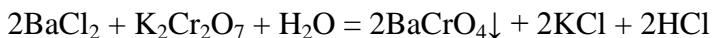
Выполнение реакции.

В одну пробирку налить 2-3 капли раствора хлорида бария, в другую 2-3 капли раствора хлорида кальция, в обе пробирки прилить равный объем растворов гидроксида аммония и хлорида аммония. Нагреть эти растворы до 50 - 70^0 и постепенно добавить 5-6 капель раствора карбоната аммония. Написать уравнения реакций образования карбонатов кальция и бария.

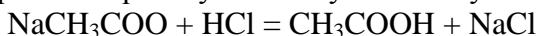
Катион бария

1. Хромат и бихромат калия образуют с ионами бария желтый осадок, нерастворимый в уксусной кислоте, но растворимый в сильных кислотах.





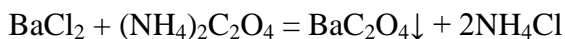
Последняя реакция обратима. Для полного осаждения катиона бария в реакционную смесь вводят ацетат натрия NaCH_3COO , который нейтрализует соляную кислоту.



Выполнение реакции.

К 5-6 каплям раствора хлорида бария добавить такое же количество хромата калия. Образовавшийся осадок разделить на две части: к одной прилить раствор соляной кислоты, к другой – раствор уксусной кислоты. Написать уравнения реакции растворения осадка. При использовании в качестве реактива раствора добавить 3 капли раствора ацетата натрия и такое же количество раствора бихромата калия. Эти реакции служат для отделения бария от кальция.

3. Оксалат аммония (щавелевокислый аммоний) $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ из растворов солей бария выделяет белый осадок оксалата бария. Осадок растворим в соляной, азотной и уксусной кислотах при нагревании.



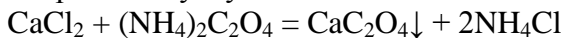
Выполнение реакции.

К 5-6 каплям раствора хлорида бария прилить равный объем оксалата аммония. Полученный осадок разделить на три части и убедиться, что он растворим в соляной, азотной и уксусной кислотах (в уксусной кислоте – при нагревании). Написать уравнения реакций растворения осадков.

Катионы кальция

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

С ионами кальция оксалат аммония образует белый кристаллический осадок, растворимый в сильных кислотах, но нерастворимый в уксусной кислоте.



Выполнение реакции.

К 5-6 каплям раствора хлорида кальция прилить равный объем раствора оксалата аммония, слегка нагреть, т.к. нагревание способствует быстрому осаждению оксалата кальция. Осадок разделить на две части, к одной добавить несколько капель соляной кислоты, к другой – несколько капель уксусной кислоты. Написать уравнения реакции.

2. Мурексид – органический краситель $C_8H_6N_6O_6$ в щелочной среде образует с ионами кальция растворимый комплекс красного цвета.

Выполнение реакции.

К 2-3 каплям раствора соли кальция прибавить 1-2 капли раствора гидроксида натрия или кальция и на кончике шпателя сухой смеси мурексида с хлоридом натрия (1:100). Провести аналогичную реакцию с ионами бария, убедиться, что с ионами бария мурексид дает фиолетовое окрашивание.

Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к 3 группе?
2. Какие реагенты используются в качестве групповой, для обнаружения и отделения катионов 3 группы?
3. Каким групповым реактивом предпочтительнее пользоваться и почему?
4. Каким образом можно отделить катион Ва от катиона Са, если они оба присутствуют в растворе?
5. Как можно обнаружить катион Са при наличии в растворе иона Ва ?
6. Какое действие оказывает ион ва и ион Са на организм человека и животных?

АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ 1 И 2 ГРУПП

Анализ смеси катионов 1 и 2 групп ведется по схеме:

1. Открыть катион аммония: а) к части раствора прилить 5 капель раствора КОН и нагреть; б) к части раствора добавить 1-2 капли реактива Несслера.
2. Проверить наличие в растворе ионов 2 группы, для чего к части раствора прилить 5-6 капель раствора соляной кислоты.
3. Осадить катионы 2 группы Ag^+ , Hg^{2+} , Pb^{2+} к исследуемому раствору добавить раствор соляной кислоты.
4. Фильтрация.

Осадок $AgCl$, Hg_2Cl_2 , $PbCl_2$
раствор

5. Обработать на фильтре горячей водой

Осадок AgCl , Hg_2Cl_2

раствор

6. Открыть Pb^{2+}

7. Осадок на фильтре раствором NH_4OH

Осадок

раствор

Если осадок чернеет, то имеется

ион $[\text{Hg}]^{2+}$

8. К раствору прилить конц. HNO_3 , если образуется белый осадок, то в исследуемом растворе ион Ag^+ .

9. Удалить из раствора ион аммония (выпарить раствор, прокалить сухой остаток и проверить полноту удаления иона аммония).

10. Растворить сухой остаток в небольшом объеме воды.

11. Открыть катион K^+ (часть раствора + $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$).

12. Открыть катион (часть раствора + KH_2SbO_4).

Результаты анализа занести в таблицу:

№	ИОН	Исследуемое вещество	Условия среда	Реактив	Наблюдения	Выводы

В конце работы сделать вывод.

ТРЕТЬЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

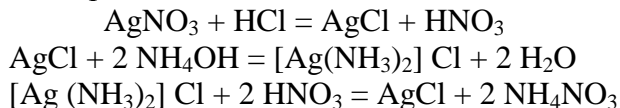
К третьей аналитической группе катионов относятся катионы серебра, одновалентной ртути, свинца. Хлориды перечисленных катионов нерастворимы в воде. Поэтому групповым реактивом на третью группу катионов является соляная кислота.

Катион серебра

Соляная кислота выделяет белый творожистый осадок хлорида серебра. К 2-3 каплям раствора соли серебра добавить 1-2 капли раствора соляной кислоты. К полученному осадку добавить раствор аммиака. Осадок растворяется в аммиаке с образованием

комплексного соединения и снова выпадает осадок при разрушении комплексного соединения азотной кислотой. Проверьте!

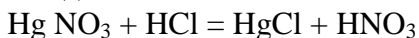
Запишите уравнения реакций:



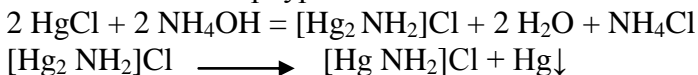
Эту реакцию можно считать специфической или характерной на ион серебра.

Катион одновалентной ртути $[\text{Hg}_2]^{2+}$

1. Соляная кислота осаждает катион ртути в виде белого осадка. К 2-3 каплям соли ртути HgNO_3 добавьте 1-2 капли раствора соляной кислоты. Выпадает осадок



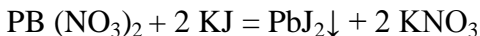
Выпавший осадок обрабатываем раствором аммиака. Наблюдается почернение осадка вследствие выпадения свободной ртути. Запишите уравнения реакций образования комплексной соли димеркураммония и разложения ее с выделением свободной ртути и комплексной соли – меркураммония.



Катион свинца Pb^{2+}

1. Соляная кислота осаждает катион свинца в виде хлорида PbCl_2 . К 2-3 каплям соли свинца $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ добавьте 1 каплю раствора соляной кислоты. Осадок разделите на две части. К одной части добавьте горячую воду, к другой – большое количество холодной воды. Что наблюдаете? Запишите. Вы убеждаетесь, что во всех случаях осадок хлорида свинца растворяется. Поэтому при осаждении свинца надо иметь в виду тот факт, что из горячего раствора полного осаждения быть не может.

2. Иодид калия осаждает свинец в виде желтого осадка PbJ_2 . К 5-6 каплям раствора соли свинца добавьте 2-3 капли KJ раствора иодида калия – KJ . Напишите уравнение реакции образования иодида свинца.



К полученному осадку прилейте 1 мл раствора уксусной кислоты, прокипятите. Осадок частично или полностью растворится,

после чего осторожно под краном охладите пробирку. В этом случае появится осадок в виде красивых волосистых чешуек.

Данную реакцию следует считать характерной на ион свинца.

Систематический ход анализа смеси катионов 2 группы основан на различной растворимости их хлоридов в горячей воде и растворе гидроксида аммония.

1. К части исследуемого раствора добавить соляной кислоты – катионы 2 группы в виде хлоридов перейдут в раствор.
2. Осадок отфильтровать.
3. Осадок на фильтре обработать горячей водой – катион свинца перейдет в раствор, где его обнаружим раствором КJ (в случае наличия катиона свинца выпадет осадок желтого цвета).
4. Оставшийся осадок на фильтре обработать раствором гидроксида аммония – катион серебра перейдет в раствор, где его обнаружим азотной кислотой (в случае наличия катиона серебра выпадает белый осадок).
5. В случае наличия в исследуемом растворе катиона одновалентной ртути оставшийся осадок на фильтре чернеет.

Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся ко второй группе катионов? Групповой реактив на катионы 2 группы.
2. Как отличить хлорид серебра от хлорида ртути?
3. Какими свойствами обладает хлорид свинца?

Задание для самостоятельной работы студентам

Составьте схему хода анализа для случая, если в растворе предполагается наличие катионов 1 и 2 групп. Запишите эту схему в рабочую тетрадь.

ЧЕТВЕРТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

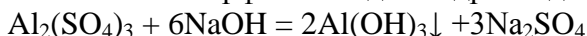
К четвертой аналитической группе катионов относятся катионы алюминия, цинка и хрома (III).

Хром и цинк – металлы, относящиеся к D-семейству. Алюминий относится к p-семейству. Для этих ионов характерным является способность к образованию комплексных соединений. Со щелочами

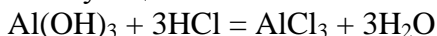
Al^{3+} , Zn^{2+} и Cr^{3+} образуют гидроксиды, обладающие амфотерными свойствами. При избытке щелочи образуют катионов четвертой группы образуют растворимые в воде соединения: алюминаты, хромиты, цинкаты. Групповой реактив – избыток раствора едкой щелочи (KOH или NaOH). Катионы алюминия и цинка не окрашены, катион Cr^{3+} окрашивает растворы в зеленый или голубой цвета.

Действие группового реактива

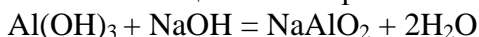
Катион алюминия из растворов солей алюминия щелочи выделяют белый аморфный осадок гидроксида алюминия



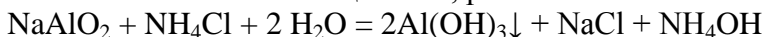
Гидроксид алюминия растворим в кислоте с образованием соответствующей соли



и в избытке щелочи с образованием алюмината



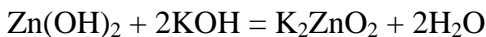
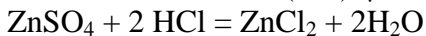
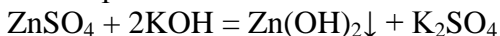
Алюминат в отличие от цинката, разлагается солями аммония



Выполнение реакции.

К 5-6 каплям соли алюминия прилить 2-3 капли раствора щелочи, разделить осадок на две части. К одной части добавить соляной кислоты, к другой избыток раствора щелочи. В пробирку с алюминатом добавить 2-3 капли насыщенного раствора хлорида аммония и нагреть. Убедиться в том, что снова образуется белый осадок гидроксида алюминия.

Катион цинка. С солями цинка едкие щелочи KOH или NaOH образуют белый осадок, растворимый в кислотах, а также в избытке щелочи с образованием цинката.

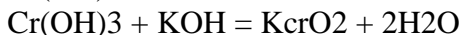
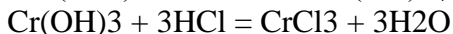
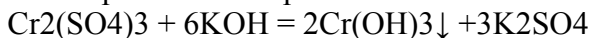


Выполнение реакции.

К 5-6 каплям раствора соли цинка прибавить 2-3 капли раствора гидроксида натрия или калия. Образовавшийся осадок разделить на две части. К одной добавить раствор соляной кислоты, к другой – избыток раствора щелочи. В пробирку с цинкатом добавить 2-3 капли насыщенного раствора хлорида аммония. При добавлении хлорида аммония к раствору цинката осадок гидроксида цинка не выпадает.

Этой реакцией пользуются для того, чтобы отличить алюминат от цинката.

Атион хрома (III). С ионом Cr^{3+} едкие щелочи KOH и NaOH образуют осадок зеленого цвета, растворимый в кислотах и в избытке щелочи с образованием хромита



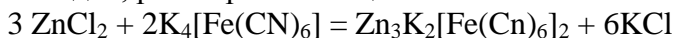
Выполнение реакции.

К 5-6 каплям раствора соли трехвалентного хрома прилить 2-3 капли раствора щелочи. Полученный осадок разделить на две части. К одной части прилить раствор соляной кислоты, к другой – избыток щелочи.

Индивидуальные качественные реакции

Качественная реакция на катион цинка Zn^{2+}

Гексациано (II) феррат калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ дает с ионом цинка белый осадок, растворимый в щелочах

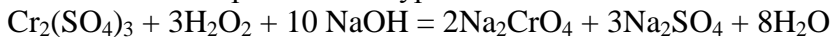


Выполнение реакции.

К 5-6 каплям раствора соли цинка прилить 3-4 капли раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, полученный осадок разделить на две части, к одной прибавить несколько капель соляной кислоты, к другой – несколько капель раствора щелочи.

Качественная реакция на катион Cr^{3+} .

Ионы трехвалентного хрома в щелочной среде окисляются при помощи перекиси водорода, при этом зеленый цвет раствора меняется на желтый. Реакция протекает по уравнению



Выполнение реакции.

2-3 капли раствора соли трехвалентного хрома помещают в пробирку, прибавляют 5-6 капель 2н раствора щелочи и 2-3 капли 3% раствора H_2O_2 и осторожно нагревают на пламени спиртовки. Раствор должен окрашиваться в желтый цвет. Полученный желтый раствор подкислить уксусной кислотой до слабо кислой реакции (раствор приобретает оранжевый оттенок) и прилить 3-4 капли раствора

хлорида бария. Наличие желтого осадка хромата бария подтвердит наличие в растворе ионов CrO_4^{2-} .

Качественная реакция на катион Al^{3+} .

Ализарин (спиртовой раствор) образует с гидроксидом алюминия внутрикомплексное соединение красного цвета. Так как ализарин способен давать окрашенные соединения и с другими катионами, то для устранения их влияния реакцию проводят в присутствии $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ капельным методом.

Выполнение реакции.

На полоску фильтровальной бумаги наносят каплю раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, подсушивают ее, на то же место помещают каплю испытуемого раствора (соли Al^{3+}). В результате этого все мешающие катионы остаются в центре пятна в виде ферроцианидов, а Al^{3+} за счет капиллярных сил перемещается на периферию в виде бесцветного водянистого кольца. Для соли алюминия в гидроксид, пятно выдерживают над склянкой с концентрированным аммиаком. Получившийся гидроксид алюминия смачивают каплей спиртового раствора ализарина и снова обрабатывают парами аммиака. Появление розовой или красной окраски кольца, которая становится ярче после подсушивания бумаги, указывает на присутствие катиона алюминия. Подсушивание необходимо также для избытка аммиака, который сам дает с глизарином фиолетовое окрашивание.

Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к 4 аналитической группе?
2. Какой реактив является групповым на 4 группу катионов? Как групповой реактив действует на катионы 4 группы?
3. Каким образом можно отличить алюминат от цинката?
4. Укажите индивидуальные реактивы на катионы и условия проведения реакций с этими реактивами.

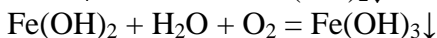
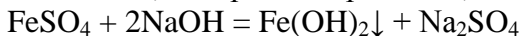
ПЯТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

Пятая аналитическая группа катионов включает катионы железа (II), железа (III), марганца (II), магния. Гидроксиды этих катионов нерастворимы в избытке щелочей и раствора аммиака, поэтому щелочь или раствор аммиака применяют в качестве

группового реагента. Все гидроксиды катионов пятой группы растворимы в сильных кислотах, но нерастворимы в воде и в щелочах.

Действие группового реагента

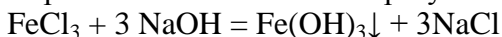
Катион железа (II). Растворы едких щелочей или 25% раствор аммиака с ионом двухвалентного железа образуют осадок серо-зеленого цвета, который со временем, окисляясь, переходит в бурый



Выполнение реакции.

Растворить несколько кристалликов сульфата железа (II) в 3-4 каплях воды и прилить равный объем равной щелочи. Осадок помещать и дать ему постоять, отметить изменение окраски. Растворить осадок в соляной кислоте, написать уравнения реакций образования и растворения осадка.

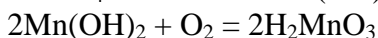
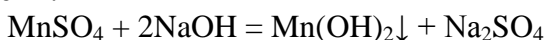
Катион железа (III). Едкие щелочи или 25% раствор аммиака с ионом трехвалентного железа образует осадок красно-бурого цвета.



Выполнение реакции.

К 2-3 каплям раствора хлорида железа (III) прибавить равный объем раствора щелочи или 25% раствора аммиака. Осадок растворить в соляной кислоте, написать уравнения реакций образования и растворения осадка.

Катион марганца (II). Едкие щелочи и раствор аммиака образуют с солями двухвалентного марганца осадок белого цвета, который немедленно темнеет, вследствие окисления его до марганцовистой кислоты.

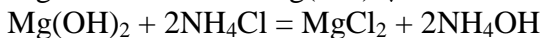
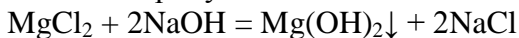


Выполнение реакции.

К 2-3 каплям раствора соли марганца (II) прилить 2-3 капли раствора щелочи, отметить цвет осадка в момент его образования. Оставить осадок для выполнения качественной реакции на ион Mn^{2+} со щавелевой кислотой.

Катион магния. Едкие щелочи образуют с катионом магния белый аморфный осадок гидроксида магния, растворимый в кислотах и солях аммония. Растворимость осадка в солях аммония объясняется тем, что гидроксид магния вступает в реакцию с солями аммония, в

результате которой образуется хорошо диссоциирующая соль магния и плохо диссоциирующий электролит NH_4OH . Равновесие реакции смещается в сторону последнего.



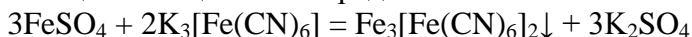
Выполнение реакции.

К 5-6 каплям раствора соли магния добавить равный объем щелочи. Полученный осадок разделить на две части и проверить его растворимость в соляной кислоте и в насыщенном растворе хлорида аммония. Написать уравнения реакций.

Индивидуальные качественные реакции

Качественная реакция на катион железа (II)

Гексациано (III) феррат калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ образует с ионами Fe^{2+} синий осадок турбулентной синей, устойчивый в кислой и разлагающийся в щелочной среде



Выполнение реакции.

В пробирку поместить несколько кристалликов сульфата железа (II), прилить 5-6 капель воды и после растворения соли добавить 5-6 капель раствора $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Наблюдать образование осадка. Осадок разделить на две части. К одной части прилить раствор соляной кислоты, а к другой раствор щелочи. Написать уравнение реакции.

Качественные реакции на катион железа (III).

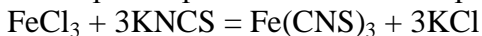
1. Гексациано (II) феррат калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ образует с ионом железа (III) темно-синий осадок берлинской лазури, устойчивый в кислой и разлагающийся в щелочной среде.

Выполнение реакции.

2-3 капли раствора соли железа (III) поместить в пробирку и прилить 2-3 капли $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Наблюдать образование осадка. Осадок проверить на растворимость в кислой и щелочной среде.

Написать уравнение реакции.

2. Роданид калия или аммония KCNS , NH_4CNS образует с ионом Fe^{3+} растворимое соединение красного цвета



При большом избытке ионов CNS^- образуются комплексные ионы состава $[\text{Fe}(\text{CNS})_4]^-$; $[\text{Fe}(\text{CNS})_5]^{2-}$; $[\text{Fe}(\text{CNS})_6]^{3-}$.

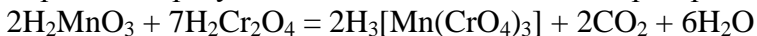
Реакцию следует проводить в кислой среде, $\text{pH}=2$.

Выполнение реакции.

К 2-3 каплям раствора хлорида железа (III) прилить 1-2 капли соляной кислоты и 3 капли роданида калия или аммония.

Качественная реакция на катион марганца (II).

1. Щавелевая кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ из оранжевого гидроксида марганца образует комплексное соединение ярко-розового цвета

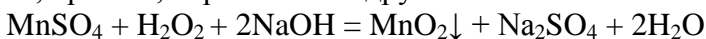


Выполнение реакции:

Осадок, полученный в опыте «действие группового реактива», обработать раствором щавелевой кислоты. Наблюдать появление розовой окраски.

2. Реакция окисления иона Mn^{2+} в щелочной среде.

Ионы двухвалентного марганца в щелочной среде окисляются хлором, бромом, перекисями и другими окислителями.

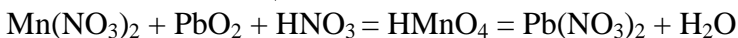


Выполнение реакции:

2-3 капли соли марганца (II) поместить в пробирку, добавить 5-6 капель раствора щелочи и 3 капли раствора перекиси водорода. Смесь нагреть на водяной бане.

3. Реакция окисления ионов Mn^{2+} в кислой среде.

Ионы двухвалентного марганца в кислой среде окисляются диоксидом свинца, переводящего ионы Mn^{2+} в ионы MnO_4^{2-} фиолетово-малинового цвета.

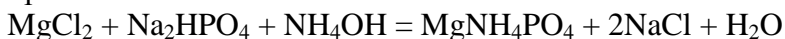


Выполнение реакции:

Поместить на кончике шпателя в пробирку диоксид свинца, добавить 5-6 капель концентрированной азотной кислоты, нагреть. Дать осадку отстояться или отцентрифугировать его, обратить внимание на окраску раствора. Если окраска раствора будет малиновой, то оксид свинца содержит следы марганца и для опыта не подходит. Если же окраска отсутствует, то нужно прибавить каплю разбавленного в 10 раз раствора соли Mn^{2+} . Смесь перемешать и нагреть. Для проведения этой реакции использовать нитрат или сульфит марганца.

Качественная реакция катиона магния (II) Mg^{2+} .

Гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 в присутствии хлорида и гидроксида аммония дает белый кристаллический осадок MgNH_4PO_4 растворимый в кислотах



Хлорид аммония добавляют для того, чтобы предупредить образование гидроксида магния.

Выполнение реакции:

К 2-3 каплям раствора соли прилить 2-3 капли раствора гидроксида аммония и столько же раствора хлорида аммония до растворения выпавшего осадка, затем приливают по каплям гидрофосфат натрия. Если выпадает аморфный осадок, то его нагревают, добавляют по каплям раствор гидроксида аммония.

Контрольные вопросы

1. Какие комплексные соединения применяются в качестве реактивов для обнаружения катионов пятой группы?
2. В какой среде устойчивы осадки берлинской лазури и турибулевой?
3. Какие окислительно-восстановительные реакции используются для обнаружения иона марганца (II)?
4. До какого конечного продукта ион марганца (II) окисляется в кислой среде и до какого продукта в щелочной?
5. Почему при выполнении реакции на ион с использованием диоксида свинца нужно применять разбавленный раствор соли марганца?
6. Для чего при проведении реакции открытия катиона магния в реакционную смесь вводят гидроксид аммония и хлорид аммония?

ШЕСТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

Шестую аналитическую группу катионов составляют катионы никеля (II), кобальта (II), меди (II), кадмия (II), ртути (II). В избытке раствора аммиака они образуют комплексные соединения, растворимые в воде.

Групповым реагентом на катионы шестой группы является раствор аммиака, взятый в избытке.

Раствор аммиака (не в избытке) взаимодействует с катионами шестой группы с образованием основных солей:





В избытке раствора аммиака осадки растворяются с образованием комплексных соединений:



Образование аммиаката кобальта происходит при нагревании и добавлении к смеси соль хлорид аммония (избыток катиона аммония сдвигает равновесие вправо).

Растворы аммиакатов устойчивы, за исключением аммиаката кобальта, который постепенно под влиянием кислорода воздуха переходит в аммиакат кобальта (III), вишнево-красного цвета.

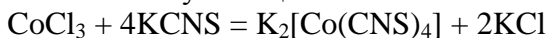
Действие группового реагента

Выполнение реакции:

Возьмите 3 пробирки, внесите в первую пробирку 3 капли раствора и соли меди, во вторую – 3 капли раствора соли кобальта, в третью – 3 капли раствора соли никеля. Во все три пробирки добавьте сначала по 3 капли 2н раствора гидроксида аммония, помешайте палочкой. Обратите внимание на цвет осадка. Затем добавьте в каждую пробирку по 6 капель 25% раствора аммиака, перемешайте. В раствор, содержащий ионы кобальта, добавьте несколько кристаллов хлорида аммония. Сравните цвет осадков с окраской комплексных солей.

Качественные реакции на катион кобальта (II)

1. Роданид аммония или калия KCNS, NH₄CNS образует с катионом кобальта (II) комплексную соль тетрародано(II)кобальтиата аммония сине-голубого цвета.



Ион $[\text{Co}(\text{CNS})_4]^{2-}$ неустойчив и легко распадется в водных растворах. Если к раствору прибавить амиловый спирт или смесь его с эфиром, взболтать, то это комплексное соединение переходит в смесь растворителей, так как оно более растворимо в них, чем в воде. Спиртовый слой при этом окрашивается в синий цвет. Для уменьшения диссоциации иона $[\text{Co}(\text{CNS})_4]^{2-}$ следует внести избыток иона CNS^- .

Выполнение реакции:

Поместите в пробирку 2-3 капли раствора соли кобальта (II), добавьте 6-10 капель насыщенного раствора роданида аммония или кристаллик этой соли, 5-6 капель смеси эфира с амиловым спиртом и взболтайте.

Ион Co^{2+} может быть открыт роданидом и аммония или калия в присутствии катионов всех аналитических групп.

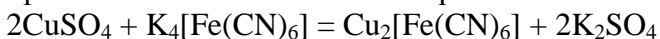
2. 2 α -нитро $-\beta$ -нафтол с катионом Co^{2+} образует красный осадок соли $\text{Co}[\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO})]_3$. нерастворимый в кислотах. Реакции мешают ионы Fe^{2+} , Cu^{2+} .

Выполнение реакции:

Каплю раствора соли кобальта наносят капилляром на полоску фильтровальной бумаги, прибавляют каплю реактива. Наблюдают эффект реакции.

Качественные реакции иона меди (II)

1. Гексациано(II)феррат калия образует с ионами Cu^{2+} красно-бурый осадок комплексной соли, разлагающейся щелочами и растворимой в избытке аммиака с образованием аммиаката меди



Выполнение реакции:

Прилейте 2-3 капли раствора соли меди (II), добавьте равный объем реактива. К осадку в одной пробирке прилейте щелочи, к осадку в другой – избыток раствора NH_4OH . Напишите уравнения реакции разложения осадка щелочью.

Контрольные вопросы:

1. Какие катионы входят в состав 6 аналитической группы? Что является групповым реактивом на эти катионы?

2. Какие вещества образуются при действии недостатка и избытка группового реактива на катионы 6 группы?

3. Какие реактивы используются для обнаружения катиона Co^{2+} ?

4. Какая реакция открытия катиона является специфической и какая индивидуальной?

5. Что такое экстракция? Применяется ли она при анализе катионов 6 группы?

6. В какой среде следует вести открытие ионов Cu^{2+} при помощи гексациано(II)феррата калия?

7. Можно ли открыть ион Cu^{2+} раствором аммиака в присутствии иона Co^{2+} ?

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА АНИОНЫ

Анионы на основании общности свойств делятся на три группы. Ниже приводится одна из принятых классификаций, основанная на различной растворимости солей бария, кальция, серебра. Большая часть анионов открывается характерными реакциями при совместном присутствии. Для открытия анионов в основном пользуются теми же реакциями, которые применяются при открытии катионов.

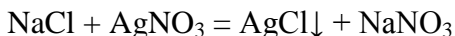
Таблица классификации анионов

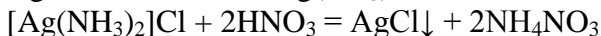
Группа	Характеристики группы	Групповой реактив	Состав группы
1	С ионами серебра образует осадки, не растворимые в азотной кислоте и не образует осадков с ионами Ba^{2+} и Ca^{2+}	Раствор AgNO_3 в азотнокислом растворе	Cl^- , J^- , Br^-
2	С ионами Ag^+ , Ba^{2+} , Ca^{2+} образуют осадки, растворимые в кислотах (кроме BaSO_4)	BaCl_2 в нейтральном или щелочном растворе	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , HPO_4^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
3	С ионами серебра, бария, кальция осадков не образует	Нет	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-

ПЕРВАЯ ГРУППА АНИОНОВ

Анион Cl^- :

Нитрат серебра образует с анионом хлора белый творожистый осадок, не растворимый в кислотах, но растворимый в растворе аммиака с образованием комплексной соли, которая разрушается азотной кислотой:





Выполнение реакции: к 2-3 каплям раствора хлорида натрия добавьте несколько капель нитрата серебра, выпадает творожистый осадок белого цвета. Оставьте в пробирке немного осадка и растворите его в насыщенном растворе аммиака. К полученному раствору комплексной соли прибавьте 1-2 капли концентрированной азотной кислоты. Вновь наблюдается появление белого творожистого осадка – AgCl.

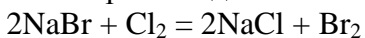
Анион брома Br:

Открывается окислением хлорной водой.

Вода, насыщенная хлором (молекулярный хлор), называется хлорной водой. Из солей иодистоводородной и бромоводородной кислот молекулярный хлор вытесняет (окисляет ионы брома) и иода в виде свободных молекул, отчего раствор приобретает желтую или желтобурную окраску.

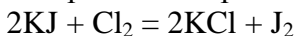
Выполнение реакции:

К 2-3 каплям раствора NaBr добавьте несколько капель хлорной воды. Появляется бурое окрашивание раствора. Прилейте к этому раствору около 1 мл бензола. Бром при этом экстрагируется. Обратите внимание на желтую окраску экстракта, эта реакция характерна на ион брома. Напишите уравнение реакции взаимодействия бромида натрия с хлорной водой:



Анион иода J-:

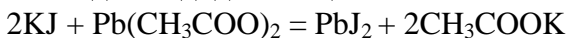
1. Открывается окислением хлорной водой аналогично реакция бромида натрия:



Выполнение реакции:

К 2-3 каплям раствора KJ добавьте несколько капель хлорной воды, затем прилейте 1 мл бензола, иод при этом экстрагируется. Обратите внимание на розовую окраску экстракта.

2. Растворимые соли свинца дают с ионами иода ярко-желтый осадок иодида свинца:



Выполнение реакции:

К 2-3 каплям раствора прилейте несколько капель раствора ацетата свинца. Желтый осадок иодида свинца растворите в 2 мл уксусной кислоты при нагревании, а затем охладите в струе холодной воды. При охлаждении выпадает в виде красивых золотистых кристаллов.

ВТОРАЯ ГРУППА АНИОНОВ

Анион SO_4^{2-} : действие хлорида бария BaCl_2 .

Хлорид бария осаждает ион SO_4^{2-} в виде белого осадка не растворимого в сильных кислотах.

В пробирку поместить 2-3 капли раствора сульфата натрия, добавить 2-3 капли хлорида бария. К небольшой части осадка добавить 5-6 капель соляной кислоты. Убедиться в том, что осадок не растворяется. Это самая характерная реакция на сульфат-ион.

Анион SO_3^{2-} (сульфит-ион):

1. Хлорид бария с сульфит-ионом дает белый осадок, растворимый в кислотах. В пробирку поместите немного сухой соли и растворите ее в небольшом количестве дистиллированной воды. К полученному раствору добавить несколько капель хлорида бария – выпадает осадок, к осадку добавить соляной кислоты. Осадок в соляной кислоте растворяется с выделением сернистого газа, который обнаруживается по резкому запаху. Напишите уравнения реакций образования и растворения осадка.

2. Окисление сульфит-иона перманганатом калия.

При этом ион MnO_4 восстанавливается до солей двухвалентного марганца. При этом малиновая окраска раствора исчезнет, т.к. ион Mn^{2+} бесцветен. Реакция протекает в кислой среде по следующей реакции:



Выполнение реакции:

Небольшое количество сухой соли сульфита натрия поместите в пробирку и растворите в 2 мл воды. В другую пробирку поместите 3-4 капли раствора KMnO_4 и добавьте 1-2 капли раствора серной кислоты. После этого добавьте раствор сульфита натрия из первой пробирки. Окраска исчезла.

Анион HPO_4^{2-} :

1. Молибденовислым аммонием $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$.

Молибденовая жидкость (раствор молибдата аммония в азотной кислоте) при нагревании с анионом HPO_4^{2-} дает желтый кристаллический осадок состава:



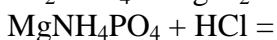
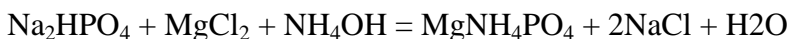
К 5-6 каплям раствора Na_2HPO_4 добавьте столько же капель молибденовой жидкости, дайте постоять. Если нет осадка, раствор следует слегка нагреть и добавить несколько кристаллов нитрата аммония. Выпавший осадок желтого цвета растворяется в едких щелочах и гидрате аммония. Для растворения берите мало осадка. Напишите уравнения реакции взаимодействия гидрофосфата натрия с молибдатом аммония.

2. Магнезиальная смесь – это смесь растворов следующих солей:



Магнезиальная смесь осаждает ион HPO_4^{2-} в виде белого осадка MgNH_4PO_4 – магнийаммонийфосфата, растворяющегося в уксусной и соляной кислотах.

К 5-6 каплям раствора Na_2HPO_4 добавьте несколько капель магнезиальной смеси. Выпадает белый осадок. Поделите осадок на две пробирки и растворите одну порцию в соляной, а другую – в уксусной кислотах. Напишите уравнения образования и растворения осадков.



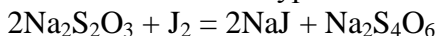
Анион тиосульфат $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$:

1. Сильные кислоты разлагают анион тиосульфата с выделением сернистого газа и свободной серы (желтый осадок). К 5-6 каплям тиосульфата натрия добавьте несколько капель соляной кислоты, через несколько секунд (но не сразу) выпадает осадок свободной серы и по запаху ощущаем сернистый газ.

Напишите уравнение реакции разложения тиосульфата натрия соляной кислотой.

2. Действие окислителей. В качестве окислителя возьмите раствор иода в количестве 5-6 капель и добавьте несколько капель тиосульфата натрия. Раствор иода обесцвечивается вследствие восстановления свободного иода до иона иода.

Тиосульфат натрия при этом переходит в тетраионовоокислый натрий. Реакция идет по уравнению:



ТРЕТЬЯ ГРУППА АНИОНОВ

Анион нитрат NO_3^- :

1. Сульфат железа восстанавливает азотную кислоту и ее соли до оксида азота.

В пробирку поместите несколько кристаллов сульфата железа и прилейте 2-3 капли раствора азотной кислоты, затем осторожно по стенке пробирки 6-8 капель концентрированной серной кислоты. На границе соприкосновения серной кислоты и сульфата железа появляется бурое кольцо. Реакция протекает по уравнению:



2. Дифениламин $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}_2$ окисляется азотной кислотой в продукт темно-синего цвета.

Поместите на предметное стекло каплю дифениламина в концентрированной серной кислоте и 2 капли раствора соли азотной кислоты. Появляется темно-синее окрашивание, вызываемое окислением дифениламина азотной кислотой. Открытию нитрат-иона мешают ионы NO_3^- , MnO_4^{2-} , Cr_2O_7^- , которые также окисляют дифениламин.

АНАЛИЗ СУХОЙ СОЛИ

(экспериментальная контрольная работа)

1. Предварительные испытания:

Берут около 1 г полученного для анализа вещества и растворяют в 15-20 мл дистиллированной воды. Прежде, чем приступить к анализу, обращают внимание на окраску раствора. Отсутствие окраски дает возможность предположить, что в растворе нет катионов Cr^{3+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} .

В случае наличия катионов хрома (III) в растворе, он окрашен в зелено-голубой цвет. При наличии катиона железа (III) раствор имеет бурю окраску, катиона меди (II) – голубую, катиона кобальта – розовую, катиона никеля – зеленую.

Если при прибавлении к отдельной пробе исследуемого раствора серной кислоты осадка не образуется, то в растворе отсутствуют

катионы Pb^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} и, вероятно, катион Ca^{2+} . Если же не выпадает осадок при пробе с соляной кислотой, то можно сделать вывод, что катионов Ag^+ , $[Hg_2]^{2+}$ и возможно Pb^{2+} нет.

Если же при прибавлении к отдельной пробе раствора гидроксида натрия не появляется черный осадок, то это является основанием предположить, катионы Hg^+ отсутствуют.

2. Обнаружение катиона:

1. Открыть катион NH_4^+ (часть раствора + NaOH).

2. Открыть катион Fe^{2+} (часть раствора + $K_3[Fe(CN)_6]$).

3. Часть раствора + $K_4[Fe(CN)_6]$.

Синий осадок

Есть Fe^{3+}

белый осадок

есть Zn^{2+}

вишневый осадок

есть Cu^{2+}

4. Открыть катион Mn^{2+} (часть раствора + NaOH + $H_2C_2O_4$).

5. Открыть катион Al^{3+} (часть раствора + избыток NaOH + NH_4Cl или ализарином).

6. Открыть катионы II группы (часть раствора + HCl).

Если осадок выпадает не сразу и желтеет, то в растворе есть анион $S_2O_3^{2-}$. При наличии белого осадка добавить к нему раствор NH_4OH

Осадок растворился

Есть Ag^+

почернел

есть Hg^+

не изменился

проверить на Pb^{2+}

7. Испытать раствор на наличие катиона Mg^{2+} (часть раствора + Na_2HPO_4).

8. Открыть катион Cr^{3+} (часть раствора + H_2O_2 + щелочь, нагреть).

9. Открыть катион Ba^{2+} (часть раствора + K_2CrO_4).

10. Открыть катион Ca^{2+} (часть раствора + $(NH_4)_2C_2O_4$).

11. Открыть катион K^+ (часть раствора + $NaHC_4H_4O$ или $Na[Co(NO_2)_6]$).

12. Открыть катион Na^+ (часть раствора + KH_2SbO_4).

3. Обнаружение аниона:

1. Предварительные испытания.

а) Испытание на анионы первой группы:

2 капли исследуемого раствора подкисляют 2 каплями раствора азотной кислоты и добавляют каплю раствора нитрата серебра. Выпадение осадка указывает на присутствие анионов I группы. В таком случае в отдельных порциях раствора откройте анионы I группы.

б) Испытание на анионы второй группы:

К 2 каплям исследуемого раствора добавляют 2 капли раствора хлорида бария. Если осадок белого цвета выпадет, то в растворе присутствуют анионы 2 группы. В таком случае проделайте частные реакции на анионы 2 группы.

в) Испытание на анионы третьей группы:

Анионы третьей группы не имеют группового реактива, поэтому их открывают дробным методом в отдельных порциях исследуемого раствора частными реакциями.

2. Обнаружение отдельных анионов.

а) Обнаружение аниона SO_4^{2-} .

Анион SO_4^{2-} открывается дробным методом, из отдельной порции исследуемого раствора действием раствора хлорида бария и в подкисленной азотной кислотой среде. В случае наличия иона SO_4^{2-} выпадает осадок белого цвета.

б) Обнаружение анион

Список литературы

1. Дорохова, Е.Н. Задачи и вопросы по аналитической химии / Дорохова, Е.Н. - М. : Мир, 2001. - 267 с.
2. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: учебник для вузов / Харитонов, Ю.Я. - 2-е изд., испр. - М. : Высш. шк., 2003 - В 2-х кн. Кн.1 : Общие теоретические основы. Качественный анализ. - 2-е изд., испр. - 615 с.
3. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: учебник для вузов / Харитонов, Ю.Я. - 2-е изд., испр. - М. : Высш. шк., 2003 - В 2-х кн. Кн.2 : Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. - 2-е изд., испр. - 559 с.
4. Основы аналитической химии: учебник для вузов / ред. Ю.А. Золотов. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высш. шк., 2002 - В 2-х кн. Кн.1 : Общие вопросы. Методы разделения. - 2-е изд., перераб. и доп. - 351 с.
5. Основы аналитической химии: учебник для вузов / ред. Ю.А. Золотов. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высш. шк., 2002 - В 2-х кн. Кн.2 : Методы химического анализа. - 2-е изд., перераб. и доп. - 494 с.
6. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы: учеб. пособие для вузов / ред. Золотов Ю.А. - М. : Высш. шк., 2002. - 412 с.
7. Васильев, Владимир Павлович. Аналитическая химия: в 2-х кн. / В. П. Васильев. - (Высшее образование). - ISBN 5-7107-8744-2 Кн. 2 : Физико-химические методы анализа : учебник для вузов. - 4-е изд., стер. - М. : Дрофа, 2004. - 384 с.
8. Васильев, Владимир Павлович. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач: учеб. пособием для вузов / В. П. Васильев, Л. А. Кочергина, Т. Д. Орлова. - 3-е изд., стер. - М. : Дрофа, 2004. - 318[2] с.