

**Міністерство освіти і науки України
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ДНІПРОВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»**

Якісний аналіз

**МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Аналітична хімія»
студентами спеціальності 161
Хімічні технології та інженерія**

Дніпро
2019

**Міністерство освіти і науки України
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ДНІПРОВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»**



ГЕОЛОГОРОЗВІДУВАЛЬНИЙ ФАКУЛЬТЕТ
Кафедра хімії

Якісний аналіз

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Аналітична хімія»
студентами спеціальності 161
Хімічні технології та інженерія

Дніпро
НТУ «ДП»
2019

Светкіна О.Ю.

Якісний аналіз. Методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Аналітична хімія» студентами спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» / О.Ю. Светкіна, О.Б. Нетяга, Г.В. Тарасова; М-во освіти і науки України, Нац. техн. ун-т «Дніпровська політехніка» – Д.: НТУ «ДП», 2019. – 46 с.

Автори:

О.Ю. Светкіна, проф. (вступ, розділи 1 – 5);

О.Б. Нетяга, ст. викл. (розділи 11 – 16);

Г.В. Тарасова, асистент (розділи 6 – 10).

Затверджено до видання методичною комісією зі спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» (протокол №3 від 29.01.2019 р.) за поданням кафедри хімії (протокол № 5 від 24.01.2019 р.).

Розглянуто основні положення та наведено методики виконання лабораторних робіт з якісного аналізу катіонів та аніонів за кислотно-основною класифікацією з дисципліни «Аналітична хімія». Методичні рекомендації мають допомогти студентам у виконанні контрольних задач після вивчення характерних реакцій для кожної аналітичної групи катіонів та аніонів.

Відповідальна за випуск завідувач кафедри хімії,
проф. О.Ю. Светкіна

ВСТУП

Предметом якісного хімічного аналізу є виявлення окремих елементів або іонів, що входять до складу досліджуваної речовини. Він здійснюється дробним та систематичним шляхом.

Дробним аналізом називається виявлення іонів за допомогою специфічних реакцій, що проводяться в окремих порціях досліджуваного розчину з довільною послідовністю.

Систематичний хід аналізу – це певна послідовність реакцій, розроблена з таким розрахунком, аби виявлення кожного даного іона провадилося після того, як буде визначено й видалено решту іонів, що перешкоджають цьому процесу.

При систематичному аналізі складну суміш, насамперед, розподіляють на окремі групи катіонів і аніонів, користуючись однаковою реакцією іонів однієї групи на дію реактиву, який називають **груповим реагентом**. Після поділу в кожній групі виявляють послідовно окремі катіони й аніони за допомогою характерних реакцій.

Аналітичні групи катіонів

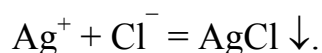
Розподіл катіонів на аналітичні групи залежить від їх реакції на різні аніони. У цих рекомендаціях використано кислотно-основну класифікацію. Відповідно до неї катіони поділяються на шість аналітичних груп за їх реакцією на кислоти (HCl, H₂SO₄) і луги (NaOH, NH₃H₂O), що є груповими реагентами.

Перша група катіонів не має групового реагенту.

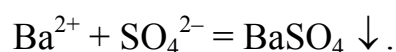
Катіони першої групи **Li⁺, Na⁺, K⁺, NH₄⁺** не осаджуються мінеральними кислотами та лугами і тому залишаються в розчині після видалення з нього катіонів усіх інших груп.

Друга група катіонів має груповий реагент HCl.

Катіони другої групи **Ag⁺, Pb²⁺, Hg₂²⁺** осаджуються хлоридною кислотою:

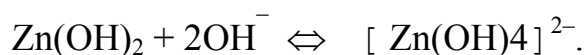
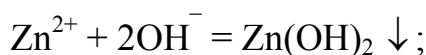


Третя група катіонів має груповий реагент H₂SO₄. Катіони третьої групи **Ca²⁺, Ba²⁺, Sr²⁺** осаджуються сульфатною кислотою:



Четверта група катіонів характеризується використанням у ролі групового реагенту надлишкової кількості лугу за наявності H_2O_2 , інколи без нього.

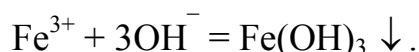
Катіони четвертої групи Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , As^{3+} , As^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} утворюють з лугом амфотерні гідроксиди, що розчиняються в його надлишку:



За наявності H_2O_2 катіони Cr^{3+} , As^{3+} , Sn^{2+} окиснюються відповідно до хромат-іонів CrO_4^{2-} , арсеніт-іонів AsO_4^{3-} та гексагідроксостанат(IV)-іонів $[\text{Sn}(\text{OH})_6]^{2-}$.

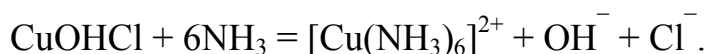
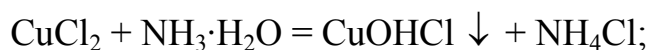
П'ята група катіонів має груповий реагент – розчин лугу або 25% -й розчин NH_3 .

Катіони п'ятої групи Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Bi^{3+} утворюють гідроксиди, важкорозчинні у воді та зовсім не розчинні в лугові:



Шоста група катіонів має груповий реагент – 25%-й розчин NH_3 .

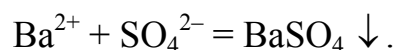
Катіони шостої групи Cu^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Hg^{2+} , Ni^{2+} утворюють гідроксиди, які розчиняються в надлишку розчину NH_4OH внаслідок утворення комплексних аміакатів:



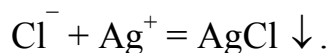
Аналітичні групи аніонів

За основу поділу аніонів на аналітичні групи беруть розчинність солей відповідних кислот з барієм і сріблом. При аналізі аніонів рідко користуються їх поділом на окремі групи, а роблять аналіз дробним методом. Групові реагенти використовуються тільки для виявлення присутності окремих груп аніонів.

Перша група аніонів має груповий реагент BaCl_2 у нейтральному (або слаболужному) розчині. Аніони першої групи SO_4^{2-} , CO_3^{2-} та ін. утворюють з розчином барій хлориду важкорозчинні солі:



Друга група аніонів має груповий реагент AgNO_3 за наявності розбавленої HNO_3 . Аніони другої групи Cl^- , S^{2-} та ін. утворюють з розчином аргентум нітрату солі, важкорозчинні не тільки у воді, але й у розбавленій HNO_3 :



Третя група аніонів групового реагенту не має. Аніони третьої групи NO_3^- , CH_3COO^- та ін. не осаджуються груповими реагентами першої та другої груп.

При вивченні реакцій, за допомогою яких можна виявити даний іон у розчині, рекомендується результати спостережень записувати в зошиті за формою, поданою в табл. 1.

Таблиця 1

Реакції на катіони першої аналітичної групи

Катіон	Реагент	Реакція	Умови	Ефект, що спостерігається	Дослідження
K^+	$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	$2\text{K}^+ + \text{Na}^+ + [\text{Co}(\text{NO}_2)_6]^{3-} = \text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	Оцтово-кисле середовище	Жовтий кристалічний осад	Сильними кислотами і лугами осад розкладається

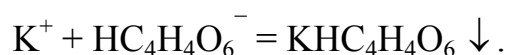
1. ПЕРША АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ



Більшість солей катіонів першої групи характеризуються доброю розчинністю у воді. Не існує групового реагенту, що осаджує всі три катіони даної групи. Добра розчинність їх хлоридів, сульфатів і гідроксидів дозволяє відокремити їх від катіонів інших п'яти груп.

1.1. РЕАКЦІЇ КАТІОНА K^+

1.1.1. Натрій гідротартрат $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ утворює з розчинами солей Калію білий кристалічний осад:



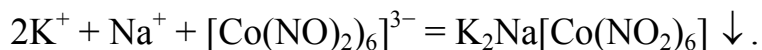
Долийте до пробірки 2 мл розчину будь якої солі Калію, додайте 2 мл розчину натрій гідротартрату і потріть скляною паличкою об стінки пробірки (калій гідротартрат схильний до утворення пересичених розчинів).

Після одержання осаду калій гідротартрату випробуйте його на дію мінеральних кислот, оцтової кислоти й лугу. Переконайтеся також у поліпшенні розчинності осаду при нагріванні. Для проведення дослідів збовтайте вміст пробірки, у якій отримано осад $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, і розлийте його в інші 4 пробірки.

До першої з них додайте 3 мл 2 N HCl , до другої – 3 мл 2 N NaOH і до третьої – 3 мл розчину CH_3COOH (оцтової кислоти). Четверту пробірку нагрійте. Результати дослідів занесіть у зошит і зробіть висновки про умови проведення реакції осаджування катіонів K^+ натрій гідротартратом.

Іони NH_4^+ і катіони інших аналітичних груп заважають виявленню іонів K^+ , оскільки утворюють осади з натрій гідротартратом.

1.1.2. Натрій гексанітрокобальтіат $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO})_2)_6]$ утворює з катіонами K^+ жовтий осад:

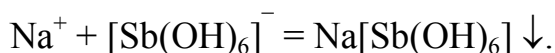


До 2 мл досліджуваного розчину солі калію додайте 2 мл розчину натрій гексанітрокобальтіату.

Випробуйте отриманий осад на дію мінеральних кислот (HCl або HNO_3), оцтової кислоти й лугу. Для цього вміст пробірки збовтайте і розділіть на три порції. До першої з них додайте 3 мл 2 N HCl , до другої – 3 мл оцтової кислоти, до третьої – 3 мл 2 N розчину NaOH . Результати досліджень занесіть у зошит і зробіть висновки про умови проведення осадження. Катіони NH_4^+ і катіони інших груп утворюють осади з $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO})_2)_6]$ і тому заважають виявленню іонів K^+ .

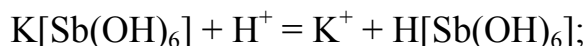
1.2. РЕАКЦІЯ КАТІОНА Na^+

Калій антимоанат $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ утворює з розчинами солей Na білий кристалічний осад натрій антимоанату:



До 2 мл розчину будь-якої солі Na додайте стільки ж розчину $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ і потріть скляною паличкою об стінки пробірки. Реакцію варто проводити в строго нейтральному середовищі (при $\text{pH} = 7$). У лужному середовищі осад не

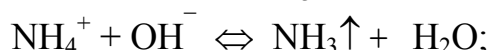
утворюється, у кислому з реактиву випадає білий аморфний осад сурм'яної кислоти, що помилково можна ідентифікувати як осад натрій антимоанату:



Осад натрій антимоанату випробуйте аналогічно осаду калій гідротартрату. Іони NH_4^+ та інших аналітичних груп заважають виявленню іонів Na^+ за допомогою даної реакції.

1.3. РЕАКЦІЇ КАТІОНА NH_4^+

1.3.1. Луги (NaOH або KOH) розкладають солі амонію при нагріванні з виділенням аміаку:

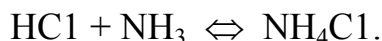


До 1 мл розчину солі амонію долейте 1 мл 2 н. розчину NaOH і нагрійте вміст пробірки до кипіння. Ознаками аміаку, який виділяється, можуть бути:

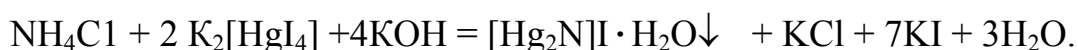
а) специфічний запах;

б) посиніння червоного лакмусового або почервоніння безбарвного фенолфталеїнового папірця, змоченого дистильованою водою і поміщеного над пробіркою, яка парує. При цьому папірець варто тримати над пробіркою, не торкаючись скла, щоб уникнути потрапляння на нього лугу;

в) утворення "димув" амоній хлориду при піднесенні до отвору пробірки скляної палички, змоченої концентрованою хлоридною кислотою:



1.3.2. Дія реактива Несслера ($K_2[HgI_4]$). В лужному середовищі з солями амонію він утворює помаранчево-коричневий осад основи Мілона:

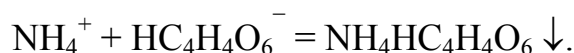


До 1 – 2 крапель солі амонію додати 2 краплі реактива Несслера. Утворюється помаранчево-коричневий осад.

1.3.3. Відношення іона NH_4^+ до дії реактивів на іони K^+ і Na^+ .

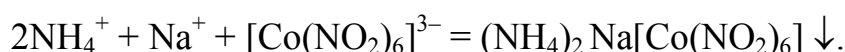
Наведені реакції а), б) і в) показують, що наявність іона NH_4^+ заважає виявленню іонів K^+ і Na^+ з таких причин:

а) Натрій гідротартрат утворює з іоном NH_4^+ білий кристалічний осад:



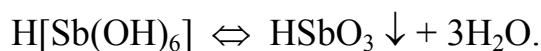
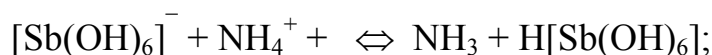
До 1 мл розчину солі амонію долейте такий же об'єм розчину натрій гідротартрату, потріть стінки пробірки скляною паличкою.

б) Натрій гексанітрокобальтіат утворить з іонами NH_4^+ жовтий кристалічний осад:



До 1 мл розчину солі амонію долейте 1 мл розчину натрій гексанітрокобальтіату.

в) Калій антимоанат у кислому середовищі, що утворюється за наявності NH_4^+ за рахунок гідролізу, перетворюється у білий аморфний осад HSbO_3 :



До 1 мл розчину солі амонію долейте 1 мл розчину калій антимоанату.

1.4. ВІДДІЛЕННЯ КАТІОНА NH_4^+ ВІД ІНШИХ КАТІОНІВ ПЕРШОЇ ГРУПИ

Для видалення катіона амонію користуються леткістю амонійних солей при нагріванні. Розчин, з якого потрібно видалити іони NH_4^+ , випарюють у порцеляновій чашці й після цього сухий залишок прожарюють до припинення виділення білого диму. При наявності NH_4Cl реакція йде за рівнянням:

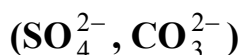


Оскільки солі Na і K важколеткі, вони залишаються при прожарюванні в чашці. Залишок після прожарювання розчиняють у 2 – 3 мл води й одержують розчин, що містить усі наявні катіони, за винятком іонів NH_4^+ . Результати дії вищезазначених реагентів зведено в табл. 2.

Дія реагентів на катіони першої аналітичної групи

Реагент	Катіон		
	K ⁺	Na ⁺	NH ₄ ⁺
Натрій гідротартрат	Об	–	Об
Натрій гексанітрокобальтіат	Ож	–	Ож
Калій антимонат	–	Об	Об
Луг	–	–	Г
Полум'я	Ф	Ж	–

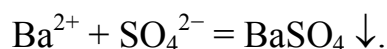
Умовні позначення: Об, Ож – осад білий, жовтий; Г – виділення газу; Ф, Ж – полум'я (фіолетове, жовте).

2. ПЕРША АНАЛІТИЧНА ГРУПА АНІОНІВ

Більшість солей, що містять аніони першої групи, нерозчинна у воді. Добре розчинними є солі лужних металів. Барієві солі, що утворюються при дії на аніони першої групи групового реагенту, по-різному реагують на дію кислот: ВаСО₃ розчиняється в кислотах, ВаSO₄ – ні.

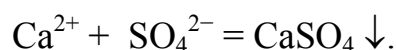
2.1. РЕАКЦІЇ АНІОНА SO₄²⁻

2.1.1. ВаСl₂ утворює з розчинами сульфатів білий кристалічний осад барій сульфату:



На відміну від ВаСО₃, осад ВаSO₄ утворюється й у солянокислому середовищі, оскільки барій сульфат не розчиняється в кислотах. Долийте до 1 мл розчину, що містить іони SO₄²⁻, 1 мл 2 N НСl і 1 мл розчину ВаСl₂.

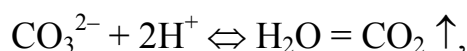
2.1.2. СаСl₂ утворює з розчинами сульфатів білий осад кальцій сульфату:



Долийте до 1 мл розчину, в якому знаходяться іони SO₄²⁻, 1 мл розчину СаСl₂. Осад випадає тільки за наявності досить концентрованих розчинів СаСl₂.

2.2. РЕАКЦІЇ АНІОНА CO_3^{2-}

2.2.1. При дії оцтової і мінеральної кислот на солі карбонатної кислоти виділяється вуглекислий газ:



який може бути виявлений через помутніння вапняної (насичений розчин $\text{Ca}(\text{OH})_2$) або баритової (насичений розчин $\text{Ba}(\text{OH})_2$) води:

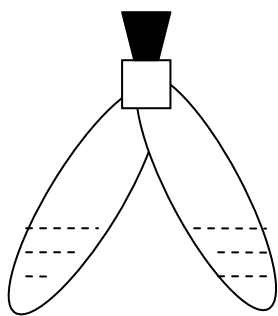
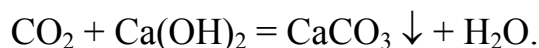
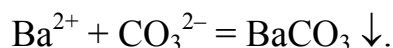


Рис. 1. Прилад для визначення CO_3^{2-} .

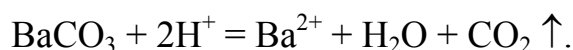
Для виявлення аніона CO_3^{2-} налейте в одне коліно приладу (рис. 1) 2 мл вапняної (баритової) води, у друге – 1 мл досліджуваного розчину.

Додайте в розчин 0,5 мл 2 N HCl і швидко закрийте прилад пробкою. Помутніння вапняної води вказує на присутність іонів CO_3^{2-} .

2.2.2. Барій хлорид утворює з розчинами карбонатів білий кристалічний осад барій карбонату:

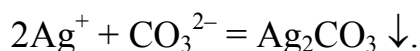


ій карбонат легко розчинний в оцтовій і мінеральній кислотах:



Долийте до 2 мл розчинного карбонату 2 мл розчину BaCl_2 . Збовтайте вміст пробірки й розділіть його на дві частини: до однієї з них прилийте 3 мл оцтової кислоти, а до другої – 3 мл 2 N HCl .

2.2.3. Аргентум нітрат утворює з розчинами карбонатів білий кристалічний осад аргентум карбонату:



Аргентум карбонат легко розчинний в оцтовій і мінеральній кислотах:



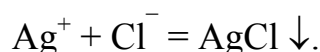
Долейте до 2 мл розчинного карбонату 5 крапель розчину AgNO_3 . Збовтайте вміст пробірки і розділіть на дві порції: до однієї з них долейте 1 мл оцтової кислоти, а до другої – 1 мл 2 N HNO_3 .

3. ДРУГА АНАЛІТИЧНА ГРУПА АНІОНІВ (Cl^- , S^{2-})

Солі Ag^+ з аніонами другої групи нерозчинні у воді й розбавленій нітратній кислоті. Солі Ba^{2+} з аніонами другої групи розчинні у воді.

3.1. РЕАКЦІЇ АНІОНА Cl^-

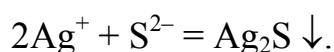
3.1.1. Аргентум нітрат утворює із хлорид-іонами білий сирнистий осад аргентум хлориду. Він утворюється також і в азотнокислому розчині:



Долейте до 1 мл розчину, що містить хлорид-іони, 0,5 мл 4 N HNO_3 5 – 7 крапель розчину AgNO_3 .

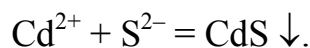
3.2. РЕАКЦІЇ АНІОНА S^{2-}

3.2.1. Аргентум нітрат утворює із сульфід-іонами чорний осад аргентум сульфїду:



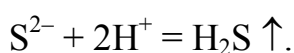
Додайте до 1 мл розчину Na_2S 5 крапель розчину AgNO_3 .

3.2.2. Солі Cd утворюють із сульфід-іонами жовтий або жовтогарячий осад кадмій сульфїду:



Додайте до 1 мл розчину Na_2S 5 – 7 крапель розчину солі Cd^{2+} .

3.2.3. При дії кислот на розчини сульфїдів виділяється газоподібний сірководень, запах якого можна відчути (запах тухлих яєць):



До 1 мл розчину Na_2S додайте 5 крапель 2 N розчину HCl (реакцію необхідно проводити у витяжній шафі).

4. ТРЕТЯ АНАЛІТИЧНА ГРУПА АНІОНІВ (NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-)

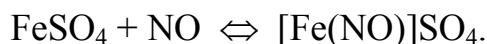
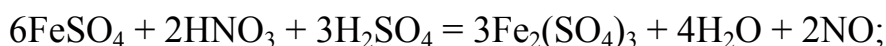
Аніони третьої аналітичної групи не мають групового реагенту.

4.1. РЕАКЦІЇ АНІОНА NO_3^-

4.1.1. Іони NO_3^- викликають зміну кольору розчину дифеніламіну $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$ із безбарвного на синій унаслідок окиснення нітратною кислотою (реакція проводиться в сильно кислому середовищі).

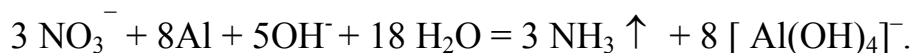
Долийте до 0,5 мл розчину, що містить NO_3^- -іони, 0,5 мл $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$ і 1 мл концентрованої сульфатної кислоти.

4.1.2. Ферум (II) сульфат утворює за наявності нітрат-іонів і концентрованої сульфатної кислоти комплексну сполуку бурого кольору:



Додайте в пробірку 1 мл розчину калій нітрату і помістіть у нього кристалик FeSO_4 (або 1 мл насиченого розчину FeSO_4). Після цього повільно долийте по стінці пробірки 1 мл концентрованої H_2SO_4 . У місці зіткнення рідин повинно з'явитися буре кільце.

4.1.3. Іон NO_3^- при взаємодії з металічним алюмінієм у лужному середовищі відновлюється до аміаку:



До пробірки додайте 5 – 6 крапель KNO_3 або NaNO_3 , 5 – 6 крапель NaOH та декілька шматочків алюмінію. Суміш обережно нагрійте. Аміак виявляється за запахом або кольором безбарвного фенолфталеїнового папірця, змоченого дистильованою водою і поміщеного над пробіркою, яка парує.

Результати дії вищезазначених реагентів зведено в табл. 3.

Зведена таблиця дії ряду реагентів на аніони

Реагент	Група аніонів				
	Перша група		Друга група		Третя група
	SO_4^{2-}	CO_3^{2-}	Cl	S^{2-}	NO_3
Барій хлорид (BaCl_2) у нейтральному середовищі	Об	Об	–	–	–
Барій хлорид (BaCl_2) у кислому середовищі	Об	Г	–	Г	–
Аргентум нітрат (AgNO_3) у нейтральному середовищі	–	Об	Об	Оч	–
Аргентум нітрат (AgNO_3) у кислому середовищі	–	Г	Об	Оч	–
Кислоти (HCl , CH_3COOH)	–	Г	–	Г	–
Сіль кадмію (CdCl_2)	–	Об	–	Ож	–
$\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (конц.)	–	Г	–	Г	Рбур.

Умовні позначення: Об – осад білий; Оч – осад чорний; Ож – осад жовтий; Рбур. – розчин бурий; Г – виділення газу.

5. КОНТРОЛЬНА ЗАДАЧА № 1

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ ПЕРШОЇ ГРУПИ ТА АНІОНІВ (Катіони K^+ , Na^+ , NH_4^+ , аніони SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , Cl^- , NO_3^-)

Досліджуваний розчин поділяють на дві частини: в одній відкривають катіони, в іншій – аніони.

5.1. ВИЯВЛЕННЯ КАТІОНІВ

Аналіз варто починати з виявлення катіона амонію, що заважає виявленню катіонів K^+ і Na^+ .

5.1.1. **Виявлення іона NH_4^+ .** До окремої порції (1 мл) випробуваного розчину доливають 1 мл розчину натрій гідроксиду і нагрівають до кипіння.

Припинивши нагрівання, обережно нюхають газу, що виділяється з пробірки, і випробовують їх зволоженим фенолфталеїновим папірцем (п.

1.3.2.б). У разі виявлення катіона амонію приступають до видалення його з розчину шляхом випарювання і наступного прожарювання сухого залишку (п. 5.1.2).

Якщо катіона амонію немає, ця операція відпадає, і в окремих порціях розчину можна відразу виявити катіони K^+ і Na^+ (пп. 5.1.3 і 5.1.4).

5.1.2. **Видалення іона NH_4^+** . Переливши розчин у порцелянову чашку, випарюють його насухо і залишок прожарюють до повного припинення виділення білого диму, після того сухий залишок розчиняють у незначній кількості (близько 3 мл) гарячої води, розчин фільтрують (п. 1.4).

5.1.3. **Виявлення іона K^+** . Випробовують реакцію отриманого розчину за допомогою універсального індикаторного паперу. Кислі розчини потрібно нейтралізувати натрій гідроксидом, лужні – оцтовою кислотою. Після нейтралізації додають одну краплю оцтової кислоти й в окремих порціях розчину виявляють іон K^+ реакціями: першою – з натрій гексанітрокобальтіатом і другою – з натрій гідротартратом (п.п. 1.1.1. і 1.1.2).

5.1.4. **Виявлення іона Na^+** . В іншій порції розчину після нейтралізації його розчином калій гідроксиду (якщо реакція кисла) або оцтовою кислотою (якщо реакція лужна) і додавання однієї краплі розчину калій гідроксиду виявляють іон Na^+ дією калій антимоанату (п. 1.2).

5. 2. ВИЯВЛЕННЯ АНІОНІВ

Аніони виявляють в окремих порціях розчину характерними реакціями:

- 1) аніон сульфату – дією барій хлориду (п. 2.1.1);
- 2) аніон хлориду – дією аргентум нітрату (п. 3.1.1);
- 3) аніон нітрату –

а) дією ферум (II) сульфату за наявності концентрованої сульфатної кислоти (п. 4.1.2);

б) дією металічним алюмінієм у лужному середовищі (п.4.1.3.).

- 4) аніон карбонату – дією кислот (п. 2.2.1).

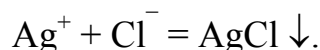
6. ДРУГА АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

(Ag^+ , Pb^{2+})

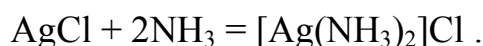
Більшість солей катіонів другої групи нерозчинна у воді, за винятком аргентум нітрату, плюмбум нітрату й плюмбум ацетату. Характерною рисою катіонів другої групи є незначна розчинність хлоридів, тому груповим реагентом є хлоридна кислота.

6.1. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Ag^+

6.1.1. Хлоридна кислота і її солі осаджують з розчинів, що містять Ag^+ , білий сироподібний осад аргентум хлориду:

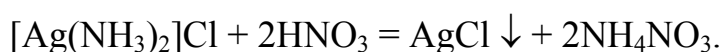


6.1.2. Аналогічно відбувається реакція з розчинами бромідів і йодидів, що утворюють з Ag^+ світло-жовті осади AgBr і AgI . Аргентум хлорид розчиняється в амоній гідроксиді з утворенням добре розчинної комплексної солі:



Долийте до 1 мл розчину AgNO_3 1 мл 2 н. HCl . Дайте осадові відстоятися, після цього злийте прозорий розчин з осаду. Осад розчиніть в 3 мл 6 н. розчину NH_3 . Отриманий розчин розділіть на три порції:

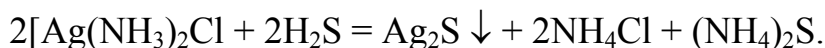
6.1.3. До першої порції розчину комплексної сполуки Ag долийте розведений розчин HNO_3 до отримання кислої реакції. При цьому AgCl знову випаде в осад:



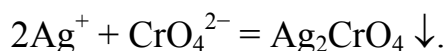
6.1.4. До другої порції розчину додайте надлишок (2 мл) розчину KI до випадання осаду аргентум йодиду:



6.1.5. До третьої порції розчину додайте 0,5 мл сірководневої води (розчин H_2S у воді) до випадання чорного осаду аргентум сульфїду:



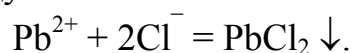
6.1.6. Калій хромат осаджує з розчину AgNO_3 червоно-бурий осад аргентум хромату:



Реакцію необхідно проводити в нейтральному або слабкокислому середовищі. Долийте до 1 мл розчину AgNO_3 5 крапель розчину K_2CrO_4 .

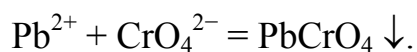
6.2. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Pb²⁺

6.2.1. Хлоридна кислота та її солі в розчинах, що містять Pb²⁺, утворює білий осад плюмбум (II) хлориду:



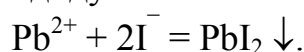
Осад плюмбум (II) хлориду важко розчинний у холодній воді і добре розчинний у гарячій. На відміну від аргентум хлориду плюмбум (II) хлорид не розчиняється в розчині аміаку. Долийте до 2 мл розчину Pb(NO₃)₂ 2 мл 2 N HCl. Дайте відстоятися осаду, що випав, злийте прозорий розчин і розділіть осад на дві частини. До першої додайте 3 мл гарячої води і ретельно перемішайте, до другої – 3 мл 6 N розчину NH₃.

6.2.2. Калій хромат в розчинах, що містять іони Pb²⁺, утворює жовтий осад плюмбум (II) хромату:



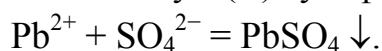
Долийте до 1 мл розчину Pb(NO₃)₂ 5 крапель калій хромату.

6.2.3. Калій йодид в розчинах, що містять іони Pb²⁺, утворює жовтий кристалічний осад плюмбум (II) йодиду:

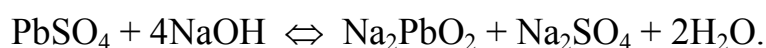


Долийте до 1 мл розчину Pb(NO₃)₂ 5 крапель розчину KI. Дайте осаду відстоятися, злийте з нього рідину, додайте розбавлену оцтову кислоту та прокип'ятіть, доливаючи поступово воду доти, поки весь осад не розчиниться. Потім уміст пробірки треба повільно охолодити. При цьому з розчину виділяються золотаво-жовті блискучі кристали плюмбум (II) йодиду.

6.2.4. Сульфатна кислота та її солі в розчинах, що містять іони Pb²⁺, утворює білий кристалічний осад плюмбум (II) сульфату:



Характерною рисою плюмбум (II) сульфату є його розчинність у їдких лугах:



Долийте до 1 мл розчину Pb(NO₃)₂ 1 мл розбавленої сульфатної кислоти. Залиште осад відстоятися, злийте з нього рідину. Додайте до осаду 3 мл 2 N NaOH і ретельно перемішайте. Результати дії вищезазначених реагентів зведено в табл. 4.

**Зведена таблиця дії ряду реагентів на катіони
другої аналітичної групи**

Реагент	Катіон	
	Ag ⁺	Pb ²⁺
Хлоридна кислота	Об	Об
Калій бромід	Ож	Ож
Калій йодид	Ож	Ож
Сульфатна кислота	Об	Об
Калій хромат	Оч	Ож

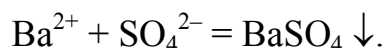
Умовні позначення: Об, Ож, Оч – осаді (білий, жовтий, червоний).

**7. ТРЕТЯ АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ
(Ba²⁺, Ca²⁺)**

Нітрати, хлориди, ацетати катіонів третьої групи добре розчинні у воді. Розчинність у воді інших солей катіонів цієї групи мала. Груповим реагентом є розбавлена сульфатна кислота.

7.1. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Ba²⁺

7.1.1. Розбавлена сульфатна кислота та її солі в розчинах, що містять катіони Ba²⁺, утворює білий кристалічний осад барій сульфату:



Долийте до 1 мл розчину BaCl₂ 1 мл 2 N H₂SO₄. Осад збережіть для подальшого дослідження. Характерною рисою барій сульфату є те, що він не розчиняється в кислотах і лугах.

7.1.2. Калій хромат і калій дихромат утворюють з іонами Ba²⁺ жовтий кристалічний осад барій хромату:

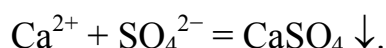


До 2 мл розчину BaCl₂ долийте 1 мл розчину K₂CrO₄. Отриманий осад BaCrO₄ випробуйте на розчинність у мінеральних кислотах та оцтовій кислоті.

Для цього збовтайте осад BaCrO_4 з маточним розчином і розділіть на дві пробірки. До першої долейте 3 мл оцтової кислоти, до другої – 3 мл 2 N HCl . Реакція (2) є зворотною. Для зсуву рівноваги праворуч додаємо натрій ацетат (CH_3COO^- зв'язує іони H^+ з утворенням слабкої оцтової кислоти).

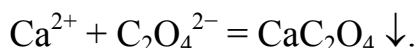
7.2. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Ca^{2+}

7.2.1. Розбавлена сульфатна кислота в розчинах, що містять іони Ca^{2+} , утворює білий кристалічний осад CaSO_4 :



До 1 мл розчину CaCl_2 долейте 1 мл 2 М розчину H_2SO_4 . Осад кальцій сульфату відрізняється від осаду барій сульфату значно більшою розчинністю у воді. Кальцій сульфат випадає тільки з концентрованих розчинів солей Ca^{2+} .

- i. Розчинні солі щавлевої кислоти утворюють з катіонами Ca^{2+} білий кристалічний осад кальцій оксалату:
- ii.



До 2 мл розчину CaCl_2 долейте 2 мл розчину $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Проведіть дослідження осаду кальцій оксалату. Для цього збовтайте осад CaC_2O_4 з маточним розчином і розділіть його на дві пробірки. До першої пробірки долейте 3 мл оцтової кислоти, до другої – 3 мл 2 М розчину HCl . Результати дії вищезазначених реагентів зведено в табл. 5.

Таблиця 5

**Зведена таблиця дії ряду реагентів на катіони
третьої аналітичної групи**

Реагент	Катіон	
	Ba^{2+}	Ca^{2+}
Розбавлена сульфатна кислота	Об	Об
Калій хромат	Ож	Ож
Калій дихромат	Ож	–
Амоній оксалат	Об	Об
Амоній карбонат	Об	Об

Умовні позначення: Об – осад білий; Ож – осад жовтий.

8. КОНТРОЛЬНА ЗАДАЧА № 2

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ ПЕРШОЇ, ДРУГОЇ ТА ТРЕТЬОЇ АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

(катіони: 1-ї групи – K^+ , Na^+ , NH_4^+ ; 2-ї групи – Ag^+ , Pb^{2+} ;
3-ї групи – Ba^{2+} , Ca^{2+})

Аналізований розчин суміші катіонів перших трьох аналітичних груп досить часто містить осад плюмбум (II) хлориду і аргентум хлориду, але, враховуючи, що розподіл на групи починається відокремленням другої групи у вигляді хлоридів, наявність осаду не змінює хід аналізу.

8.1. ПОПЕРЕДНІ ДОСЛІДЖЕННЯ

8.1.1. В окремій пробі досліджуваного розчину виявляють катіон амонію кип'ятінням з натрій гідроксидом (п. 1.3.2).

8.1.2. В інших пробах виявляють наявність катіонів другої і третьої груп груповими реагентами (HCl і H_2SO_4).

Примітка. Катіон Ca^{2+} іноді не дає осаду з сульфатною кислотою. У цьому випадку додають до окремої проби 0,5 об'єму спирту або ацетону.

8.2. ВІДДІЛЕННЯ Й ВИЯВЛЕННЯ КАТІОНІВ ДРУГОЇ ГРУПИ

У досліджуваній розчин доливають 1,5 об'єму розчину 1 N хлоридної кислоти. Отриманий осад відфільтровують і двічі промивають холодною водою, підкисленою хлоридною кислотою.

Фільтрат і промивні води збирають, наполовину упарюють і виявляють у них катіони першої і другої груп. Осад на фільтрі обробляють 2–3 рази гарячою (доведеною до кипіння) водою. При цьому плюмбум (II) хлорид із осаду переходить у фільтрат, а аргентум хлорид залишається на фільтрі.

8.2.1. **Виявлення іона Pb^{2+} .** Фільтрат розділяють на три частини. До однієї з них доливають розчин калій йодиду, до другої – розчин калій хромату, до третьої – розчин сульфатної кислоти (п. п. 6.2.1, 6.2.2, 6.2.3).

8.2.2. **Виявлення іона Ag^+ .** До осаду, що залишився на фільтрі, доливають розчин аміаку, і катіон Ag^+ переходить у фільтрат у вигляді комплексної солі. Фільтрат розділяють на дві частини: до однієї з них доливають розчин калій йодиду, а до другої – 4 н. нітратну кислоту до кислої реакції (п. п. 6.1.3, 6.1.4).

8.3. ВИЯВЛЕННЯ КАТІОНІВ ПЕРШОЇ І ТРЕТЬОЇ ГРУП

Оскільки катіони першої групи не заважають виявленню катіонів третьої групи, то іони Ba^{2+} і Ca^{2+} виявляють в окремих порціях фільтрату, що містить катіони першої та третьої груп, після нейтралізації розчином аміаку.

8.3.1. **Виявлення іона Ba^{2+} .** До проби розчину доливають оцтову кислоту і калій хромат (п. 7.1.2).

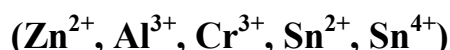
8.3.2. **Виявлення іона Ca^{2+} .** До проби розчину доливають оцтову кислоту і невеликий надлишок калій хромату, якщо в розчині є Ba^{2+} . Осад, який випав, відфільтровують. У фільтраті виявляють іон Ca^{2+} за допомогою розчину амоній оксалату (п. 7.2.2).

Примітка. Деяку складність при виявленні іноді створює іон Pb^{2+} , невелика кількість якого може залишатися у фільтраті після видалення катіонів другої групи. У зв'язку з цим, відкриваючи катіони третьої групи, треба спочатку видалити з окремих проб іон Pb^{2+} (якщо він є) додаванням калій йодиду краплями, уникаючи надлишку, інакше наступне додавання калій дихромату викличе настільки сильне побуріння розчину, що останній виявиться непридатним для аналізу.

8.3.3. **Відділення катіонів третьої групи.** Частину фільтрату, що залишилася, нейтралізують аміаком, підігрівають до $70 - 80\text{ }^\circ\text{C}$ та осаджують іони Ba^{2+} і Ca^{2+} амоній карбонатом, доливаючи розчин останнього краплями і перемішуючи суміш скляною паличкою. Отриманий осад барій карбонату і кальцій карбонату відфільтровують і відкидають.

8.3.4. **Виявлення катіонів першої групи.** У фільтраті після дослідження на повноту осадження катіонів третьої групи виявляють іони K^+ і Na^+ , попередньо видаливши катіон амонію (п. 5.1.2).

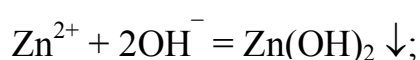
9. ЧЕТВЕРТА АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ

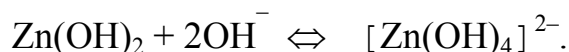


До четвертої аналітичної групи відносяться катіони, гідрати оксидів яких мають амфотерні властивості. Груповим реагентом є луг, доданий з надлишком.

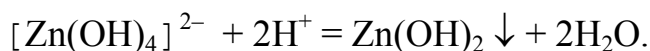
9.1. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Zn^{2+}

9.1.1. Їдкий луг утворює з іонами Zn^{2+} осад цинк гідроксиду, що розчиняється в надлишку лугу з одержанням цинкат-аніону:



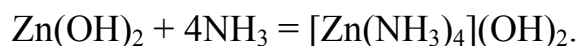
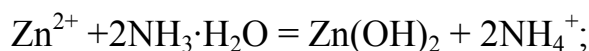


При підкисленні розчину, що містить аніони цинкату, знову випадає осад цинк гідроксиду:



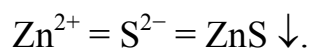
Долийте до 1 мл розчину солі Zn кілька крапель 2 М розчину NaOH. Осад, що випав, розчиніть у надлишку розчину натрій гідроксиду, додаючи розчин краплями при безперервному перемішуванні. До отриманого розчину долийте краплями 2 М HCl.

9.1.2. Аміак розчиняє цинк гідроксид з утворенням комплексного аміакату:



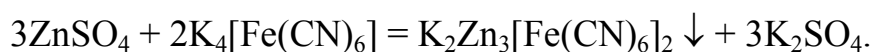
Долийте до 1 мл розчину солі Zn декілька крапель розчину NH₃. Осад, що випав, розчиніть у надлишку розчину NH₃, додаючи його краплями при перемішуванні.

9.1.3. Сірководнева вода утворює з іонами Zn²⁺ білий осад цинк сульфід:



Осад утвориться не тільки в нейтральному і лужному середовищах, але й у кислому (pH = 2 – 3), що відрізняє катіон Zn²⁺ від деяких інших катіонів (Co²⁺, Ni²⁺ та ін.). До 1 мл розчину солі Zn долийте 1 краплю 2 н. HCl і 5 крапель сірководневої води.

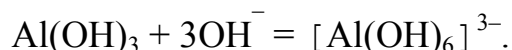
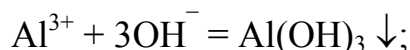
9.1.4. Калій гексаціаноферат (II) K₄[Fe(CN)₆] утворює з іонами Zn²⁺ білий кристалічний осад цинк і калій гексаціаноферат (II):



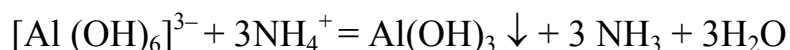
Реакцію рекомендується здійснювати в нейтральному або слабкокислому середовищі. Долийте до 1 мл розчину солі Zn 1 мл розчину K₄[Fe(CN)₆] і нагрійте суміш до кипіння. Ця реакція дозволяє відрізнити катіон Zn²⁺ від катіона Al³⁺.

9.2. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Al^{3+}

9.2.1. Їдкий луг утворить з іонами Al^{3+} осад алюміній гідроксиду, що розчиняється в надлишку лугу з утворенням гідроксокомплексів :



При підкисленні розчину, що містить іони $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$, знову випадає в осад алюміній гідроксид $\text{Al}(\text{OH})_3$. Для цієї реакції виявляється достатнім невелике підкислення, що утворюється при гідролізі амоній хлориду:



Долейте до 1 мл розчину солі алюмінію кілька крапель 2 М розчину NaOH . Осад, що випав, розчиніть в надлишку NaOH , додаючи розчин краплями при безперервному перемішуванні. До розчину натрій алюмінату додайте декілька кристалів NH_4Cl і нагрійте.

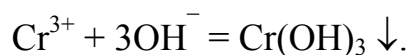
9.2.2. Алізарин – 1,2-диоксіантрахінон і деякі його похідні утворюють в аміачному середовищі з іонами Al^{3+} важкорозчинну сполуку яскраво-червоного кольору (алюмінієвий лак).

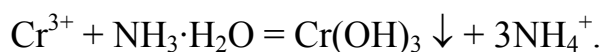
На смужку фільтрувального паперу нанесіть 1 – 2 краплі розчину AlCl_3 , потім потримайте 1 – 2 хв над склянкою з концентрованим розчином аміаку. На вологу пляму нанесіть краплю спиртового розчину алізарину і знову потримайте її в парах аміаку, при цьому алізарин забарвлюється в червонувато-фіолетовий колір, оскільки утворює амоній алізаринат.

Для знищення маскувального забарвлення обережно підсушіть пляму над полум'ям пальника, при цьому колір амоній алізаринату переходить у жовтий, а пляма алюмінієвого лаку набуває червоного кольору.

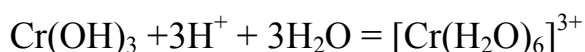
9.3. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Cr^{3+}

9.3.1. Їдкі луги й амоній гідроксид утворюють з катіоном Cr^{3+} осад хром (III) гідроксиду сіро-зеленого кольору:





Хром (III) гідроксид, маючи амфотерні властивості, розчиняється і в лугах з утворенням гідроксокомплексів $[\text{Cr}(\text{OH})_6]^{3-}$, який має синє-фіолетове забарвлення, і в кислотах з утворенням аквакомплексу $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$:

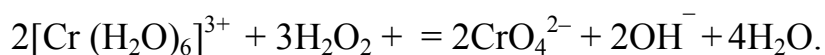


На відміну від іону $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$, іон $[\text{Cr}(\text{OH})_6]^{3-}$ гідролізується водою при нагріванні, і з розчину знову випадає осад хром (III) гідроксиду:

Долийте до 1 мл розчину CrCl_3 декілька крапель 2 М розчину NaOH . Осад, що випав, розчиніть у надлишку NaOH , додаючи їдкий луг краплями при безперервному перемішуванні. Розчин розлийте в дві пробірки. У першу з них долийте краплями HCl . У другу додайте 2 мл води і нагрійте.

9.3.2. Катіон Cr^{3+} можна окиснити сильними окисниками до ступеня окиснення +6 (аніони CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$).

Водень пероксид у лужному середовищі окиснює Cr (III) у Cr (VI). При додаванні надлишку лугу до розчину, що містить катіон Cr^{3+} , утворюється зелений розчин $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$. При додаванні водень пероксиду утворюється жовтий розчин, що містить хромат-іони:



До 1 мл розчину CrCl_3 прилийте луг (краплями) до розчинення осаду $\text{Cr}(\text{OH})_3$, який утворюється у першу чергу. Після цього додайте 1 мл H_2O_2 і нагрівайте доти, поки забарвлення не перейде із зеленого в жовтий. Збережіть розчин для продовження дослідів.

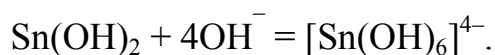
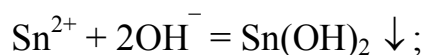
9.3.3. У кислому середовищі водень пероксид утворює з Cr (VI) надхроматну кислоту синього кольору:



9.3.4. До охолодженого розчину натрій хромату (див. вище) прилийте стільки ж 2 М H_2SO_4 і 1 мл ефіру або амілового спирту, відразу ж збовтайте вміст пробірки. Ефір або аміловий спирт використовується тому, що H_2CrO_6 у водному розчині швидко розкладається, тоді як розчини надхроматної кислоти в цих розчинниках більш стійкі.

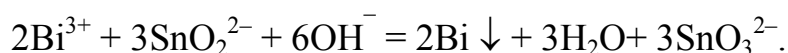
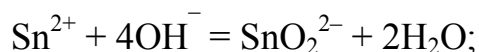
9.4. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Sn²⁺

9.4.1. Амоній гідроксид та їдкі луги осаджують з розчинів, що містять іони Sn²⁺, станум (II) гідроксид, який розчиняється в надлишку NaOH з утворенням гідроксокомплексів:



Прилийте до 1 мл солі Sn кілька крапель 2 М розчину NaOH. Осад, що випав, розчиніть у надлишку NaOH, додаючи розчин їдкого натру краплями при безперервному перемішуванні.

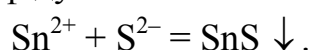
9.4.2. Катіон Sn²⁺ відновлює Bi³⁺:



Унаслідок цих реакцій випадає чорний осад металевого вісмуту.

Долийте до 1 мл розчину SnCl₂ 1 мл 2 М розчину NaOH і додайте 1 мл розчину Bi(NO₃)₃.

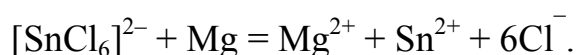
9.4.3. Сірководнева вода в кислих розчинах дає з катіоном Sn²⁺ темно-коричневий осад станум (II) сульфіді :



Прилийте до 1 мл розчину SnCl₂ 5 крапель сірководневої води.

9.5. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Sn⁴⁺

9.5.1. Металевий магній і металеве залізо відновлюють іон Sn⁴⁺ в іон Sn²⁺ (Sn⁴⁺ у розчині хлоридної кислоти має вигляд комплексної кислоти – H₂[SnCl₆):

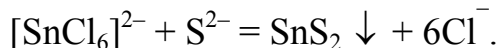


Утворений у розчині при відновленні магнієм катіон Sn²⁺ відновлює Bi³⁺ (див. п. 9.4.2.), що викликає утворення чорного осаду металевого вісмуту.

Налийте в пробірку 1 мл розчину, який містить Sn⁴⁺, додайте 5 – 7 крапель концентрованої HCl і стружку металевого магнію. Нагрівайте цю

суміш протягом 5 хв на водяній бані. Вилучіть залишок іонів Mg^{2+} . До отриманого розчину додайте 2 мл 2 М розчину NaOH і відфільтруйте осад. До фільтрату додайте 1 мл розчину $Bi(NO_3)_3$.

9.5.2. Сірководнева вода з розчину станатної кислоти утворює жовтий осад станум (IV) сульфідом:



Прилийте до 1 мл розчину, який містить Sn^{4+} , 5 крапель сірководневої води. Результати дії вищезазначених реагентів зведено в табл. 6.

Таблиця 6

Дія ряду реагентів на катіони 4-ї аналітичної групи катіонів

Реагент	Катіон				
	Zn^{2+}	Al^{3+}	Cr^{3+}	Sn^{2+}	Sn^{4+}
Їдкі луги (без надлишку)	Об	Об	Оз	Об	Об
Їдкі луги (надлишок)	Рб	Рб	Рз	Рб	Рб
NH_4OH (без надлишку)	Об	Об	Оз	Об	Об
NH_4OH (надлишок)	Рб	Об	Оз	Об	Об
H_2S у кислому середовищі (рН = 2 – 3)	Об	–	–	Ож	Ож
$K_4[Fe(CN)_6]$	Об	–	–	Об	–

Умовні позначення: Об, Оз, Ок, Ож – осад: білий, зелений, коричневий, жовтий; Рб, Рз – розчини: безбарвний, зелений.

10. КОНТРОЛЬНА ЗАДАЧА № 3

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ 1, 2, 3 і 4-ї ГРУП

(катіони: 1 гр. – K^+ , Na^+ , NH_4^+ ; 2 гр. – Ag^+ , Pb^{2+} ; 3 гр. – Ba^{2+} , Ca^{2+} ; 4 гр. Al^{3+} ; Zn^{2+})

10.1. ПОПЕРЕДНІ ВИПРОБУВАННЯ

Доливаючи розчини відповідних групових реагентів до окремих проб, встановлюють наявність відповідних груп катіонів.

10.2. ДРОБНИЙ АНАЛІЗ

У зв'язку з тим, що перша група не має групового реагенту, виділити її із суміші катіонів чотирьох аналітичних груп важко. Тому катіони NH_4^+ , Na^+ і K^+ виявляють у вихідному розчині дробним аналізом.

10.2.1. **Виявлення іона NH_4^+ .** Катіон амонію виявляють за методикою, поданою на с. 6 – 7.

10.2.2. **Виявлення іона Na^+ .** До окремої проби для осадження катіонів інших груп доливають розчин поташу, уникаючи великого надлишку. Розчин фільтрують, фільтрат (після випробування на повноту осадження) частково упарюють і в ньому, після нейтралізації розчину, виявляють іон Na^+ (с. 14).

10.2.3. **Виявлення іона K^+ .** До окремої проби додають розчин соди до повного осадження катіонів інших груп, фільтрують і з фільтрату (після випробування на повноту осадження) видаляють катіон амонію (с. 7). Сухий залишок розчиняють у невеликій кількості води. Якщо отриманий розчин не прозорий, його фільтрують і в фільтраті після нейтралізації розчину виявляють іон K^+ (с. 14).

10.3. СИСТЕМАТИЧНИЙ АНАЛІЗ

10.3.1. **Відділення і виявлення катіонів 2-ї групи.** Незалежно від того, міститься в розчині осад чи ні, роблять аналіз за методикою, поданою на с. 19. Фільтрат і промивні води після упарювання використовують для аналізу на катіони 3 і 4-ї груп.

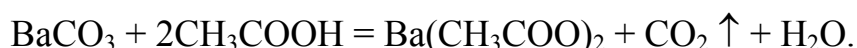
10.3.2. **Відділення і виявлення катіонів 3-ї групи.** До фільтрату після відділення катіонів 2-ї групи додають невеликий надлишок сульфатної кислоти.

Примітка. Ca^{2+} іноді не дає осаду із сульфатною кислотою. У цьому випадку додають до окремої проби спирт або ацетон в кількості, яка складає 0,5 – 1,0 об'єму розчину, який аналізується. Ca^{2+} треба перевіряти й у 4-й групі, діючи амоній оксалатом на оцтовокислий розчин.

Фільтрат використовують для аналізу на катіони 4-ї групи, а осад сульфатів катіонів 3-ї групи переводять у розчин, перетворивши спершу осад сульфатів на осад карбонатів:



а потім розчинивши карбонати в оцтовій кислоті:



Для цього дайте осаду сульфатів відстоятися, злийте з нього рідину, додайте 5 мл води (для промивання осаду), перемішайте, знову дайте відстоятися і злийте з нього рідину. Перенесіть осад у порцелянову чашку, використовуючи для цього 10 – 15 мл 3 н. розчину Na_2CO_3 , і прокип'ятіть суміш

протягом 10 хв. Після того як осад відстоїться, злийте з нього рідину, знову прилийте 10 мл 3 н. розчину Na_2CO_3 і знову прокип'ятіть. Осад відфільтруйте, ретельно промийте його дистильованою водою для видалення іонів SO_4^{2-} , які перейшли в розчин, і розчиніть, додавши до осаду на фільтрі 5 мл 2 н. оцтової кислоти.

В окремих порціях отриманого розчину оцтовокислих солей виявляють іони Ba^{2+} і Ca^{2+} за методикою, описаною на с. 20. При цьому треба врахувати, що невелику кількість катіонів Pb^{2+} , що може залишитися після виявлення 2-ї групи катіонів, необхідно спочатку видалити, діючи, як зазначено в примітці на с. 19, щоб уникнути помилки при виявленні іонів Ba^{2+} і Ca^{2+} .

10.3.3. Виявлення катіонів 4-ї групи. Фільтрат після виявлення катіонів 2-ї і 3-ї груп нейтралізують розчином аміаку.

10.3.3.1. Виявлення іона Al^{3+} . До нейтралізованого фільтрату доливають ще певну кількість амоній гідроксиду, додають декілька кристалів твердого амоній хлориду і нагрівають до кипіння. Алюміній переходить в осад у вигляді алюміній гідроксиду, а катіони Zn^{2+} залишаються в розчині у вигляді комплексної аміачної солі (для відділення осаду алюміній гідроксиду від розчину необхідно застосовувати центрифугування). Осад алюміній гідроксиду випробовують на розчинність у кислотах і лугах.

10.3.3.2. Виявлення іона Zn^{2+} . Після відфільтрування осаду алюміній гідроксиду в окремій порції фільтрату виявляють іон Zn^{2+} дією сірководневої води (с. 21).

11. П'ЯТА АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ **(Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Sb^{3+})**

До п'ятої аналітичної групи відносяться катіони, гідроксиди яких, на відміну від гідроксидів катіонів 4-ї групи, не розчиняються в надлишку лугу і, на відміну від гідроксидів катіонів 6-ї групи, не розчиняються в надлишку розчину NH_3 .

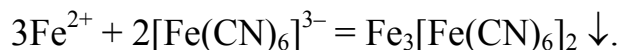
11.1. РЕАКЦІЯ КАТІОНА Fe^{2+}

11.1.1. Їдкі луги і розчин NH_3 осаджують із розчинів, що містять іон Fe^{2+} , ферум (II) гідроксид. Ферум (II) гідроксид, отриманий при відсутності кисню повітря, являє собою осад білого кольору. На повітрі він швидко окиснюється і утворює суміш $x \text{Fe}(\text{OH})_2 \cdot y \text{Fe}(\text{OH})_3$.

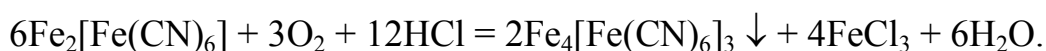
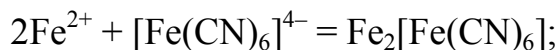
При цьому колір осаду може змінюватися від брудно-зеленкуватого до бурого.

У дві пробірки долейте по 1 мл розчину FeSO_4 . В одну з них додайте 1 мл розчину NH_3 , в другу – 1 мл розчину NaOH .

11.1.2. Калій гексаціаноферат (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворює з іонами Fe^{2+} синій осад турнбулевої сині:



До 1 мл розчину FeSO_4 долейте 5 – 7 крапель розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. При дії калій гексаціаноферату (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ на іони Fe^{2+} утворюється білий осад, який швидко синіє на повітрі через окиснення Fe^{2+} в Fe^{3+} :

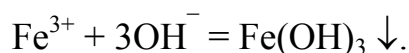


До 1 мл розчину FeSO_4 долейте 2 краплі 2 М HCl і 5 – 7 крапель розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

11.2. РЕАКЦІЯ КАТІОНА Fe^{3+}

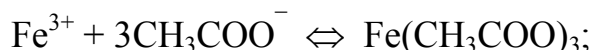
11.2.1. Їдкі луги і розчин NH_3 осаджують з розчинів, що містять Fe^{3+} , ферум (III) гідроксид бурого кольору:

11.2.2.



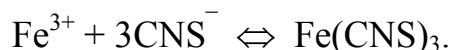
У дві пробірки налейте по 1 мл розчину FeCl_3 . В одну із них долейте 1 мл розчину NaOH , в другу – 1 мл розчину NH_3 .

11.2.2. Натрій ацетат утворює з іонами Fe^{3+} ферум (III) ацетат червоно-бурого кольору (на холоді утворюється червоно-бурий розчин, при кип'ятінні – бурий осад основного ацетату):



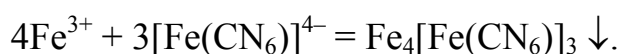
Долийте до 1 мл розчину FeCl_3 1 мл розчину CH_3COONa . Розчин прокип'ятить протягом 5 хв.

11.2.3. Амоній роданід або калій роданід утворюють з іонами Fe^{3+} ферум (III) роданід, який являє собою добре розчинну речовину криваво-червоного кольору:



Долийте до 1 мл розчину FeCl_3 1 мл розчину амоній роданіду або калій роданіду.

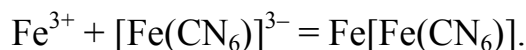
11.2.4. Калій гексаціаноферат (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворює з іонами Fe^{3+} темно-синій осад "берлінської лазурі":



Реакції сприяє помірно кисле середовище.

Долийте до 1 мл розчину солі Fe (III) 1 – 2 краплі 2 М HCl і 5 – 7 крапель розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

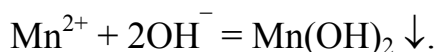
При дії калій гексаціаноферату (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ на розчини солей Fe (III) утворюється бурий розчин :



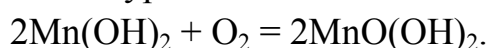
Долийте до 1 мл розчину солі Fe (III) 5 – 7 крапель розчину $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

11.3. РЕАКЦІЯ КАТІОНА Mn^{2+}

11.3.1. Їдкі луги осаджують з розчину, який містить іони Mn^{2+} , білий осад манган (II) гідроксиду:

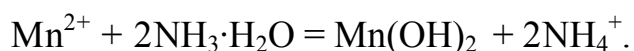


Манган (II) гідроксид швидко окиснюється киснем повітря в $\text{MnO}(\text{OH})_2$, при цьому осад стає бурим:

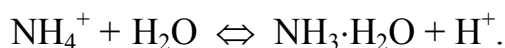


Долийте до 1 мл розчину солі Mn^{2+} 1 мл розчину NaOH . Дайте осаду постояти і простежте за зміною його кольору.

11.3.2. Розчин NH_3 осаджує з розчину, який містить іони Mn^{2+} , манган (II) гідроксид:

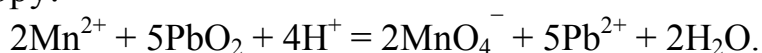


Долейте до 1 мл розчину солі Mn (II) 1 мл розчину NH_4OH . Однак за наявності солей амонію осад манган (II) гідроксиду не випадає, оскільки внаслідок гідролізу іона NH_4^+ утворюється кисле середовище:



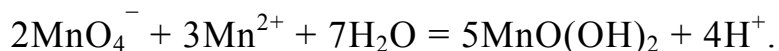
Долейте до 1 мл розчину солі Mn (II) 0,5 мл розчину NH_4Cl і 0,5 мл розчину NH_3 .

11.3.3. PbO_2 окиснює Mn^{2+} у MnO_4^- , розчин при цьому набуває фіолетового кольору:



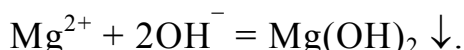
Додайте до пробірки невелику кількість порошку PbO_2 , долейте 1 мл 10 %-ого розчину HNO_3 і краплю розчину $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ або MnSO_4 (не можна використовувати MnCl_2). Суміш нагрійте.

Для виконання цієї реакції необхідно додавати невелику кількість розчину солі Mn^{2+} , оскільки надлишок її відновлює іон MnO_4^- в $\text{MnO}(\text{OH})_2$:



11.4. РЕАКЦІЯ КАТІОНА Mg^{2+}

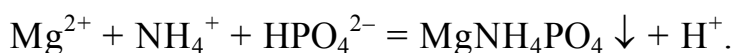
11.4.1. Їдкі луги утворюють з іонами Mg^{2+} білий аморфний осад магній гідроксиду:



Магній гідроксид розчиняється не тільки в кислотах, а також у солях амонію.

У дві пробірки налейте по 1 мл розчину солі Mg. У першу додайте 0,5 мл насиченого розчину NH_4Cl , потім в обидві пробірки додайте по 5 крапель 2 N розчину NaOH .

11.4.2. Натрій гідрофосфат Na_2HPO_4 утворює з іонами Mg^{2+} в аміачному середовищі (за наявності амоній хлориду) білий кристалічний осад магній та амоній фосфату:



Амоній хлорид додається для того, щоб запобігти утворенню аморфного осаду магній гідроксиду.

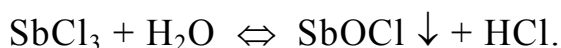
Додайте до 1 мл розчину солі Mg 0,5 мл 2 N HCl, 1 мл натрій гідрофосфату й 1 краплю індикатора метилоранжу. Додайте до отриманого розчину краплями розчин NH₃ до переходу червоного кольору в жовтий (хлоридна кислота і розчин NH₃ утворять достатню кількість амоній хлориду).

11.4.3. У лужному середовищі червоний колір магнезону I (пара-нітробензорезорцину) або магнезону II (паранітробензол – α-нафтолу) переходить за наявності солей Mg в синій унаслідок адсорбції цих реагентів на поверхні Mg(OH)₂.

На предметне скло помістіть 1 – 2 краплі розчину солі Mg²⁺ і додайте 1 – 2 краплі лужного розчину магнезону.

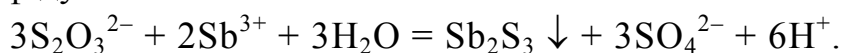
11.5. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Sb³⁺

11.5.1. Властивістю солей Sb (III) є їх значний ступінь гідролізу у водних розчинах. При гідролізі утворюється білий осад основної солі (стибій (III) хлороксиду):



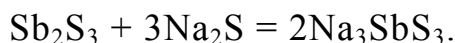
Візьміть у пробірку 1 мл розчину солі Sb (III) і додайте невеликими порціями воду до випадіння осаду стибій (III) хлороксиду.

11.5.2. Натрій тіосульфат утворює з іонами Sb³⁺ жовтогарячий осад стибій (III) сульфід:



До 1 мл розчину солі Sb (III) долийте 1 мл розчину Na₂S₂O₃ і нагрійте.

Натрій сульфід і амоній сульфід розчиняють стибій (III) сульфід з утворенням тіосолей:



Отримавши осад стибій (III) сульфід унаслідок реакції з натрій тіосульфатом, дайте осадові відстоятися, злийте з нього розчин і додайте 2 мл розчину Na₂S.

При підкисленні розчину тіосолі знову випадає осад стибій (III) сульфід:



До розчину тіосолі додайте обережно краплями 2 N HCl. Результати дії вищезазначених реагентів зведено в табл. 7.

Таблиця 7

**Зведена таблиця дії деяких реагентів на катіони
5-ї аналітичної групи**

Реагент	Катіон				
	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Mn ²⁺	Mg ²⁺	Sb ³⁺
Їдкі луги	Об–Обур	Обур	Об–Обур	Об	Об
K ₃ [Fe(CN) ₆]	Ос	Рбур	Обур	–	–
K ₄ [Fe(CN) ₆]	Об–Ос	Ос	Об	–	–
CH ₃ COONa	–	Рч	–	–	Об
NH ₄ CNS	–	Рч	–	–	–
PbO ₂	–	–	Рф	–	–
Na ₂ HPO ₄	Об	Об	Об	Об	Об
Розбавлення розчину	–	–	–	–	Об
Na ₂ S ₂ O ₃	–	–	–	–	Ожг

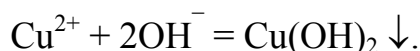
Умовні позначення: Об, Обур, Ос, Ожг – осаді білий, бурий, синій, жовтогарячий; Рбур, Рч, Рф – розчини бурий, червоний і фіолетовий.

12. ШОСТА АНАЛІТИЧНА ГРУПА КАТІОНІВ (Cu²⁺, Ni²⁺, Co²⁺)

До шостої аналітичної групи відносяться катіони, гідроксиди яких розчиняються в надлишку амоній гідроксиду з утворенням комплексних аміакатів.

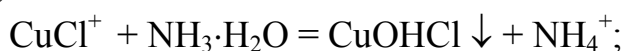
12.1. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Cu²⁺

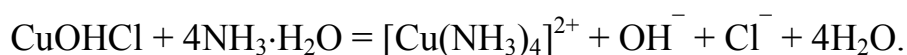
12.1.1. Їдкі луги утворюють з іонами Cu²⁺ блакитний осад купрум (II) гідроксиду:



Долийте до 1 мл розчину солі Cu (II) 1 мл 2 N розчину NaOH.

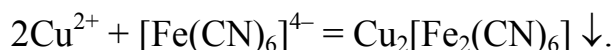
12.1.2. Розчин NH₃ при взаємодії з іонами Cu²⁺ утворює основні солі, які розчиняються в надлишку реагенту з утворенням синього розчину аміачного комплексу купруму (II) :





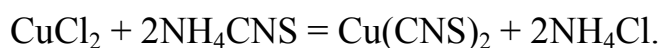
Долийте до 1 мл розчину солі Cu (II) обережно краплями розчин аміаку. Осад, що випав, розчиніть у надлишку розчину аміаку.

12.1.3. Калій гексаціаноферат (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ утворює з іонами Cu^{2+} осад купрум (II) гексаціаноферат (II) червоно-бурого кольору:



Долийте до 1 мл розчину солі Cu^{2+} 5 – 7 крапель розчину калій гексаціаноферату (II). Реакцію потрібно проводити в нейтральному або слабнокислому середовищі.

12.1.4. Реакцію проводять сухим шляхом. При розтиранні твердих солей Cu^{2+} з твердим NH_4CNS реакційна суміш чорніє внаслідок утворення чорного купрум (II) роданіду:



Помістіть у порцелянову ступку щіпку солі Cu (II) і кілька кристаликів амоній роданіду. Розтирайте товкачиком і спостерігайте зміну забарвлення. У водному розчині солі Cu (II) також утвориться чорний осад при взаємодії з амоній роданідом.

12.1.5. Натрій тіосульфат утворює з іонами Cu^{2+} у кислому розчині безбарвну комплексну сіль Cu^+ :



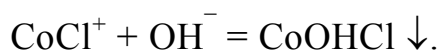
При нагріванні розчину комплексної сполуки Cu^+ відбувається її руйнування, внаслідок чого утворюється осад чорного купрум (I) сульфідом:



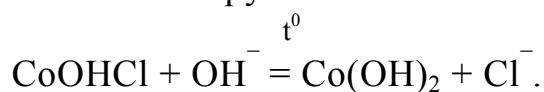
Налийте в пробірку 0,5 мл розчину CuSO_4 , 5 крапель 2 N H_2SO_4 і додайте 2 – 3 кристали натрій тіосульфату. Перемішайте речовини скляною паличкою і нагрійте.

12.2. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Co^{2+}

12.2.1. Їдкі луги утворюють з іонами Co^{2+} синій осад основної солі:

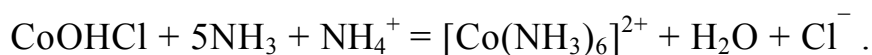
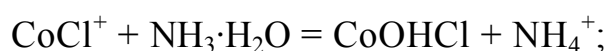


При подальшому додаванні лугу й нагріванні осад перетворюється на кобальт (II) гідроксид рожевого кольору:



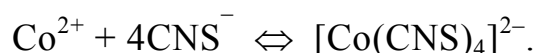
Долейте до 1 мл розчину солі Co (II) 1 – 2 краплі 2 N NaOH. Потім додайте 1 мл 2 N NaOH і нагрійте.

12.2.2. Розчин NH_3 утворює в розчинах, що містять іони Co^{2+} , блакитний осад основної солі, що розчиняється в надлишку реагенту при наявності солей амонія з утворенням розчину брудно-жовтого кольору:



Долейте до 1 мл розчину солі Co (II) 2 – 3 краплі розчину NH_3 ; а потім додайте надлишок реагенту.

12.2.3. Амоній роданід утворює з іонами Co^{2+} комплексну сполуку блакитного кольору:



Комплексна сполука нестійка у водному розчині, тому її добувають з водного розчину шляхом екстракції в шар амілового спирту. Крім того, потрібен великий надлишок амоній роданіду.

Долейте до 0,5 мл розчину солі Co (II) 2 – 3 мл насиченого розчину амоній роданіду і 1 – 2 мл амілового спирту.

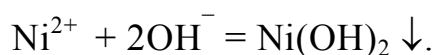
Перемішайте вміст пробірки і після поділу фаз спостерігайте за кольором шару амілового спирту.

Метод розтирання

Реакцію солей Co (II) з амоній роданідом можна проводити сухим методом. Візьміть у порцелянову ступку щіпку солі Co^{2+} і кілька кристалів NH_4CNS . Розітріть порошки товчачиком.

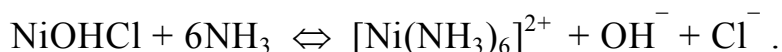
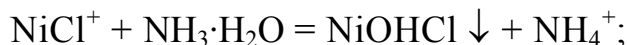
12.3. РЕАКЦІЇ КАТІОНА Ni^{2+}

12.3.1. Їдкі луги утворюють з іонами Ni^{2+} зелений нікол (II) гідроксид:



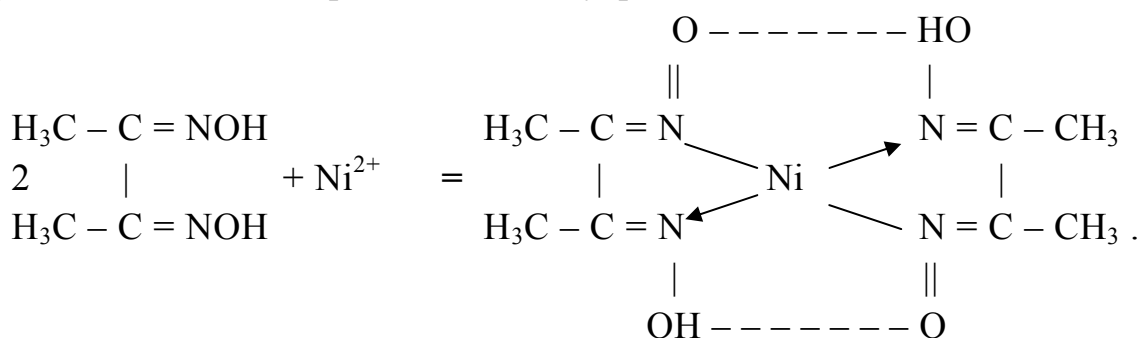
Долейте до 1 мл розчину солі Ni (II) 1 мл 1 н. NaOH .

12.3.2. Розчин NH₃ утворює з іонами Ni²⁺ зелений осад основної солі, що розчиняється в надлишку реагенту з утворенням комплексного нікол (II) аміаку синього кольору:



Долейте до 1 мл розчину солі Ni (II) спочатку 3 – 5 крапель розчину аміаку, а потім надлишок реагенту.

12.3.3. Диметилгліоксим (реактив Чугаєва) в аміачному середовищі утворює з іонами Ni²⁺ червоний осад внутрішньо комплексної солі:



Помістіть у пробірку одну краплю розчину солі Ni (II), додайте 3 – 6 крапель розчину аміаку і 2 – 3 краплі спиртового розчину диметилгліоксиму.

Результати дії вищезазначених реагентів зведено в табл. 8.

Таблиця 8

Зведена таблиця дії деяких реагентів на катіони 6-ї аналітичної групи

Реагент	Катіон		
	Cu ²⁺	Co ²⁺	Ni ²⁺
Їдкі луги	Обл	Обл – Ор	Оз
Розчин NH ₃ (при нестачі)	Оз	Об	Оз
Розчин NH ₃ (надлишок)	Рс	Рбж	Рс
K ₄ [Fe(CN) ₆]	Оч	Оз	Оз
NH ₄ CHS	Оч	Рс	–
Диметилгліоксим + NH ₃ ·H ₂ O	Обл	Обл	Оч

Умовні позначення: Обл, Ор, Оз, Ос, Оч – осадни блукитний, рожевий, зелений, синій, червоний; Рс, Рбж – розчини синій і брудно-жовтий.

Результати дії найважливіших реагентів на катіони всіх аналітичних груп надано в табл. 9.

Таблиця 9

Зведена таблиця дії найважливіших реагентів на катіони всіх аналітичних груп

Реагент	Група																				
	1		2		3		4		5			6									
	Na ⁺	K ⁺	NH ₄ ⁺	Ag ⁺	Pb ²⁺	Ca ²⁺	Ba ²⁺	Zn ²⁺	Al ³⁺	Cr ³⁺	Sn ²⁺	Sn ⁴⁺	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Mn ²⁺	Mg ²⁺	Sb ²⁺	Cu ²⁺	Co ²⁺	Ni ²⁺	
NaOH нестача	-	-	г	Обур	Об	Об	-	Об	Об	Оз	Об	Об	Об	Обур	Об	Об	Об	Обл	Обл	Обл	Оз
NaOH надлишок	-	-	г	Обур	-	Об	Об	-	-	-	-	-	Об	Обур	Об	Об	Об	Обл	Обл	Обл	Оз
NH ₃ нестача	-	-	-	Обур	Об	-	Об	Об	Об	Оз	Об	Об	Об	Обур	Об	Об	Об	Обл	Обл	Обл	Оз
NH ₃ надлишок	-	-	-	-	Об	-	-	-	Об	Оз	Об	Об	Об	Обур	Об	Об	Об	Рс	Рс	Рс	Рс
H ₂ S лужне та нейтральне середовище	-	-	-	Очор	Очор	-	Об	Об	Об	Оз	Рж	Рж	Ог	Обур	Об	Об	-	Очор	Очор	Очор	Очор
H ₂ S кисле середо- вище	-	-	-	Очор	Очор	-	Об	Об	-	-	Окор	Окор	-	-	-	-	-	Очор	-	-	-
Na ₂ CO ₃	-	-	-	Об	Об	Об	Об	Об	Об	Оз	Об	Об	Об	Обур	Об	Об	Об	Обл	Обл	Обл	Оз
Na ₂ HPO ₄	-	-	-	Об	Об	Об	Об	Об	Об	Оз	Об	Об	Об	Обур	Об	Об	Об	Обл	Обл	Обл	Оз
K ₄ [Fe(CN) ₆]	-	-	-	Об	Об	-	Об	Об	-	-	Об	-	Об	Ос	Об	-	-	Оч	Оз	Оз	Оз
K ₃ [Fe(CN) ₆]	-	-	-	Ож	Об	-	Ож	Ож	-	-	-	-	Ос	Ркр	Окор	-	-	Обур	Оч	Оч	Оз
NH ₄ CNS	-	-	-	Об	-	-	-	-	-	-	-	-	-	Рч	-	-	-	Очер	Рс	Рс	-

Умовні позначення: Г – виділення газу; Обур, Об, Оз, Обл, Окор, Оч, Ос, Ож, Очор Ор – осад: бурий, білий, зелений, блакитний, коричневий, червоний, синій, жовтий, чорний, рожевий; Рс, Рбж, Рж, Рч – розчини: синій, брудно-жовтий, жовтий, червоний.

13. КОНТРОЛЬНА ЗАДАЧА № 4

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ 5-ї і 6-ї ГРУП

(катіони: 5-та гр. – Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} ; 6-та гр. – Cu^{2+} , Ni^{2+})

13.1. ПОПЕРЕДНІ ВИПРОБУВАННЯ

Виявлення катіонів Fe^{2+} і Fe^{3+} . До окремої проби досліджуваного розчину доливають 2 – 3-кратний об'єм концентрованого розчину амоній гідроксиду. Отриманий при цьому осад відфільтровують і промивають. Потім до нього на фільтрі додають розбавлену хлоридну кислоту і в одержаному фільтраті виявляють катіон Fe^{2+} за допомогою розчину калій гексаціаноферату (III), а катіон Fe^{3+} – розчину калій гексаціаноферату (II) (с. 28,

13.2. РОЗПОДІЛ КАТІОНІВ НА ГРУПИ

До аналізованого розчину доливають 3 – 4-кратний об'єм концентрованого розчину NH_3 , злегка нагрівають його і фільтрують. В осад переходять катіони 5-ї групи у вигляді гідроксидів, а катіони 6-ї групи залишаються у фільтраті у вигляді аміачних комплексних сполук.

13.3. АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ 5-ї ГРУПИ

13.3.1. Відділення і виявлення іона Mg^{2+} . Осад, що містить гідроксиди 5-ї групи, змивають у пробірку, доливають водень пероксид і злегка нагрівають. При цьому манган (II) гідроксид окиснюється до діоксиду, а $\text{Fe}(\text{OH})_2$ до $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Потім сюди ж доливають невелику кількість амоній гідроксиду, такий самий об'єм розчину амоній хлориду й фільтрують. В осаді залишаються манган (II) оксид і ферум (III) гідроксид. У фільтрат переходить іон Mg^{2+} , який і виявляють доливанням розчину натрій гідрофосфату (с. 31).

13.3.2. Виявлення іона Mn^{2+} . Осад, що містить іони Mn^{2+} , Fe^{2+} і Fe^{3+} , використовують для виявлення катіона Mn^{2+} окисненням його до перманганат-аніона (с. 30).

13.4. АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ 6-ї ГРУПИ

13.4.1. **Підготовча операція.** Фільтрат з аміакатами катіонів 6-ї групи трохи упарюють (для видалення надлишку аміаку) і нейтралізують хлоридною кислотою.

13.4.2. **Відділення і виявлення іона Cu^{2+} .** До розчину катіонів 6-ї групи додають близько 0,5 об'єму 2 н. розчину сульфатної кислоти і 2 – 3 кристали натрій тіосульфату. Отриману суміш кип'ятять протягом 2 – 3 хв. При цьому іони Cu^{2+} переходять в осад у вигляді сульфідів, а іони Ni^{2+} залишаються в розчині. Осад купрум (II) сульфідів відфільтровують і обробляють розбавленою нітратною кислотою при нагріванні. При цьому іони Cu^{2+} у вигляді нітрату переходить у розчин, в якому їх виявляють будь-якою характерною реакцією (с. 33).

13.4.3. **Виявлення іона Ni^{2+} .** Фільтрат декілька хвилин кип'ятять для видалення сірководню. Якщо при цьому утвориться осад сірки, його відфільтровують. У охолоджений фільтрат доливають розчин аміаку до повного розчинення осаду, що утворився на початку операції. Потім в отриманому аміачному розчині виявляють іон Ni^{2+} диметилглюксимом (с. 35).

14. КОНТРОЛЬНА ЗАДАЧА № 5

АНАЛІЗ СУМІШІ КАТІОНІВ УСІХ ШЕСТИ АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

(катіони: 1-ша гр. – K^+ , Na^+ , NH_4^+ ; 2-га гр. – Ag^+ , Pb^{2+} ; 3-тя гр. – Ca^{2+} , Ba^{2+} ; 4-та гр. – Al^{3+} , Zn^{2+} ; 5-та гр. – Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} ; 6-та гр. – Cu^{2+} , Ni^{2+})

14.1. ПОПЕРЕДНІ ВИПРОБУВАННЯ

Перш ніж приступити до виявлення катіонів, рекомендується в окремих пробах (по 0,5 – 1,0 мл) аналізованого розчину виконати попередні випробування, за допомогою яких можна робити висновки про відсутність цілої низки катіонів.

14.1.1. Якщо розчин безбарвний, то, можливо, відсутні іони Ni^{2+} і Cu^{2+} .

14.1.2. Якщо в досліджуваному розчині немає осаду і він не утвориться при додаванні хлоридної кислоти – відсутні іони Ag^+ і, можливо, Pb^{2+} .

14.1.3. Якщо внаслідок доливання розбавленої сульфатної кислоти осад не випадає – відсутні іони Ba^{2+} , Pb^{2+} і, можливо, Ca^{2+} .

14.2. ДРОБНИЙ АНАЛІЗ

14.2.1. **Виявлення катіонів 1-ї групи.** Першу групу неможливо виділити з суміші катіонів усіх шести груп, тому іони NH_4^+ , Na^+ і K^+ виявляють у загальному розчині дробним методом, який описано на с. 25.

14.2.2. **Виявлення іонів Fe^{2+} і Fe^{3+} .** Ці катіони виявляють за методикою, поданою на с. 36.

14.3. СИСТЕМАТИЧНИЙ АНАЛІЗ

14.3.1. **Відділення і виявлення катіонів 2-ї групи.** До аналізованого розчину (незалежно від того є в ньому осад чи ні) доливають розбавлену хлоридну кислоту до повного осадження катіонів 2-ї групи. Отриманий осад AgCl та PbCl_2 відфільтровують і аналізують, як зазначено на с. 19.

14.3.2. **Відділення і виявлення катіонів 3-ї групи.** До фільтрату від хлоридів катіонів 2-ї групи доливають розбавлену сульфатну кислоту і протягом 5 – 10 хв нагрівають цей розчин до 70 – 80 °С. Осад сульфатів барію, кальцію і плюмбуму відфільтровують з гарячого розчину, промивають до повного видалення сульфат-аніона (проба промивної води з барій хлоридом) і переводять сульфати зазначених катіонів у карбонати (див. с. 23 – 24). Розчиняють останні в оцтовій кислоті. Отриманий розчин аналізують на наявність іонів Ba^{2+} , Ca^{2+} і Pb^{2+} (с. 19).

Примітка. Якщо концентрація іона Ca^{2+} в розчині незначна, то він із сульфатною кислотою може не утворити осад і залишитися в розчині. Для його виявлення беруть дві порції фільтрату: до однієї з них доливають розчин калій гексаціаноферату (II), до другої – калій хромату (для видалення іонів Ba^{2+} і Pb^{2+}). Отримані осади відфільтровують і до обох фільтратів доливають амоній оксалат. За наявності в розчині іона Ca^{2+} в обох випадках випадає білий кристалічний осад кальцій оксалату.

Крім того, для виділення кальцій сульфату в осад з розбавленого розчину можна додати 0,5 об'єму ацетону.

14.3.3. **Відділення і виявлення катіонів 4-ї групи.** Фільтрат від барій сульфату і кальцій сульфату нейтралізують їдким лугом, наполовину випарюють; потім доливають 1,0 – 1,5 об'єму того ж лугу, кип'ятять 1 – 2 хв і фільтрують. Фільтрат нейтралізують хлоридною кислотою до розчинення осаду, що утворився, та аналізують щодо наявності іонів Al^{3+} і Zn^{2+} (с. 27).

14.3.4. **Відділення і виявлення катіонів 5-ї та 6-ї груп.** Осад гідроксидів катіонів 5-ї і 6-ї груп розчиняють в нітратній кислоті, доливають 3 – 4 об'єми

концентрованого розчину аміаку, злегка нагрівають і фільтрують. В осад перейдуть катіони 5-ї групи у вигляді гідроксидів, катіони 6-ї групи залишаться у фільтраті у вигляді аміачних комплексних сполук. Осад аналізують щодо наявності катіонів 5-ї групи, а у фільтраті виявляють катіони 6-ї групи (див. с. 36 – 37).

15. АНАЛІЗ СУМІШІ СУХИХ СОЛЕЙ

(Катіони: 1-ша гр. – K^+ , Na^+ , NH_4^+ ; 2-га гр. – Ag^+ , Pb^{2+} ; 3-тя гр. – Ca^{2+} , Ba^{2+} ; 4-та гр. – Al^{3+} , Zn^{2+} ; 5-та гр. – Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} ; 6-та гр. – Cu^{2+} , Ni^{2+} .)

Аніони: 1-ша гр. – SO_4^{2-} , CO_3^{2-} ; 2-га гр. – Cl^- , S^{2-} ; 3-тя гр. – NO_3^-)

15.1. ПОПЕРЕДНІ ВИПРОБУВАННЯ

15.1.1. **Розчинення в дистильованій воді.** Аналізовану суміш обробляють дистильованою водою на холоді й при нагріванні. При цьому вона може:

1) цілком розчинитися тільки при нагріванні, що є ознакою можливої наявності в ній $PbCl_2$;

2) утворити безбарвний розчин, що є ознакою відсутності в ній іонів Fe^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} і Cu^{2+} .

15.1.2. **Розчинення в хлоридній кислоті.** На невелику порцію суміші сухих солей діють розбавленою хлоридною кислотою.

Якщо при цьому:

1) спостерігається виділення вуглекислого газу або сірководню, то в суміші знаходяться відповідно солі карбонатної і сірководневої кислот;

2) навпаки, гази не виділяються, то в складі аналізованої суміші вищезазначені солі відсутні.

15.2. ПРИГОТУВАННЯ ДОСЛІДЖУВАНОВОГО РОЗЧИНУ

15.2.1. **Суміш солей цілком розчиняється у воді.** Дрібно розтерту суміш розчиняють у дистильованій воді з розрахунку 0,5 г суміші на 10 – 20 мл води. Якщо в холодній воді суміш солей не розчиняється, то цей процес відбувається при нагріванні.

15.2.2. **Суміш солей частково розчиняється у воді** – значить присутні аніони карбонату або сульфідну. Суміш солей розчиняють у розбавленій хлоридній кислоті і кип'ятять до повного видалення вуглекислого газу або сірководню. В окремій пробі при цьому попередньо виявляють аніон хлориду.

15.3. ВИЯВЛЕННЯ КАТІОНІВ І АНІОНІВ

Приготований тим або іншим шляхом розчин розділяють на дві частини: у першій виявляють катіони, у другій – аніони.

15.3.1. **Виявлення катіонів.** Аналіз доцільно починати з виявлення катіонів, оскільки це дозволяє скласти уявлення про відсутність ряду аніонів і тим самим полегшити роботу. Аналіз розчину суміші солей щодо наявності катіонів усіх аналітичних груп виконують за методикою, поданою на с. 33.

15.3.2. **Виявлення аніонів.** Попередні випробування дозволяють вирішити питання щодо аніонів карбонату й сульфідів. Інші аніони виявляють за методикою, поданою на с. 12.

16. МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ ДО ПРОВЕДЕННЯ НАВЧАЛЬНО-ДОСЛІДНИЦЬКОЇ РОБОТИ "АНАЛІЗ СУМІШІ СУХИХ СОЛЕЙ"

Метою даної навчально-дослідницької роботи є формування навичок у самостійному виборі найбільш раціональних шляхів дослідження. Робота сприяє остаточному закріпленню знань про якісний аналіз.

Студент виконує реферат, що складається із двох частин: I. Теоретичні відомості; II. Експериментальна частина.

Перед початком експериментальної роботи студент готує чернетку першої частини реферату – теоретичного вступу, і подає його викладачеві. Після співбесіди з викладачем студент оформляє теоретичний вступ і розпочинає проведення експерименту. Потім виконує другу частину реферату й одержує оцінку за роботу.

16.1. ЗМІСТ РЕФЕРАТУ

16.1.1. Теоретичний вступ

1. Визначення понять:

- якісний аналіз,
- систематичний якісний аналіз,
- група катіонів (аніонів),
- груповий реагент,
- реакції поділу,
- реакції виявлення,
- дробний аналіз.

2. Перелік і характеристика аналітичних груп аніонів.

3. Перелік і характеристика аналітичних груп катіонів у кислотно-основному методі якісного аналізу.

4. Загальна схема аналізу суміші сухих солей.

Загальна схема аналізу повинна включати три елементи:

- попередні випробування;
- дробний аналіз;
- систематичний аналіз.

Загальна схема аналізу повинна бути складена з припущенням про те, що в аналізованій суміші наявні такі катіони: Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Pb^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} й аніони: Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} .

Розділ "Попередні випробування" має складатися з переліку випробувань і висновків за їх результатами.

Цей розділ починається з вивчення розчинності суміші солей у дистильованій воді.

16.1.2. Попередні випробування

Розчинення суміші солей у дистильованій воді за умови кімнатної температури й нагрівання можливе в випадках:

1-й: солі цілком розчинилися при кімнатній температурі. Це означає, що в суміші солей присутні тільки солі, легко розчинні у воді, і відсутні солі, важкорозчинні у воді, а саме: PbCl_2 , PbSO_4 , BaSO_4 , карбонати всіх металів, крім легкорозчинних карбонатів – натрію, калію і амонію.

2-й: солі не розчинилися при кімнатній температурі й цілком розчинилися при нагріванні. Це означає, що в суміші солей є PbCl_2 .

3-й: солі не розчинилися при нагріванні. Отже, в суміші солей присутні одна або декілька важкорозчинних солей, а саме: PbSO_4 , BaSO_4 , карбонати (крім Na_2CO_3 , K_2CO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$).

Далі аналогічним чином необхідно описати інші випробування: розчинення в HCl , дію групових реагентів.

У розділі "Дробний аналіз" потрібно подати перелік та опис кожного виявлення, виконаного дробним методом. Наприклад:

Виявлення іона Na^+ .

До окремої проби розчину (2 мл) для осадження катіонів інших груп доливають розчин K_2CO_3 , уникаючи великого надлишку, фільтрують. Фільтрат (після випробування на повноту осадження) частково упарюють і в ньому після нейтралізації розчину до $\text{pH} = 7 - 8$ (за універсальним індикаторним папером) виявляють іони Na^+ за допомогою $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$. За наявності Na^+ випадає білий кристалічний осад.

У розділі "Систематичний аналіз" потрібно побудувати схему за такою формою (рис. 2):

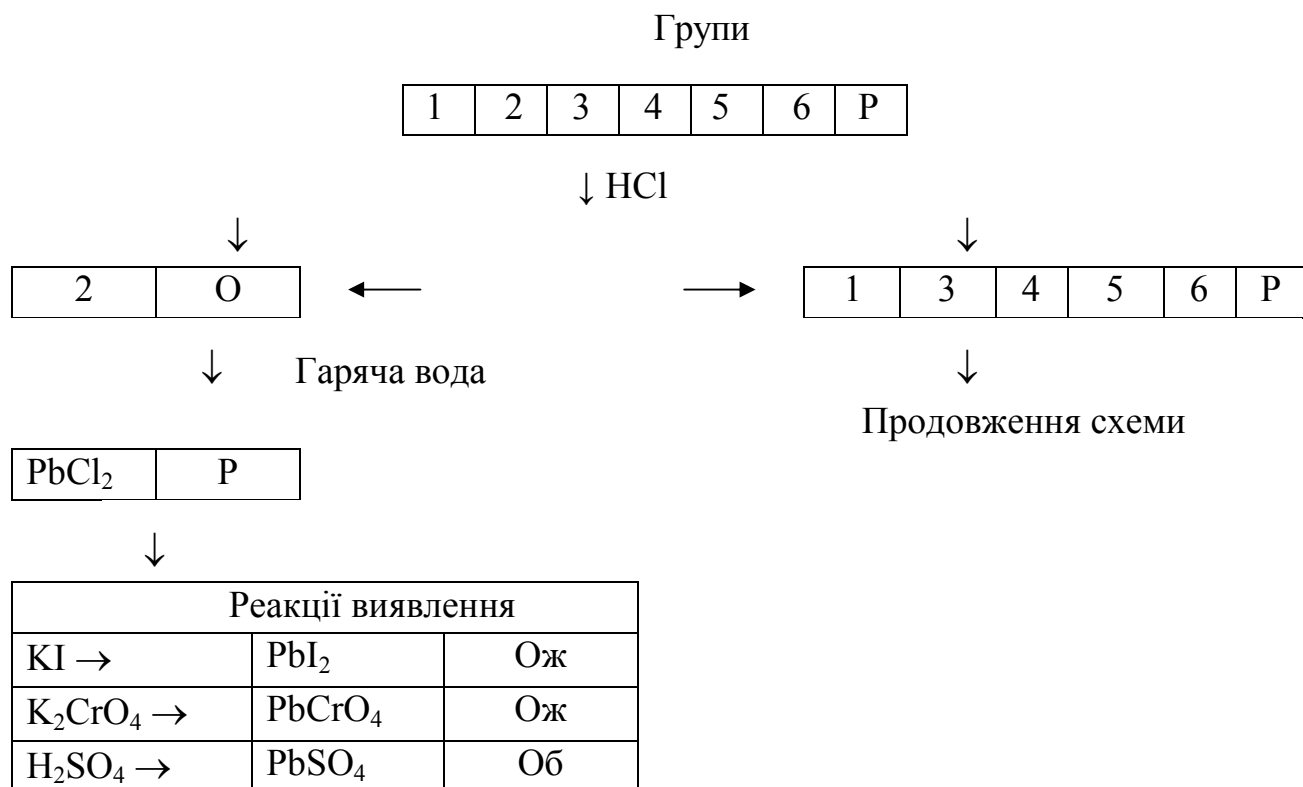


Рис. 2. Схема систематичного аналізу катіонів

Необхідно самостійно продовжити схему поділів і виявлення катіонів. Наприкінці схеми подаються умовні позначення, наприклад: О – осад, Р – розчин, Об – осад білий, Ож – осад жовтий, тощо.

16.1.3. Експериментальна частина

В експериментальній частині повинні бути ті самі розділи, що й у „Загальній схемі аналізу”, а саме: 1) попередні випробування; 2) дробний аналіз; 3) систематичний аналіз. У перших двох розділах необхідно в кожному пункті відзначити результат експерименту й у зв'язку з цим змінити порядок досліджень. Наприклад, якщо суміш солей цілком розчиняється у воді при кімнатній температурі, не потрібно аналізувати й описувати її розчинення при нагріванні.

Схема систематичного аналізу (рис. 3) повинна бути також змінена відповідно до результатів експерименту.

Наприклад:

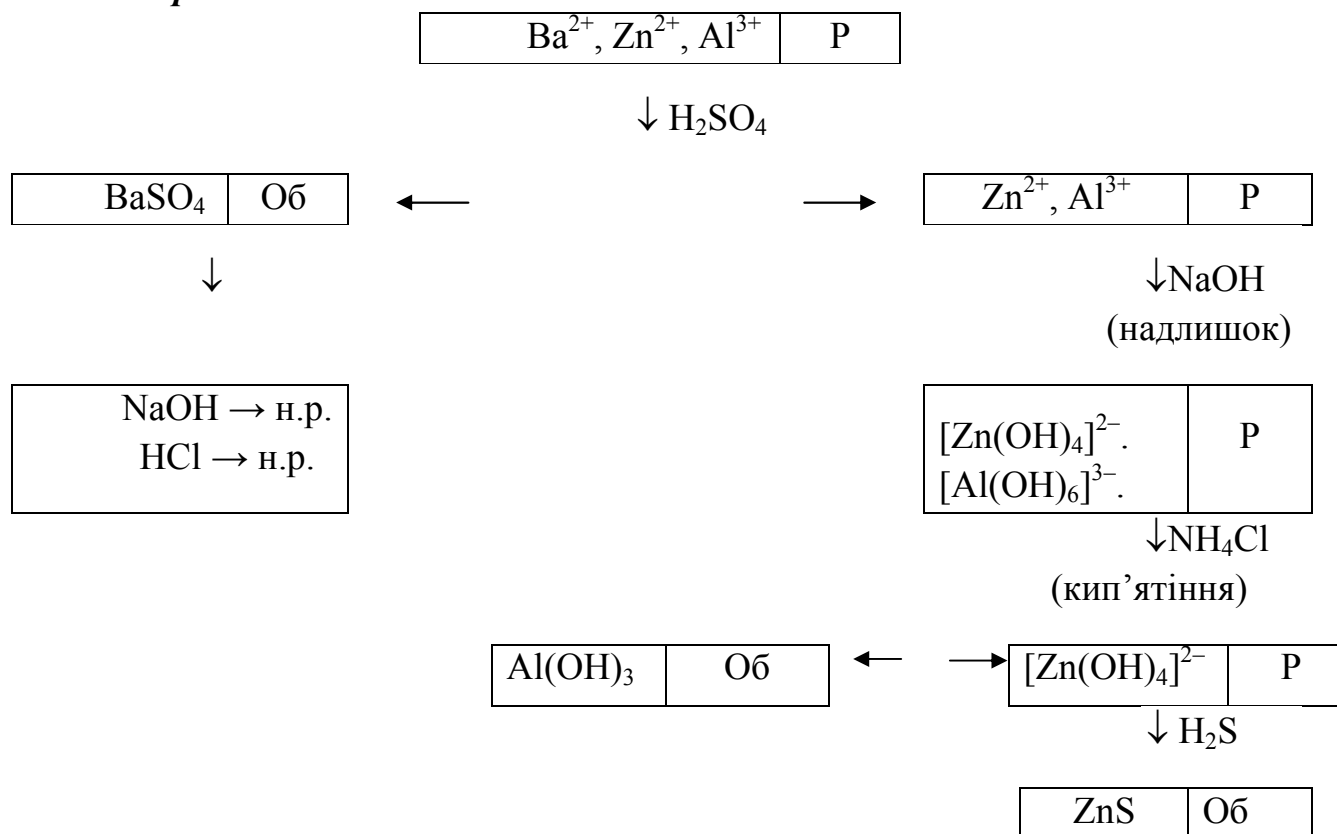


Рис. 3. Схема систематичного аналізу катіонів III – IV груп

Умовні позначення: Об – білий осад, Р – розчин, н. р. – не розчиняється.

Після схеми систематичного аналізу має бути поданий результат аналізу, у якому перераховано всі виявлені катіони й аніони.

17. КРИТЕРІЇ ОЦІНЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИВЧЕННЯ ДИСЦИПЛІНИ «ХІМІЯ ТВЕРДОГО ТІЛА І ТЕХНОЛОГІЯ ЙОГО ФОРМУВАННЯ»

Результати засвоєння студентом матеріалу лабораторних робіт визначають після їх виконання за рівнем сформованості його компетентностей, згідно зі схемою додатка до диплома європейського зразка (табл. 10):

Таблиця 10

Шкала оцінювання результатів

Рівень досягнень / Marks, %	Оцінка / Grade
Національна диференційована шкала	
90 – 100	Відмінно / Excellent
74 – 89	Добре / Good
60 – 73	Задовільно / Satisfactory
1 – 59	Незадовільно / Fail

Рівні сформованості компетентностей

«Відмінно» виставляється, якщо під час відповіді на питання студент виявив знання та вміння для виконання повного обсягу завдань, передбачених лабораторною роботою, а також знання матеріалу означеної теми на рівні його творчого використання.

«Добре» виставляється, якщо під час відповіді на питання студент виявив знання та вміння для виконання завдань, передбачених лабораторною роботою на рівні аналогічного відтворення.

«Задовільно» виставляється, якщо під час відповіді на питання студент виявив знання та вміння для виконання завдань, передбачених лабораторною роботою на рівні репродуктивного відтворення.

«Незадовільно» виставляється, якщо під час відповіді на питання студент виявив серйозні пробіли в знаннях основного матеріалу, допустив принципові помилки при виконанні лабораторної роботи на рівні, нижчому від репродуктивного відтворення.

ПЕРЕЛІК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Аналітична хімія : Якісний та кількісний аналіз ; навчальний конспект лекцій /В.В. Болотов, О. М. Свечнікова, М. Ю. Голік та ін.; За ред. проф. В. В. Болотова. – Вінниця : Нова Книга, 2011. – 424 с.

2. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму «Біотехнологія»/ Н.К.Федушак та ін. – Вінниця: Нова книга, 2012. – 640 с.

3. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу: навч. посібник/ Д.І. Семенишин, М.М. Ларук. – Львів: Видавництво Львівської політехніки, 2015. – 148 с.

Інформаційні ресурси

1. <http://chemistry-chemists.com>
2. <http://himik.nmu.org.ua/ua/>
3. <http://fit.nmu.org.ua/ua/>

Светкіна Олена Юріївна

Нетяга Ольга Борисівна

Тарасова Ганна Володимирівна

Якісний аналіз

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Аналітична хімія»
студентами спеціальності 161
Хімічні технології та інженерія

Редактор . . . Ільченко

Підп. до друку 12.03.2019. Формат 30x42/4.
Папір офсет. Ризографія. Ум. друк. арк. 3,17.
Обл.-вид. арк.1,5. Тираж 20 пр. Зам. № .

НТУ «Дніпровська політехніка»
49005, м. Дніпро, просп. Д. Яворницького, 19.

