

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**БРАТСКИЙ ЦЕЛЛЮЛОЗНО–БУМАЖНЫЙ КОЛЛЕДЖ  
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
“БРАТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ”**

Специальность 18.02.12«  
химических соединений»

## **МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ**

*по дисциплине*  
**«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»**

РАЗДЕЛ «КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ»

Братск 2019

Составила (разработала)

Лысова Г.И., преподаватель кафедры химико - механических дисциплин

Рассмотрено на заседании кафедры химико - механических дисциплин

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2019г. \_\_\_\_\_

Одобрено и утверждено редакционно-издательским советом

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2019г. № \_\_\_\_\_

## Содержание

Ведение	4
1 Общие указания по изучению качественного анализа	8
2 Общие правила работы в аналитической лаборатории	9
3 Кислотно-основная классификация катионов	11
4 Форма записи лабораторных работ	12
5 Качественный анализ катионов	13
5.1 Лабораторная работа №1 "Основные аналитические реакции катионов первой группы"	13
5.2 Лабораторная работа №2 "Основные аналитические реакции катионов второй группы"	18
5.3 Лабораторная работа №3 "Основные аналитические реакции катионов третьей группы"	22
5.4 Лабораторная работа №4 "Основные аналитические реакции катионов четвертой группы"	26
5.5 Лабораторная работа №5 "Основные аналитические реакции катионов пятой группы"	30
5.6 Лабораторная работа №6 "Основные аналитические реакции катионов шестой группы"	34
5.7 Лабораторная работа № 7 "Анализ смеси катионов шести аналитических групп"	37
5.8 Зачетные задания по качественному анализу катионов.	
По выбору	42
6 Качественный анализ анионов	45
6.1 Лабораторная работа № 8 "Аналитические реакции анионов первой аналитической группы"	46
6.2 Лабораторная работа № 9 "Аналитические реакции анионов второй аналитической группы"	55
6.3 Лабораторная работа № 8 "Аналитические реакции анионов третьей аналитической группы"	60
7 Анализ сухой соли	64
8 Итоговая контрольная работа по качественному анализу (письменная)	67
Заключение	69
Список использованных источников	70

## Введение

В настоящее руководство включены лабораторные работы по изучению качественных реакций катионов и анионов. При изучении этих реакций использована кислотно-основная классификация на основе полумикрометода, что позволяет проводить лабораторные работы в экологически более чистых условиях, быстрыми приёмами определения, с экономией времени и реактивов.

Выполнение лабораторных работ рекомендуется проводить при строгом контроле преподавателя или лаборанта в следующем порядке: а) объяснение преподавателя по данной реакции; б) выполнение этой реакции каждым учащимся одновременно; в) самостоятельная запись реакции в лабораторный журнал каждым учащимся. Это активизирует работу учащихся, позволяет учащимся лучше осмыслить и усвоить каждую реакцию, сокращает время выполнения лабораторной работы, заставляет работать всех учащихся.

Конечная цель изучения дисциплины состоит в том, чтобы сформировать у обучающихся:

1. Системные знания по теоретическим основам качественного анализа;
2. Навыки по технике работы в химико – аналитических лабораториях;
3. Научно – обоснованное теоретическое мышление, профессиональные и организационные знания.

# **1 Общие указания по изучению качественного анализа**

## **Цель изучения темы**

На основе знаний основных понятий качественного анализа и химико – аналитических свойств катионов шести аналитических групп по кислотно – основной классификации и по трем группам анионов, положений теории растворов электролитов, закона действующих масс и химического равновесия научиться проводить характерные аналитические реакции катионов указанных шести групп, определять их подлинность, анализировать их смеси. Так же научиться анализировать анионы и их смеси. И в заключении изучения темы студент должен уметь анализировать сухую соль пользуясь знаниями, полученными при изучении анализа катионов и анионов.

## **Целевые задачи**

Освоение правил работы в химико – аналитической лаборатории и техники выполнения аналитических реакций преимущественно полумикрометодом.

1. Проведение аналитических реакций катионов шести аналитических групп катионов и трех групп анионов по кислотно – основной классификации.
2. Оформление протокола проведения лабораторной работы.

## **Профессиональные компетенции (ПК):**

ПК 1.1. Оценивать соответствие методики задачам анализа по диапазону измеряемых значений точности.

ПК 1.2. Выбирать оптимальные методы анализа.

ПК 1.3. Оценивать экономическую целесообразность использования методов и средств анализа и измерений.

ПК 2.1. Обслуживать и эксплуатировать оборудование химико-аналитических лабораторий.

ПК 2.2. Подготавливать реагенты и материалы, необходимые для проведения анализа.

ПК 2.3. Обслуживать и эксплуатировать коммуникации химико-аналитических лабораторий.

ПК 2.4. Проводить качественный и количественный анализ неорганических и органических веществ химическими методами.

ПК 2.5. Проводить качественный и количественный анализ неорганических и органических веществ физико-химическими методами.

ПК 2.6. Проводить обработку результатов анализов с использованием аппаратно-программных комплексов.

ПК 2.7. Работать с химическими веществами и оборудованием с соблюдением техники безопасности и экологической безопасности.

ПК 3.1. Планировать и организовывать работу персонала производственных подразделений.

ПК 3.2. Организовывать безопасные условия труда и контролировать выполнение правил техники безопасности, производственной и трудовой дисциплины, правил внутреннего распорядка.

ПК 3.3. Анализировать производственную деятельность подразделения.

ПК 3.4. Участвовать в обеспечении и оценке экономической эффективности работы подразделения.

ПК 4.1. Выполнять качественный и количественный химический анализ с применением высокоточных приборов и аппаратно-программных комплексов.

ПК 4.2. Выполнять физико-химические методы повышенной сложности с применением аппаратно-программных средств и комплексов.

### **Общие компетенции (ОК):**

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 3. Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.

ОК 4. Осуществлять поиск, анализ и оценку информации, необходимой для постановки и решения профессиональных задач, профессионального и личностного развития.

ОК 5. Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности.

ОК 6. Работать в коллективе и команде, обеспечивать её сплочение, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

ОК 7. Брать на себя ответственность за работу членов команды (подчиненных), результат выполнения заданий.

ОК 8. Самостоятельно определять задачи профессионального и личностного развития, заниматься самообразованием, осознанно планировать повышение квалификации.

ОК 9. Ориентироваться в условиях частой смены технологий в профессиональной деятельности.

В результате выполнения лабораторных работ обучающийся должен уметь:

- описывать механизм химических реакций количественного и качественного анализа;
- обосновывать выбор методики анализа, реактивов и химической аппаратуры по конкретному заданию;
- готовить растворы заданной концентрации;
- проводить количественный и качественный анализ с соблюдением правил техники безопасности;
- анализировать смеси катионов и анионов;

- контролировать и оценивать протекание химических процессов;
  - проводить расчеты по химическим формулам и уравнениям реакций;
  - производить анализы и оценивать достоверность результатов;
- знать:
- агрегатные состояния веществ;
  - аналитическую классификацию ионов;
  - аппаратуру и технику выполнения анализов;
  - значение химического анализа, методы качественного и количественного анализа химических соединений;
  - периодичность свойств элементов;
  - способы выражения концентрации веществ;
  - теоретические основы методов анализа;
  - теоретические основы химических и физико-химических процессов;
  - технику выполнения анализов;
  - типы ошибок в анализе;
  - устройство основного лабораторного оборудования и правила его эксплуатации.

### Перечень лабораторных работ

Анализ катионов и анионов включает в себя лабораторные работы, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Перечень лабораторных работ

№ лабораторной работы	Количество часов	Наименование лабораторной работы
1	4	Основные аналитические реакции катионов первой группы
2	4	Основные аналитические реакции катионов второй группы
3	4	Основные аналитические реакции катионов третьей группы
4	4	Основные аналитические реакции катионов четвертой группы
5	4	Основные аналитические реакции катионов пятой группы
6	4	Основные аналитические реакции катионов шестой группы
7	4	Анализ смеси катионов 1-6 групп
8	6	Основные аналитические реакции анионов первой группы
9	4	Основные аналитические реакции анионов второй группы
10	2	Основные аналитические реакции анионов третьей

		группы
11	4	Анализ сухой соли



## **2 Общие правила работы в аналитической лаборатории**

Правила работы в лаборатории являются общими для всех химических лабораторий и выполнять их следует так же, как и правила техники безопасности.

В процессе лабораторной работы учащийся должен уметь пользоваться книгами, справочниками, уметь найти ответ на интересующий вопрос в литературе. Выполнение всех работ учащийся записывает в отдельную тетрадь – лабораторный журнал. Делать записи в черновик не разрешается.

Записи следует вести систематически, четко и аккуратно и во время работы в лаборатории, сразу же после выполнения аналитической операции.

При изучении характерных реакций в тетрадь записывают название исходного вещества и применяемого реагента, уравнение реакции и ее внешний эффект, свойства осадка, условия выполнения реакции и результаты. Записи следует вести по форме, предложенной в таблице 3.

### **Основные правила техники безопасности**

1. Приступать к выполнению задания можно после составления плана работы и разрешения преподавателя.

2. При выполнении работы необходимо соблюдать условия проведения аналитической реакции и строго придерживаться количеств реактивов, указанных в учебнике. Необходимо внимательно прочитать надпись на этикетках, прежде чем взять необходимый реактив.

3. Все опыты, сопровождающиеся выделением ядовитых, летучих, неприятно пахнущих веществ, например: выпаривание, кипячение растворов кислот, а также растворов, содержащих галогены, аммиак, сероводород и так далее проводить только в вытяжном шкафу.

4. Реактивы нельзя пробовать на вкус, так как большинство из них ядовиты.

5. Нагревая жидкость в пробирке, необходимо держать пробирку отверстием, направленным в сторону от себя и работающих рядом товарищей. Наливая или нагревая жидкость, не наклоняться над сосудом, так как возможно разбрызгивание или даже выброс раствора.

6. При определении запаха раствора лёгким движением руки направляют струю воздуха от сосуда к себе.

7. При разбавлении концентрированных кислот вливать кислоту в воду, а не на оборот.

8. При взбалтывании растворов в пробирках или колбах их нужно плотно закрывать пробками, запрещается закрывать пробирку пальцем.

9. В помещении лаборатории запрещается оставлять без присмотра зажженные горелки, плитки, водяные бани, держать вблизи горящих горелок эфир, спирт и другие легковоспламеняющиеся вещества.

10. Работа с легковоспламеняющимися веществами и горючими жидкостями должна проводиться в вытяжном шкафу с приспущенными

дверцами и при работающей вентиляции, при выключенных газовых горелках и электроприборах.

11. Отработанные растворы нитрата серебра сливают в специально предназначенную для этой цели посуду из темного стекла.

12. В случае ожога лица, рук кислотой или щёлочью необходимо оказать пострадавшему первую помощь: обмыть поражённое место большим количеством воды, а затем: а) при ожоге кислотами обработать 1 % раствором гидрокарбоната натрия; б) при ожоге щелочами обработать 1 % раствором уксусной кислоты. В обоих случаях после этого наложить повязку из бинта, смоченного этиловым спиртом.

13. При попадании кислоты или щелочи в глаза необходимо промыть их большим количеством воды, а затем при попадании 'кислоты промыть глаза разбавленным раствором пищевой соды, при попадании щелочи - 1 % раствором борной кислоты.

### 3 Кислотно-основная классификация катионов

Кислотно – основная классификация катионов основана на различной растворимости в воде хлоридов и сульфатов и на различной растворимости гидроксидов в воде, щелочи и водном растворе аммиака (таблица 2).

Таблица 2 - Кислотно-основная классификация катионов

	Группа					
	1	2	3	4	5	6
Катионы	Na <sup>+</sup> K <sup>+</sup> NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Ag <sup>+</sup> Hg <sub>2</sub> <sup>+2</sup> Pb <sup>+2</sup>	Ca <sup>+2</sup> Sr <sup>+2</sup> Ba <sup>+2</sup>	Cr <sup>+3</sup> Zn <sup>+2</sup> Al <sup>+3</sup>	Fe <sup>+2</sup> Fe <sup>+3</sup> Mn <sup>+2</sup> Mg <sup>+2</sup>	Cu <sup>+2</sup> , Hg <sup>+2</sup> Co <sup>+2</sup> , Ni <sup>+2</sup> , Cd <sup>+2</sup>
Групповой реактив	Нет	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	NaOH	NaOH	NH <sub>3</sub>
Состав и свойства осадков	-	MCl, MC <sub>12</sub> Не растворимы в кислотах	MSO <sub>4</sub> Не растворимы в кислотах и щелочах	M(OH) <sub>n</sub> Растворимы в избытке NaOH	M(OH) <sub>n</sub> Не растворимы в избытке NaOH	M(OH) <sub>2</sub> Растворимы в избытке NH <sub>3</sub>

#### 4 Форма записи лабораторных работ

Лабораторные работы следует оформлять следующим образом. Все данные вносить в таблицу. Пример оформления лабораторной работы предложен в таблице 3.

Оформление контрольной задачи

Таблица 3 - Оформление лабораторной работы

Определяемый катион	Условия проведения реакции	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции	Примечание
$\text{Ag}^+$	Нормальные условия	$\text{HCl}$	Выпал белый осадок	$\text{Ag}^+ + \text{HCl} = \text{AgCl} + \text{H}^+$	Осадок растворим в концентрированном аммиаке

Таблица 4 - Контрольная задача на катионы первой группы

Операция	Реактив	Наблюдаемое изменение	Уравнение реакции	Заключение
1. Испытание на присутствие катиона $\text{Ag}^+$	$\text{HCl}$	Выпал белый осадок	$\text{Ag}^+ + \text{HCl} = \text{AgCl} + \text{H}^+$	Присутствует катион $\text{Ag}^+$

Вывод: В испытуемом растворе присутствуют ионы натрия и аммония. предложено в таблице 4.

## **5 Качественный анализ катионов**

### **5.1 Лабораторная работа № 1 "Основные аналитические реакции катионов первой группы"**

#### **Цель работы**

1. Ознакомиться с лабораторным набором, его назначением.
2. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов первой группы.
3. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов первой группы.
4. Научиться проводить анализ смеси катионов первой аналитической группы в растворе.

#### **Задание для самоподготовки**

К занятию надо знать

1. Основные понятия качественного химического анализа.
2. Классификацию катионов по кислотно-основному методу анализа.
3. Общую характеристику катионов первой аналитической группы.
4. Отношение солей аммония к нагреванию.
5. Основные правила работы, техники безопасности и оказания первой помощи при работе в химической лаборатории.
6. Оборудование химической лаборатории для работы полумикрометодом.

Уметь

1. Составлять уравнения реакций диссоциации двойных и комплексных солей в водных растворах.
2. Назвать комплексные соединения по номенклатуре.
3. Составлять уравнения реакции термического разложения солей аммония.
4. Составлять уравнения реакций в ионной форме.
5. Обращаться со спиртовкой.

#### **Характеристика группы**

К первой группе катионов относятся калий, натрий, аммоний. В отличие от катионов других групп почти все соли натрия, калия и аммония хорошо растворимы в воде. Катионы калия, натрия, аммония бесцветны. Катионы первой группы одновалентны.

Металлы калий и натрий относятся к элементам первой группы периодической таблицы Менделеева. Их гидроксиды - NaOH и KOH - хорошо растворимы в воде и являются сильными основаниями. Ион аммония по своим свойствам близок к группе щелочных металлов, но гидрат аммиака является слабым основанием: это нестойкое соединение, легко разлагающееся на аммиак

и воду даже при комнатной температуре.

Гидролизу подвергаются все соли аммония, а также натриевые и калиевые соли слабых кислот (уксусной, угольной).

Аналитическим признаком катионов первой группы является отсутствие группового реактива.

Соли аммония являются нестойкими и легко разлагаются при нагревании. Это свойство используется при удалении солей аммония из смеси солей катионов первой группы

### Реактивы

1. Растворы солей аммония, калия, натрия.
2. Насыщенный раствор гексагидроксостибиата калия в насыщенном растворе хлорида калия.
3. Свежеприготовленный раствор гексанитрокобальтата натрия.
4. Реактив Несслера.
5. Этанол.
6. Формалин - 40% раствор формальдегида в воде.
7. Фенолфталеин.
8. Сухие соли калия, натрия, аммония.
9. Индикаторная бумага.
- 10.

### Учебные таблицы

1. Классификация катионов по кислотно-основному методу.
2. Частные реакции катионов первой аналитической группы.
3. Периодическая система элементов Д.И. Менделеева.

### Ход работы

#### Реакции катиона $K^+$

1. Реакция окрашивания пламени. Летучие соли калия окрашивают бесцветное пламя в фиолетовый цвет.

В солях калия почти всегда присутствуют следы натрия, который окрашивает пламя в желтый цвет, маскируя фиолетовую окраску. Поэтому пламя следует рассматривать через синее стекло, поглощающее желтый цвет.

Выполнение реакции. Соль калия, лучше всего хлорид калия, смачивают в концентрированной соляной кислоте и вносят на тонкой платиновой или нихромовой проволоке сначала в основание пламени, а затем переводят в часть пламени с наивысшей температурой. Ионы калия окрашивают пламя в фиолетовый цвет.

2. Реакция с винной кислотой  $H_2C_4H_4O_6$  или гидротартратом натрия  $NaHC_4H_4O_6$  при достаточной концентрации калия в растворе дают белый кристаллический осадок гидротартрата калия  $KHC_4H_4O_6$ .

В минеральных кислотах осадок растворим. Поэтому, если в качестве реактива применяют винную кислоту, реакцию ведут в присутствии ацетата натрия  $\text{CH}_3\text{COONa}$ . В этом случае образующаяся при реакции сильная кислота замещается слабой уксусной кислотой, не растворяющей осадок.

В разбавленных растворах щелочей образуются растворимые в воде средние соли. Следовательно, реакцию можно проводить в нейтральной или слабокислой среде.

Растворимость  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  возрастает с повышением температуры, поэтому реакцию надо вести при охлаждении. Кроме того, этот осадок образует пересыщенный раствор; для ускорения образования кристаллов требуется механическое воздействие (трение, взбалтывание).

Ион аммония должен отсутствовать, так как он мешает определению, образуя с реактивом белый кристаллический осадок.

Выполнение реакции. В пробирку помещают 2 капли раствора хлорида калия и 3 капли реактива. Пробирку охлаждают струей холодной воды, одновременно потирая внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой для ускорения выпадения осадка. Если реакцию проводят с винной кислотой, то добавляют 1 каплю раствора уксуснокислого натрия –  $\text{CH}_3\text{COONa}$ .

3. Реакция с гексанитритокобальтатом (3) натрия  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  осаждает из нейтрального или слабокислого раствора желтый кристаллический осадок гексанитритокобальтата (3) калия - натрия.

Подобный осадок получается и с солями аммония, поэтому реакцию нужно вести в их отсутствие. Эта очень чувствительная реакция и является наиболее характерной для иона калия. Реактив  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  берут свежеприготовленный, так как при хранении он разлагается с выделением ионов  $\text{Co}^{+2}$ , имеющих розовое окрашивание. Такой реактив непригоден.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора соли калия добавляют 2 капли реактива. Наблюдают выпадение осадка.

### **Реакция катиона натрия $\text{Na}^+$**

1. Реакция окрашивания пламени. Соли натрия окрашивают бесцветное пламя в желтый цвет. Реакция очень характерна и чувствительна. Выполнение реакции такое же, как для ионов калия.

2. Реакция с гексагидроксостибиатом (5) калия  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$  дает с солями натрия в строго нейтральной среде медленно образующийся белый кристаллический осадок. Реакцию нельзя проводить в кислой среде, так как в этом случае выделяется аморфный осадок метасурьмяной кислоты  $\text{HSbO}_3$ . Нельзя проводить определение и в сильно щелочных растворах, так как в этом случае осадок не выпадает из-за повышения его растворимости. Реакцию следует проводить в достаточно концентрированном растворе.

Растворимость  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$  сильно возрастает с повышением температуры, поэтому реакцию проводят при охлаждении. Для лучшей кристаллизации при проведении реакции необходимо потирать стеклянной палочкой о стенки пробирки.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора соли натрия добавляют 3 капли реактива. Пробирку с испытуемым раствором охлаждают под струей воды, одновременно потирая палочкой внутренние стенки пробирки. Наблюдают выпадение осадка.

### **Реакции катиона аммония $\text{NH}_4^+$**

1. Реакция со щелочами. Гидроксиды щелочных металлов NaOH и KOH при добавлении к водному раствору соли аммония выделяют аммиак. При нагревании раствора аммиак улетучивается. Выделяющийся аммиак можно обнаружить:

- При помощи красной или фиолетовой лакмусовой бумаги. Попадая на влажную лакмусовую бумагу, аммиак взаимодействует с водой. Образующийся анион  $\text{OH}^-$  изменяет окраску лакмуса на синий цвет.

- При достаточной концентрации аммонийной соли выделяющийся аммиак можно обнаружить по запаху.

- По образованию белого «дыма» около палочки, смоченной концентрированной соляной кислотой, поднесенной к отверстию пробирки.

Выполнение реакции. В пробирку помещают 2 капли раствора соли аммония и прибавляют 3 - 4 капли раствора щелочи так, чтобы капли не попали на стенки пробирки. Держа у отверстия пробирки лакмусовую бумагу, смоченную водой. Нагревают пробирку на водяной бане. На лакмусовой бумаге появляется синее пятно. При выполнении реакции надо следить за тем, чтобы лакмусовая бумага не соприкасалась с внутренними стенками пробирки.

2. Реакция с Реактивом Несслера (смесь  $\text{K}_2[\text{HgI}_2]$  с KOH) дает с солями аммония красно-бурый осадок оксодимеркураммония. Ионы калия и натрия не мешают определению. Рекомендуется всегда приливать избыток реактива, так как образующийся осадок растворим в большом количестве аммонийных солей. Реакция очень чувствительна и является характерной для ионов аммония. Обычно ее применяют, когда надо убедиться в отсутствии ионов аммония, мешающих открытию калия и натрия. Интенсивность окраски осадка зависит от концентрации ионов  $\text{NH}_4^+$ .

Выполнение реакции. К 1 капле раствора соли аммония добавляют 3 капли реактива Несслера.

### **Анализ смеси катионов первой аналитической группы**

Для проведения анализа смеси катионов первой аналитической группы дается раствор или смесь сухих солей, растворимых в воде.

Анализ смеси катионов первой группы проводится в следующем порядке. Первым открывают катион аммония, так как он мешает открытию калия и натрия. После этого, удалив из раствора ион аммония выпариванием раствора и прокаливанием сухого остатка, открывают ионы калия и натрия. Удалить ион аммония можно, применив в качестве блокирующего реактива формалин.

Если для анализа дана сухая соль, то следует убедиться в отсутствии в ней



ионов аммония. Для этого готовят раствор и 5 - 6 капель раствора исследуют на присутствие иона аммония. Если ион аммония отсутствует, то сухую смесь растворяют в 2 - 3 мл дистиллированной воды.

Если ионы аммония присутствуют, то, прежде следует удалить ионы аммония прокаливанием. Убедившись в отсутствие ионов аммония, смесь растворяют и в ней открывают ионы калия и натрия. Схема анализа катионов первой группы приведена в схеме 1.



Схема 1 – Анализ смеси катионов первой аналитической группы

### Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к первой аналитической группе?
2. Какие реактивы применяют для обнаружения иона калия?
3. В присутствии каких ионов первой группы нельзя открыть ион калия?
4. В какой среде и почему открывают ион калия с помощью винной кислоты?
5. Какая реакция на ион калия является наиболее чувствительной?
6. Какими реакциями можно обнаружить ион натрия?
7. Почему открытие ионов натрия с помощью реактива  $K[Sb(OH)_6]$  надо проводить при охлаждении и потирании стеклянной палочкой?
8. Какая среда раствора должна быть при открытии ионов натрия с помощью гексагидроксостибиата (5) калия? Почему?
9. Перечислите реакции открытия ионов аммония.
10. Опишите, как открыть ион аммония при помощи гидроксида натрия?
11. При действии на испытуемый раствор реактива Несслера образовался красно-бурый осадок. О присутствии какого иона это свидетельствует?
12. Прежде чем открывать в испытуемом растворе ионы натрия, присутствие какого иона надо проверить?
13. Как удалить аммонийные соли из раствора?
14. Дайте ход анализа раствора, в котором надо проверить наличие ионов аммония и калия?

## 5.2 Лабораторная работа № 2 "Основные аналитические реакции катионов второй группы"

### Цель работы

1. Ознакомиться с лабораторным набором, его назначением.
2. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов второй группы.
3. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов второй группы.
4. Научиться проводить анализ смеси катионов второй аналитической группы в растворе.

### Задание для самоподготовки

К занятию нужно знать:

1. Общую характеристику катионов второй аналитической группы.
2. Способы выражения концентрации растворов.
3. Правила техники безопасности и работы в химико-аналитической лаборатории.

Уметь:

Выполнять аналитические реакции катионов полумикрометодом.

### Реактивы

1. Растворы солей ртути, 0,05 мол/л серебра, свинца.
2. Соляная кислота.
3. Гидроокиси натрия и калия.
4. Серная кислота.
5. Иодид свинца.
6. 30% - раствор ацетата натрия или аммония.
7. Хромат калия.

### Характеристика группы

Ко второй аналитической группе катионов относятся ионы  $Pb^{2+}$ ;  $Hg_2^{2+}$ ;  $Ag^+$ . Соли этих катионов почти все плохо растворимы в воде. Хорошо растворимы только нитраты катионов этой группы, а также ацетаты серебра и свинца. Катионы свинца, серебра и ртути бесцветны.

Гидроксиды серебра и ртути (1) являются неустойчивыми соединениями и в момент образования распадаются на соответствующий оксид и воду.

Гидроксид свинца  $Pb(OH)_2$  трудно растворим и обладает амфотерными свойствами. Соли катионов второй группы подвергаются гидролизу и их растворы имеют кислую реакцию. Ионы свинца, серебра и ртути(1) способны образовывать комплексные соединения. Катион серебра образует комплексные

соединения с аммиаком,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$  и другие. Благодаря этой способности соли серебра ( $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgBr}$  и другие) можно переводить в раствор.

Групповым реактивом для второй аналитической группы являются разбавленная соляная кислота и ее растворимые соли. При этом образуются творожистые осадки  $\text{PbCl}_2$ ,  $\text{AgCl}$ ,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , причем  $\text{Pb}^{2+}$  полностью не осаждаются.

Все растворимые соединения свинца и ртути ядовиты!

## Ход работы

### Реакции катиона свинца $\text{Pb}^{2+}$

1. Реакция с соляной кислотой и растворимыми хлоридами. Катионы свинца осаждают из растворов солей свинца(2) со слабокислой реакцией белый хлопьевидный осадок хлорида свинца(2). Осадок хлорида свинца легко растворим в горячей воде, особенно при нагревании, поэтому катионы свинца осаждаются из растворов хлорид – ионами не полностью. Осадок хлорида свинца растворяется в горячей воде; при охлаждении раствора из него снова выпадает хлорид свинца, но уже в форме игл.

Выполнение реакции. В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата свинца  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  и добавляют 2 капли соляной кислоты. К раствору с осадком добавляют 1мл дистиллированной воды и нагревают смесь на водяной бане. Наблюдают растворение осадка и постепенное его выпадение при охлаждении раствора в форме игл.

2. Реакция с гидроксидами щелочных металлов  $\text{KOH}$  и  $\text{NaOH}$ . Из растворов солей свинца осаждают гидроксид свинца - осадок белого цвета. Из концентрированных растворов осадок хлорида свинца не выпадает.

Гидроксид свинца обладает амфотерными свойствами, поэтому он растворяется в разбавленной азотной или уксусной кислотах и в избытке щелочи.

Выполнение реакции. К 2 каплям соли свинца прибавляют сначала 1 каплю раствора щелочи, а затем её избыток и наблюдают выпадение осадка и последующее его растворение в избытке щелочи.

3. Реакция с серной кислотой  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и растворимыми сульфатами. Сульфат ионы выделяют из растворов свинцовых солей трудно растворимый сульфат свинца - осадок белого цвета. Осадок растворяется в щелочах при нагревании, концентрированной серной кислоте и в 30% - ном растворе ацетата аммония.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора соли свинца прибавляют 2 капли разбавленной серной кислоты и наблюдают выпадение садка.

Открытию катионов свинца в виде сульфата мешают катионы кальция, бария, ртути.

4. Реакция с иодидом калия (фармакопейная). Иодид калия, взаимодействуя с растворами свинцовых солей, дает желтый осадок иодида свинца(2), растворимый в горячей воде, в растворе уксусной кислоты. При

охлаждении раствора из него снова выпадают красивые золотисто – желтые кристаллы иодида свинца (реакция «золотого дождя»). Мешают катионы серебра, ртути.

Реакция часто применяется для открытия ионов свинца.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора нитрата свинца добавляют 2 капли раствора иодида калия. В полученный раствор с осадком добавляют 1мл воды и 3 - 4 капли разбавленной уксусной кислоты, нагревают смесь на кипящей водяной бане в течение двух минут, затем охлаждают содержимое пробирки под струей воды. Растворившийся при нагревании осадок иодида свинца вновь выпадает в виде красивых золотистых чешуек.

5. Реакция с хроматом калия  $K_2CrO_4$ . Хромат калия и дихромат калия выделяет из слабокислых растворов солей свинца желтый осадок хромата свинца и дихромата свинца.

Осадок не растворяется в уксусной и разбавленной азотной кислотах, в водном растворе аммиака, но растворяется в щелочах. Реакция чувствительна и является характерной для ионов свинца. Мешают ионы бария.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора соли свинца добавляют 2 – 3 капли раствора ацетата натрия и три капли раствора хромата калия. Наблюдают выпадение осадка.

### Реакции катиона серебра $Ag^+$

1. Реакция с соляной кислотой и растворимыми хлоридами, бромиды и иодидами. Катионы серебра при взаимодействии с растворимыми хлоридами, бромиды, иодидами образуют соответственно осадки: белый, желтоватый и желтый. Осадок хлорида серебра растворяется в концентрированном аммиаке с образованием комплексного соединения  $[Ag(NH_3)_2]Cl$ . При подкислении раствора этого комплекса снова выпадает осадок хлорида серебра. При прибавлении к раствору комплекса раствора иодида калия образуется осадок иодида серебра. Осадок хлорида серебра также растворяется в концентрированных растворах соляной кислоты и хлоридов.

Осадок бромида серебра малорастворим, а иодид серебра – не растворим в концентрированном аммиаке.

Эту реакцию обычно используют для открытия иона серебра.

Выполнение реакции. К 2 каплям нитрата серебра добавляют 2 капли разбавленной соляной кислоты. Испытывают на растворимость осадка. К раствору с осадком добавляют 5 капель концентрированного раствора аммиака и встряхивают смесь до растворения осадка.

К полученному раствору прибавляют 6 капель концентрированной азотной кислоты. Наблюдают выпадение осадка.

2. Реакция с иодидом калия. Иодид калия образует с ионом серебра светло - желтый осадок  $AgI$ . Иодид серебра не растворяется в растворе аммиака в отличие от хлорида серебра.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора нитрата серебра добавляют 2 капли иодида калия и наблюдают выпадение желтого осадка.

3. Реакция с хроматом калия. Из растворов солей серебра осаждает кирпично-красный хромат серебра. Осадок растворяется в растворе аммиака и растворах кислот. Мешают все катионы, образующие малорастворимые хроматы.

Выполнение реакции. К 2 каплям нейтрального раствора нитрата серебра добавляют 2 капли раствора хромата калия и наблюдают выпадение осадка.

### **Реакции катиона ртути (1) $\text{Hg}_2^{+2}$**

1. Реакция с соляной кислотой и растворимыми хлоридами. Катионы  $\text{Hg}_2^{+2}$  при взаимодействии с хлорид – ионами в растворах образуют белый осадок каломели  $\text{Hg}_2^{+2}\text{Cl}_2$ . На свету осадок постепенно чернеет с выделением тонкодисперсной металлической ртути. Осадок не растворяется в разбавленной, но растворяется в концентрированной азотной кислоте. При прибавлении к осадку каломели раствора аммиака он темнеет вследствие выделения тонкодисперсной металлической ртути.

С помощью этой реакции открывают ион ртути.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора нитрата ртути добавляют 2 капли разбавленной соляной кислоты. К раствору с осадком добавляют 3 капли раствора аммиака. Наблюдают почернение осадка.

2. Реакция с иодидом калия. Из растворов солей ртути осаждает иодид ртути - осадок болотно-зелёного цвета. При стоянии цвет осадка изменяется вследствие образования иодида ртути и металлической ртути.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора нитрата ртути добавляют две капли раствора иодида калия. Наблюдают выпадение осадка и изменение его цвета при встряхивании.

3. Реакция с хроматом калия. Хромат калия образует с солями ртути красно-бурый осадок  $\text{Hg}_2\text{CrO}_4$ . Осадок не растворяется в щелочах и разбавленной уксусной кислоте.

Выполнение реакции. 2 капли раствора соли ртути помещены в пробирку, нагревают на водяной бане и добавляют 2 капли раствора хромата калия.

### **Анализ смеси катионов свинца и серебра**

К исследуемому раствору 2 – 3 мл прибавляют по каплям раствор соляной кислоты до полного выделения осадка. Полноту осаждения проверяют таким образом: раствору с осадком дают отстояться, а затем к прозрачному раствору над осадком добавляют каплю соляной кислоты. Отсутствие мути доказывает полноту осаждения. В противном случае повторяют операцию осаждения. Далее смесь фильтруют, осадок на фильтре промывают соляной кислотой.

Определение катиона серебра. К осадку хлоридов прибавляют немного горячей воды, и смесь нагревают до кипения. Хлорид свинца переходит в раствор. В отдельной пробе этого раствора открывают катион свинца реакциями с дихроматом кальция в присутствии ацетата натрия (выпадет желтый осадок) или с иодидом калия (выпадет желтый осадок).

Присутствие катионов серебра проверяют растворением осадка в концентрированном аммиаке. Схема анализа катионов второй группы приведена в схеме 2.

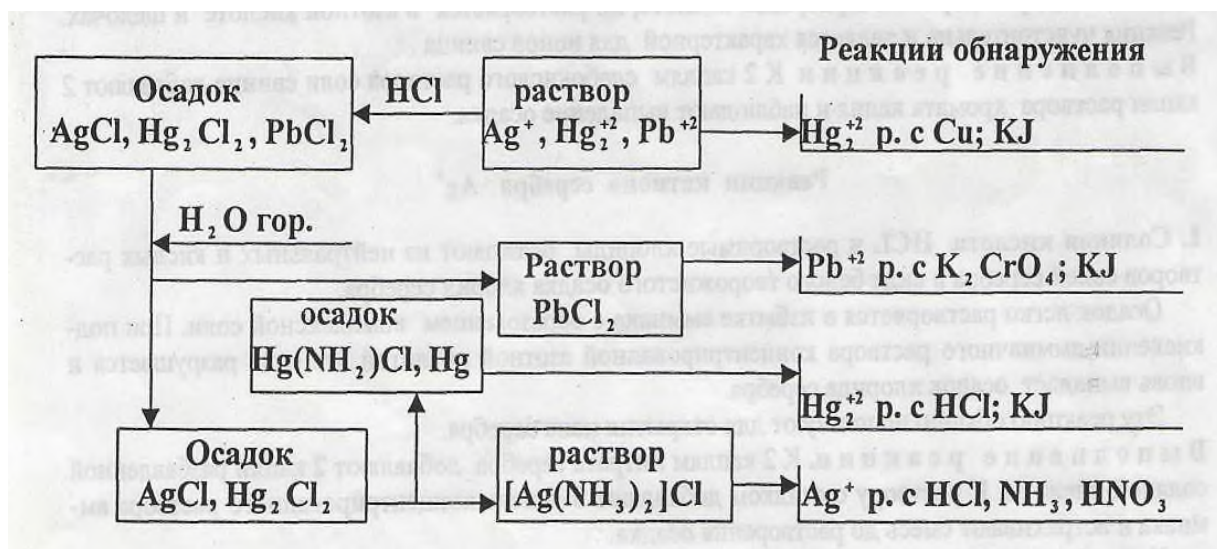


Схема 2 – Анализ смеси катионов второй аналитической группы

### Контрольные вопросы

2. Какие катионы входят в состав второй аналитической группы?
3. Какой реактив является групповым на вторую аналитическую группу катионов?
4. Перечислите наиболее характерные реакции катионов свинца.
5. В чем растворяется осадок хлорида серебра?
6. Какого цвета образуются осадки при действии хромата калия на каждый из катионов второй группы?
7. Какого цвета образуются осадки при действии иодида калия на каждый из катионов второй группы?
8. Как отделить катион свинца от катиона серебра?

### 5.3 Лабораторная работа 3 "Основные аналитические реакции катионов третьей группы"

#### Цель работы:

1. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов третьей группы.
2. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов третьей группы.
3. Научиться проводить анализ смеси катионов третьей аналитической группы в растворе.

## Характеристика группы

К третьей группе катионов относятся ионы двух валентных металлов  $Ba^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ . Эти катионы бесцветны. Галогениды, нитраты и ацетаты этих катионов хорошо растворимы в воде. Гидроксиды катионов этой группы являются сильными электролитами и растворимость их уменьшается в последовательности  $Ba(OH)_2 - Cu(OH)_2 - Ca(OH)_2$ . Сульфаты бария, стронция, кальция плохо растворимы в воде, поэтому групповым реактивом является серная кислота. Наименее растворим сульфат бария, а наиболее - сульфат кальция.

При действии группового реактива катионы кальция не полностью осаждаются из водного раствора в форме осадка сульфата кальция, часть ионов кальция остается в растворе. Для более полного осаждения катионов кальция в форме сульфата кальция при действии группового реактива к анализируемому раствору прибавляют этанол, в присутствии которого растворимость сульфата кальция уменьшается.

Сульфаты кальция, стронция, бария практически не растворимы в разбавленных кислотах и щелочах. Сульфат бария заметно растворяется в концентрированной серной кислоте, сульфат кальция растворим в водном растворе сульфата аммония.

## Ход работы

### Реакция катионов бария $Ba^{2+}$

1. Реакция окрашивания пламени.

Летучие соли бария окрашивают пламя в желто - зеленый цвет.

Выполнение реакции. Соли бария смачивают соляной кислотой и вносят в основание пламени на тонкой проволоке, а затем переводят в часть с наибольшей температурой.

2. Реакция с разбавленной серной кислотой и растворимыми сульфатами. Сульфат – ионы выделяют даже из очень разбавленных растворов осадок сульфата бария. Осадок не растворяется в кислотах и щелочах, за исключением концентрированной серной кислоты, в которой он заметно растворяется с образованием гидросульфата бария.

При нагревании с растворами карбонатов сульфат бария превращается в малорастворимый в воде карбонат бария, который растворяется в кислотах.

Выполнение реакции. К 1 капле раствора бариевой соли добавляют 1 каплю раствора серной кислоты – выпадает белый осадок сульфата бария.

3. Реакция с хроматом калия или натрия. Ионы бария осаждаются из нейтральных или уксуснокислых растворов бариевой соли хромат бария желтого цвета. Аналогично протекает реакция с дихроматом калия.

Выполнение реакции. К 1 капле раствора соли бария в присутствии ацетата натрия (1 капля) добавляют 1 каплю раствора хромата калия, при этом выпадает желтый кристаллический осадок хромата бария.

## Реакция катионов кальция $\text{Ca}^{2+}$

### 1. Реакция окрашивания пламени.

Летучие соли кальция окрашивают пламя в кирпично-красный цвет.

Выполнение реакции. Соли кальция смачивают соляной кислотой и вносят в основание пламени на тонкой проволоке, а затем переводят в часть с наибольшей температурой. Наблюдают изменение цвета пламени.

2. Реакция с разбавленной серной кислотой или с сульфат-ионами. Ионы кальция с сульфат-ионами образуют малорастворимый белый осадок сульфата кальция, который при медленной кристаллизации выделяется в форме игольчатых кристаллов гипса – дигидрата кальция  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Вследствие достаточно высокой растворимости сульфата кальция (2 г / л) осаждение возможно только из достаточно концентрированных растворов солей кальция. Более полное осаждение сульфата происходит при добавлении к раствору этилового спирта. Осадок сульфата кальция не растворим в кислотах и щелочах, но растворяется в насыщенном водном растворе сульфата аммония с образованием комплексного соединения  $(\text{NH}_4)_2[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$ , что позволяет отделить катионы кальция от катионов стронция и бария.

Выполнение реакции. К 3 каплям раствора соли кальция добавляют 3-4 капли раствора серной кислоты. К помутневшему раствору прибавляют 8-10 капель этилового спирта. Наблюдают выпадение осадка.

Реакцию катионов кальция с сульфат-ионами обычно проводят микрокристаллоскопическую.

Выполнение реакции. На предметное стекло помещают 1 каплю раствора соли кальция и рядом 1 каплю разбавленной серной кислоты. Соединяют стеклянной палочкой обе капли и слегка подсушивают (но не досуха) над огнем до появления каемки по краям капли. Образующиеся кристаллы рассматривают под микроскопом.

3. Реакция с оксалатом аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  (фармакопейная). Катионы кальция дают на холоду в нейтральных, уксуснокислых или слабо щелочных растворах белый мелкокристаллический осадок оксалата кальция. Осадок не растворим в уксусной кислоте, но легко растворим в минеральных кислотах. Реакцию с оксалатом аммония нельзя проводить в присутствии солей бария, так как ион бария образует с оксалатом аммония белый осадок оксалата бария. Эта реакция – наиболее качественная реакция на ион кальция.

Выполнение реакции. К 2 каплям раствора соли кальция добавляют 2 капли уксусной кислоты и 3 капли раствора оксалата аммония. Наблюдают выделение осадка.

4. Реакция с гексацианоферратом(2) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Катионы кальция с солями гексацианоферрата(2) калия образуют при нагревании в слабощелочной среде (в присутствии солей аммония) белый кристаллический осадок, нерастворимый в уксусной кислоте. В присутствии значительных количеств иона бария не рекомендуется применять эту реакцию для открытия ионов кальция, так как ион бария при достаточном количестве может дать



осадок с гексацианоферратом (2) калия.

Выполнение реакции. К 3 - 4 каплям раствора соли кальция добавляют 4 капли раствора буферной смеси ( $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$ ) и нагревают 1 – 2 минуты на водяной бане. К горячему раствору прибавляют 5 - 6 капель раствора гексацианоферрата калия. Вновь нагревают 2 - 3 мин на водяной бане, при этом выпадает белый кристаллический осадок, нерастворимый в уксусной кислоте. Реакция менее чувствительна, чем реакция с оксалатом аммония.

### Анализ смеси катионов третьей аналитической группы

Для открытия катионов бария используют реакцию с дихроматом калия. Реакцию проводят в уксуснокислой среде. В случае положительного эффекта к раствору прибавляют хромат калия до полного осаждения бария. Осадок отделяют фильтрованием. В фильтрате определяют присутствие кальция.

Фильтрат окрашен в желто – оранжевый цвет вследствие присутствия хромат ионов. Ионы кальция отделяют от хромат ионов, действуя раствором карбоната натрия до перехода окраски из желто – оранжевой в желтую. Выделившийся осадок карбонатов кальция отделяют от раствора фильтрованием. Фильтрат отбрасывают, осадок промывают дистиллированной водой. И растворяют в уксусной кислоте. В отдельной порции полученного раствора открывают ионы кальция. Анализ смеси катионов третьей группы приведен в схеме 3.

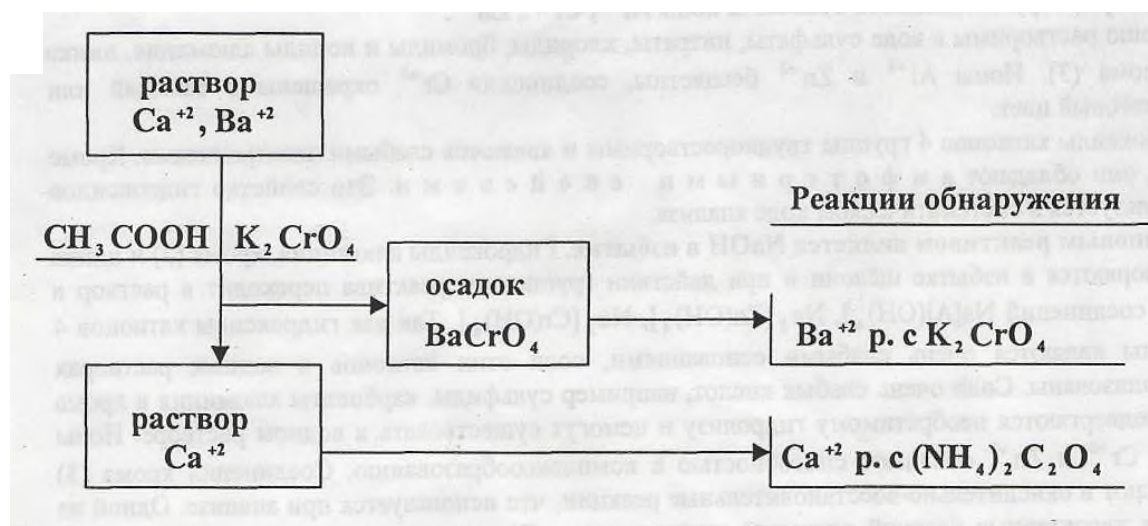


Схема 3 – Анализ смеси катионов третьей аналитической группы

### Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав третьей аналитической группы катионов?
2. Какова сравнительная растворимость сульфатов третьей группы?
3. Какая реакция наиболее характерна для катиона бария?
4. Какая реакция наиболее характерна для катиона кальция?
5. Как выполняется кристаллоскопическая реакция на ион кальция?

6. Как отделить катион кальция от катиона бария?
7. В какой цвет окрашивается бесцветное пламя горелки летучими солями бария, кальция?

#### **5.4 Лабораторная работа № 4 "Основные аналитические реакции катионов четвертой группы"**

##### **Цель работы:**

1. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов четвертой группы.
2. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов четвертой группы.
3. Научиться проводить анализ смеси катионов четвертой аналитической группы в растворе.

##### **Характеристика группы**

К четвертой группе катионов относятся ионы металлов  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ . Катионы  $\text{Al}^{3+}$  и  $\text{Zn}^{2+}$  бесцветны, соединения  $\text{Cr}^{3+}$  окрашены в зеленый или фиолетовый цвет.

Гидроксиды катионов четвертой группы трудно растворимые и являются слабыми электролитами. Кроме того, они обладают амфотерными свойствами. Это свойство гидроксидов используется в систематическом ходе анализа.

Групповым реактивом является  $\text{NaOH}$  в избытке. Гидроксиды этих металлов растворяются в избытке щелочи и при действии группового реактива переходят в раствор в виде соединений  $\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$ ,  $\text{Na}_2[\text{Zn}(\text{OH})_4]$ ,  $\text{Na}_3[\text{Cr}(\text{OH})_6]$ . Осадки гидроксидов катионов четвертой группы не растворяются в водном растворе аммиака, за исключением гидроксида цинка, который растворяется с образованием аммиачного комплекса  $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ .

Так как гидроксиды четвертой группы являются слабыми основаниями, соли этих катионов в водных растворах гидролизуются. Соли очень слабых кислот, таких как сульфиды, карбонаты алюминия и хрома подвергаются необратимому гидролизу и не могут существовать в водном растворе. Ионы  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  обладают способностью к комплексообразованию. Соединения  $\text{Cr}^{3+}$  вступают в окислительно-восстановительные реакции, что используется при анализе. Одной из самых характерных реакций открытия катиона  $\text{Cr}^{3+}$  является окисление его до желтого иона  $\text{CrO}^{2-}$ .

## Ход работы

### Реакции катионов $\text{Cr}^{2+}$

1. Гидроксиды щелочных металлов  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  из раствора соли  $\text{Cr}^{2+}$  выделяют серо-зеленый аморфный осадок гидроксида хрома. Осадок растворяется в разбавленных кислотах, а также в избытке раствора щелочей с образованием комплексного соединения, что указывает на амфотерность гидроксида хрома(3).

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли хрома(3) добавляют одну каплю раствора гидроксида натрия, а затем еще несколько капель. Наблюдают образование и последующее растворение осадка.

2. Пероксид водорода  $\text{H}_2\text{O}_2$  в присутствии щелочи окисляет ион хрома(3) в хромат-ион  $\text{CrO}_4^{2-}$ . Реакция сопровождается характерным внешним признаком – изменением окраски раствора в ярко-желтую, обусловленную присутствием хромат-иона. Если полученный хромат подкислить раствором серной кислоты, то пероксид водорода окисляет хромат в надхромовую кислоту  $\text{H}_2\text{CrO}_4$  синего цвета легко переходящую в эфирный слой. В водных растворах надхромовая кислота неустойчива и разлагается до соединений хрома(3), окрашивающий раствор в зеленый цвет. Однако в растворах органических растворителей она сравнительно устойчива. Поэтому ее обычно экстрагируют из водного раствора органическим экстрагентом, который окрашивается в интенсивно синий цвет.

А). Получение хромат-иона. К двум каплям раствора соли хрома(3) добавляют несколько капель гидроксида натрия (образующийся осадок должен раствориться). Прибавляют три капли раствора пероксида водорода и слегка нагревают на водяной бане. Наблюдают переход окраски из зеленой в желтую.

Б). Получение надхромовой кислоты. В пробирку помещают три капли разбавленной серной кислоты, три капли пероксида водорода и две капли эфира, смесь встряхивают. Затем прибавляют две-три капли полученного раствора хромата (желтого цвета) и снова встряхивают. Наблюдают окраску эфирного слоя.

### Реакции катиона цинка $\text{Zn}^{2+}$

1. Гидроксиды щелочных металлов  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  из раствора цинка выделяют белый студенистый осадок гидроксида цинка. Он обладает амфотерными свойствами и поэтому растворяется в разбавленных кислотах и избытке щелочей.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли цинка добавляют сначала одну каплю раствора щелочи, а затем ее избыток. Наблюдают выпадение и последующее растворение осадка.

2. Гексацианоферрат(3) калия  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  дает с солями цинка коричнево-желтый осадок гексацианоферрата(3) цинка. Осадок растворяется в соляной кислоте и растворе аммиака.

3. Гексацианоферрат(2) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  реагирует с солями цинка с

образованием белого осадка гексацианоферрата(2) цинка-калия.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли цинка прибавляют две капли раствора гексацианоферрата(2) калия и нагревают.

4. Сульфид натрия  $\text{Na}_2\text{S}$  осаждает из нейтрального раствора ион цинка в виде белого аморфного осадка сульфида цинка.

5. Образование зелени Ринмана. При нагревании смеси нитрата цинка и нитрата кобальта протекают реакции образования смешанного оксида кобальта и цинка  $\text{CoZnO}_2$  зеленого цвета. Проведению реакции мешают ионы  $\text{Al}^{3+}$  и  $\text{Cr}^{3+}$ .

Выполнение реакции. Небольшой кусочек фильтровальной бумаги смочить 1-2 каплями соли цинка. Затем смачивают бумагу одной каплей разбавленного раствора  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ . Дают бумаге высохнуть и сжигают ее в маленькой фарфоровой чашке. Наблюдают получение золы.

### Реакции катиона цинка $\text{Al}^{3+}$

1. Гидроксиды щелочных металлов  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  из раствора алюминия выделяют белый студенистый осадок гидроксида алюминия. Вследствие амфотерного характера гидроксида алюминия осадок растворяется в разбавленных кислотах и в избытке щелочи.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли алюминия прибавляют сначала одну каплю раствора щелочи, а потом избыток ее. Наблюдают выпадение осадка и последующее его растворение.

2. Сухой хлорид аммония  $\text{NH}_4\text{Cl}$  выделяет тетрагидроксоалюмината калия гидроксид алюминия.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли алюминия добавляют избыток раствора щелочи до растворения выпавшего осадка гидроксида алюминия. К полученному раствору добавляют  $\text{NH}_4\text{Cl}$  кристаллический. Пробирку несколько раз встряхивают, нагревают на водяной бане и наблюдают выпадение белого осадка.

3. Ализарин (1, 2 – диоксиантрахинон) образует с гидроксодом алюминия ярко-красное соединение, так называемый алюминиевый лак. Это одна из наиболее чувствительных реакций на ион алюминия. Ионы хрома(3) и цинка(2) мешают проведению этой реакции. Эту реакцию можно проводить полумикрометодом или капельным методом.

Выполнение реакции. В пробирку помещают три капли соли алюминия и добавляют раствор аммиака до слабощелочной реакции. Нагревают реакционную смесь и добавляют к ней 4-5 капель раствора ализарина. Осадок  $\text{Al}(\text{OH})_3$  окрашивается при этом в ярко-красный цвет.

Выполнение реакции капельным методом. На кусочек фильтровальной бумаги наносят каплю раствора соли алюминия и ждут, пока жидкость впитается. После этого держат бумагу 1-2 минуты над горлышком открытой капельницы с концентрированным раствором аммиака. Пятно смачивается раствором ализарина, снова обрабатывают парами аммиака. Образуется ярко-красное окрашивание – признак наличия  $\text{Al}^{3+}$ .

## Анализ смеси катионов четвертой аналитической группы

Систематический анализ смеси катионов четвертой группы проводят следующим образом.

Вначале анализируемый раствор обрабатывают избытком группового реактива – раствором щелочи NaOH в присутствии пероксида водорода  $H_2O_2$  при нагревании. Хром(3) переходит в хром(6). Выпавшие осадки гидроксидов растворяются в избытке группового реактива. Избыток пероксида водорода удаляют кипячением. Получают щелочной раствор, содержащий  $[Al(OH)_4]^{3-}$ ,  $[Zn(OH)_4]^{2-}$ ,  $CrO_4^{2-}$ .

Затем катион алюминия отделяют в виде осадка гидроксида  $Al(OH)_3$  действием кристаллического хлорида аммония  $NH_4Cl$  при частичном упаривании раствора. В растворе остаются  $[Zn(OH)_4]^{2-}$ ,  $CrO_4^{2-}$ .

Осадок гидроксида алюминия растворяют в соляной кислоте и открывают катион алюминия – реакцией с ализарином.

В растворе, полученном после отделения осадка гидроксида алюминия, открывают катион цинка реакциями, описанными выше. Схема анализа катионов четвертой группы. Схема анализа катионов четвертой группы приведена в схеме 4.

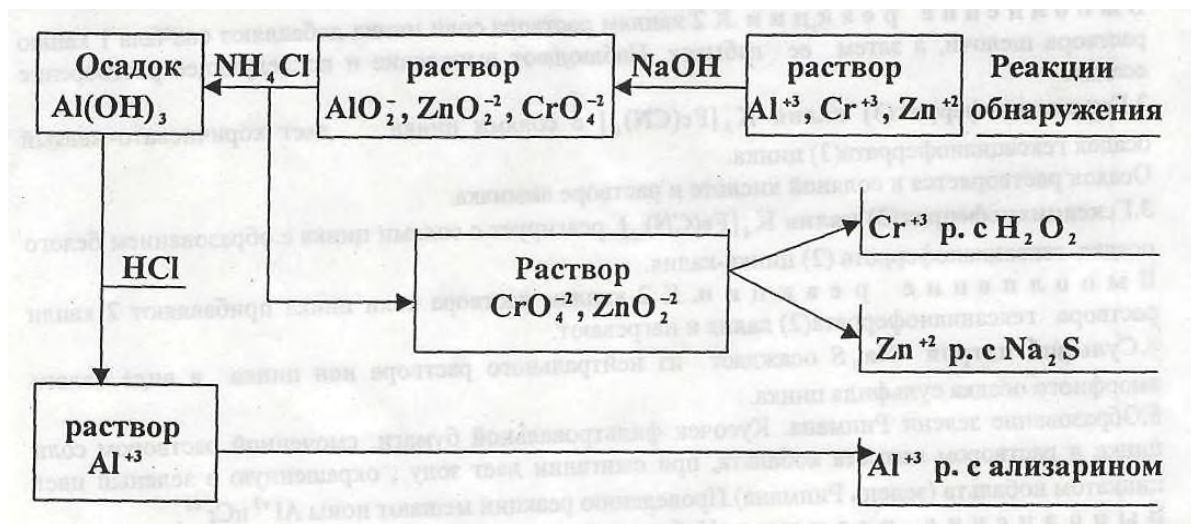


Схема 4 – Анализ смеси катионов четвертой аналитической группы

### Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав четвертой аналитической группы?
2. Охарактеризуйте действие группового реактива на соли хрома, алюминия и цинка.
3. Какие анионы образуются при окислении  $Cr^{3+}$  в щелочной среде?
4. Как обнаружить присутствие катионов  $Zn^{2+}$  в растворе?
5. Опишите микрокристаллоскопическую реакцию на ион  $Zn^{2+}$ ?
6. Каким способом можно выделить  $Al(OH)_3$  из раствора

тетрагидроксоалюмината натрия? Напишите уравнение реакции.

7. Как отделить ионы алюминия от ионов хрома и цинка?

## **5.5 Лабораторная работа № 5 "Основные аналитические реакции катионов пятой группы"**

### **Цель работы**

1. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов пятой группы.

2. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов пятой группы.

3. Научиться проводить анализ смеси катионов пятой аналитической группы в растворе.

### **Характеристика группы**

К пятой аналитической группе катионов относятся ионы  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ . Ионы  $\text{Mn}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$  бесцветные, ионы  $\text{Fe}^{2+}$  - бледно-зелёные,  $\text{Fe}^{3+}$  - жёлтые. Нитраты, сульфаты и хлориды катионов этой группы хорошо растворимы в воде. Гидроксиды катионов этой группы слабые трудно растворимые электролиты. Они не растворяются в избытке щёлочи и в растворе аммиака, чем отличаются от гидроксидов 4 и 6 групп. Групповым реактивом является  $\text{NaOH}$ . Все соли катионов пятой аналитической группы подвергаются гидролизу, особенно соли железа (3). Ионы железа (2) и (3) легко образуют комплексные соединения. Это свойство используется не только для открытия, но и для маскировки ионов железа (3). Элементы 5 аналитической группы имеют переменную степень окисления (кроме магния) и поэтому для них характерны окислительно-восстановительные реакции. Это свойство используется для открытия ионов  $\text{Mn}^{2+}$  (окисление до фиолетового иона  $\text{MnO}_4^{2-}$ ). Свежеосаждённые сульфиды и гидроксиды элементов 5 аналитической группы аморфны и способны довольно легко переходить в коллоидное состояние. Если в коллоидный раствор добавить избыток какого-либо электролита, происходит коагуляция.

### **Ход работы**

#### **Реакция катиона железа(2)**

1. Гидроксиды щелочных металлов  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  количественно осаждают гидроксид железа(3) бледно-зеленого цвета. Осадок на воздухе быстро бурет вследствие окисления железа(2) до гидроксида железа(3) красно-бурого цвета.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора сульфата железа(2) прибавляют две капли раствора  $\text{KOH}$ . Наблюдается изменение окраски при

стоянии.

2. При действии щелочей на растворы солей железа(2) в присутствии пероксида водорода сразу образуется красно-бурый осадок гидроксида железа(3).

Выполнение реакции. К свежеприготовленному осадку гидроксида железа(2) прибавляют по 2-3 капли растворов NaOH и H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Окраска осадка изменяется до красно-бурой.

3. Гексацианоферрат(3) калия K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] (фармакопейная реакция) выделяет тёмно-синий осадок турнбулевой сини. Осадок практически нерастворим в кислотах, но разлагается щелочами. Это самая чувствительная реакция на соли железа(2). Для подавления гидролиза солей железа реакцию проводят в кислой среде. Избытка реактива следует избегать, так как его жёлтая окраска придаёт осадку зеленоватый оттенок.

Выполнение реакции. Две капли раствора сульфата железа(2) подкисляют одной каплей разбавленной серной кислоты и добавляют одну каплю раствора гексацианоферрата(3) калия.

4. Сульфид аммония количественно осаждает железо(2) в виде сульфида железа(2) чёрного цвета. Осадок растворяется в кислотах.

Выполнение реакции. В пробирку помещают две капли раствора сульфата железа и две капли сульфида аммония.

### Реакции катиона железа(3) Fe<sup>3+</sup>

Гидроксиды щелочных металлов и аммиак выделяет бурый студенистый осадок гидроксида железа(3), который растворяется в кислотах, но не растворяется в избытке щелочей. Осадок не растворим в насыщенном растворе хлорида аммония, что отличает его от гидроксида железа(2).

Выполнение реакции. К двум каплям раствора хлорида железа(3) добавляют две капли раствора NaOH. Выпадает красно-бурый осадок.

1. Роданид калия KCNS даёт с растворами солей железа(3) в слабокислой среде кроваво-красное окрашивание вследствие образования железороданистых комплексов. Реакция применяется для качественного и количественного определения железа(3). Реакция обратима, поэтому для повышения её чувствительности реактив должен быть взят в избытке.

Выполнение реакции. К одной капле раствора хлорида железа(3) добавляют две капли раствора роданида калия.

3. Гексацианоферрат (2) калия K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] осаждает из нейтральных или кислых растворов солей железа(3) берлинскую лазурь - осадок интенсивного синего цвета. В кислотах осадок заметно не растворяется, щелочи его разлагают. Реакция очень чувствительна и поэтому обычно применяется для определения железа(3) в анализируемых растворах.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора хлорида железа добавляют одну каплю раствора гексацианоферрата(2) калия.

4. Сульфид аммония (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S, прибавленный к раствору соли железа(3), даёт чёрный осадок сульфида железа(3), который растворяется в кислотах.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора хлорида железа(3) добавляют две капли свежеприготовленного раствора сульфида аммония.

5. Иодид калия или натрия окисляется солями железа(3) в кислой среде до свободного йода.

Выполнение реакции. На фильтровальную бумагу наносят последовательно по одной капле растворов хлорида железа, соляной кислоты и иодида калия. Наблюдают появление бурого пятна. При добавлении одной капли крахмала пятно становится темно-синим.

### **Реакции катиона марганца (2) $Mn^{2+}$**

1. Гидроксиды щелочных металлов натрия и калия с солями марганца(2) дают белый осадок гидроксида марганца(2). Осадок быстро бурет на воздухе вследствие окисления кислородом воздуха до  $MnO_2$  (черно-коричневого цвета).

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли марганца(2) добавляют две капли раствора щелочи. Наблюдают изменение окраски осадка при стоянии.

2. Пероксид водорода  $H_2O_2$  в щелочной среде окисляет соли марганца(2) до темно-бурого осадка  $H_2MnO_3$  или  $MnO(OH)_2$ .

Бромная вода оказывает такое же действие. В отличие от  $Mn(OH)_2$  осадок  $MnO(OH)_2$  не растворяется в разбавленной серной кислоте.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли марганца добавляют четыре капли щелочи и две капли раствора пероксида водорода.

### **Реакции катиона магния(2) $Mg^{2+}$**

1. Гидроксиды щелочных металлов осаждают белый студенистый осадок гидроксида магния. В присутствии аммонийных солей осаждение не может быть полным. При высокой концентрации солей аммония осадок гидроксида магния может совсем не образоваться, так как  $Mg(OH)_2$  растворяется в избытке аммонийных солей.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли магния добавляют две капли раствора щелочи. Наблюдают выпадение белого осадка.

2. Моногидрофосфат натрия  $Na_2HPO_4$  является характерным реактивом на магний. В растворах солей магния, содержащих хлорид аммония, в присутствии аммиака образуется белый кристаллический осадок аммония-магния-фосфата.

Эта реакция - важнейшая качественная реакция на ион магния(2). Реакцию нельзя проводить в присутствии остальных катионов пятой группы.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора хлорида магния приливают две капли раствора аммиака и раствор хлорида аммония до полного растворения осадка  $Mg(OH)_2$ . Затем к полученному раствору добавляют 1-2 капли раствора гидрофосфата натрия. Гидрофосфат натрия является хорошим реактивом для микрокристаллоскопической реакции.

На предметное стекло помещают по одной капле растворов соли магния, аммиака и хлорида аммония. Смешивают эти капли. Рядом с этой смесью



помещают одну каплю раствора моногидрофосфата натрия и соединяют стеклянной палочкой, потирая по стеклу. Выпавшие кристаллы рассматривают под микроскопом.

3. 3,8-оксихинолин  $\text{HC}_9\text{HNO}$  образует с солями магния зеленовато-желтый кристаллический осадок оксихинолята магния.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли магния прибавляют одну каплю раствора хлорида аммония, две капли 5% спиртового раствора 3,8-оксихинолина и две капли раствора аммиака.

Анализ смеси катионов пятой аналитической группы приведен в схеме 5.

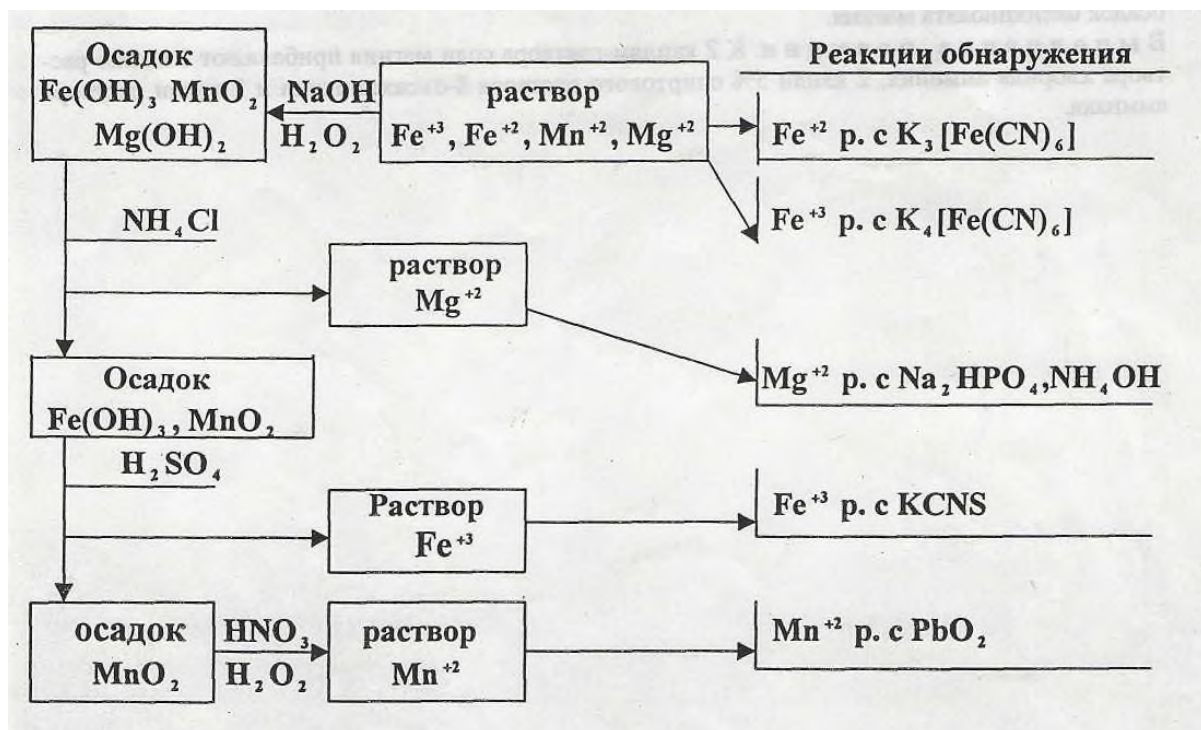


Схема 5 – Анализ смеси катионов пятой аналитической группы

### Контрольные вопросы

1. Какие катионы входят в состав пятой аналитической группы? Что является групповым реактивом?
2. В чем растворяется гидроксид магния?
3. Какая реакция служит для открытия ионов железа(2)  $\text{Fe}^{2+}$ ?
4. Каким реактивом можно открыть присутствие ионов железа (3)  $\text{Fe}^{3+}$ ?
5. Напишите реакцию, подтверждающую свойства железа(3) как окислителя.
6. Какая реакция является характерной для катиона  $\text{Mg}^{2+}$ ?
7. При действии каких реагентов можно окислить ионы  $\text{Mn}^{2+}$  в ионы  $\text{MnO}_4^{2-}$ ? Какие условия должны соблюдаться при выполнении реакции?
8. Как выделить магний из осадка гидроксидов катионов пятой аналитической группы?
9. Как отделить ионы марганца  $\text{Mn}^{2+}$  от ионов железа  $\text{Fe}^{3+}$ ?
10. С какой целью в ходе анализа добавляют пероксид водорода?

## 5.6 Лабораторная работа № 6 "Основные аналитические реакции шестой группы катионов"

### Характеристика группы

К шестой аналитической группе катионов относятся катионы  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ . Хлориды, сульфаты и нитраты этих катионов хорошо растворимы в воде. Растворы солей меди(2) окрашены в голубой цвет, кобальта(2) - в розовый, а никеля(2) - в зелёный. Гидроксиды катионов этой группы являются трудно растворимыми слабыми электролитами. Гидроксиды меди и ртути(2) неустойчивы и разлагаются на соответствующий оксид и воду, гидроксид меди при нагревании, а гидроксид ртути при обычной температуре. Соли катионов 6 группы подвергаются гидролизу в водных растворах. Для катионов этой группы характерны реакции комплексообразования.

Растворы аммиака осаждают медь, ртуть, кобальт, никель, кадмий в виде гидроксидов. При избытке аммиака они растворяются, образуют комплексные соединения  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ,  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ ,  $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ ,  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ ,  $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ . Медь, ртуть и кобальт имеют переменную степень окисления, поэтому для них характерны окислительно-восстановительные реакции. Некоторые из них используются для открытия некоторых ионов этой группы.

### Цель работы

1. Научиться проводить полумикрометодом основные аналитические реакции катионов шестой группы.
2. Ознакомиться с порядком определения в растворе катионов шестой группы.
3. Научиться проводить анализ смеси катионов шестой аналитической группы в растворе.

### Ход работы

#### Реакции катиона ртути(2) $\text{Hg}^{2+}$

1. Гидроксиды щелочных металлов  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  осаждают из растворов солей ртути жёлтый осадок оксида ртути. Осадок легко растворим в кислотах.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли ртути добавляют две капли раствора гидроксида натрия или калия. Наблюдают за выпадением осадка.

2. Иодид калия с солями ртути даёт красный осадок иодида ртути(2). Осадок растворяется в избытке реактива с образованием бесцветной комплексной соли. Реакция часто используется для обнаружения ионов ртути, хотя ионы меди мешают определению.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора нитрата ртути добавляют сначала две капли иодида калия, а затем избыток. Наблюдают выпадение и последующее растворение осадка.

3. Хлорид олова восстанавливает соли ртути(2) до нерастворимого хлорида ртути(2) белого цвета. Если реактив брать в избытке, то происходит дальнейшее восстановление ртути до металлической. Этой реакцией пользуются для обнаружения ртути(2).

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли ртути добавляют сначала две капли, а затем избыток раствора хлорида олова. Наблюдают выпадение белого осадка, а затем его почернение.

### **Реакция катиона меди(2) $\text{Cu}^{2+}$**

1. NaOH и KOH из растворов солей меди(2) выделяют на холоду голубой осадок гидроксида меди(2). Осадок растворим в концентрированном растворе аммиака.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли меди добавляют две капли раствора гидроксида натрия и наблюдают выпадение осадка голубого цвета.

2. Водный раствор аммиака, взятый в избытке, образует с солями меди(2) комплексное соединение меди(2) синего цвета. Реакция является наиболее характерной для иона меди и чаще всего применяется для его обнаружения. Проведению реакции мешают ионы никеля(2) и кобальта(2).

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли меди(2) добавляют избыток раствора аммиака. Наблюдают окрашивание раствора.

3. Гексацианоферрат(2) калия  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  выделяет из нейтральных и слабокислых растворов солей меди(2) красно-бурый осадок гексацианоферрата(2) меди(2). Осадок не растворяется в разбавленных кислотах, но растворяется в растворе аммиака.

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли меди(2) добавляют две капли раствора гексацианоферрата(2) калия и наблюдают выпадение осадка.

4. Йодид калия реагирует с солями меди(2) с образованием свободного йода и белого осадка иодида меди(1).

Выполнение реакции. К двум каплям раствора соли меди(2) добавляют две капли раствора иодида калия. Наблюдают изменение окраски раствора.

### **Реакции катиона кобальта(2) $\text{Co}^{2+}$**

1. NaOH и KOH осаждают из растворов солей кобальта основные соли синего цвета. В избытке щелочей основные соли не растворяются.

2. Водный раствор аммиака при взаимодействии с солями кобальта образует осадок синего цвета. При добавлении избытка аммиака осадок растворяется с образованием комплексного иона желтого цвета.

3. Роданид аммония  $\text{NH}_4\text{CNS}$  в присутствии амилового спирта образует с солями кобальта комплекс сине-голубого цвета аммоний тетрацианокобальтат  $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{CNS})_4]$ , экстрагирующийся в слой амилового спирта.

Проведению этой реакции мешают медь(2), железо(3), висмут(3). Реакцией

с тиоцианатами кобальта(2) можно обнаружить на фильтровальной бумаге в присутствии всех катионов. Для этого на бумагу наносят каплю раствора роданида аммония, а затем каплю раствора соли кобальта, бумагу выдерживают в парах аммиака и подсушивают. В присутствии кобальта периферическая часть пятен приобретает синюю окраску. Иногда мешающий катион железа(3) добавлением фторида натрия связывают в комплекс  $\text{Na}_3[\text{FeF}_6]$ .

### Реакции катиона никеля (2) $\text{Ni}^{2+}$

1.  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  осаждают из растворов солей никеля основные соли зеленого цвета, которые не растворяются в избытке щелочей. Но растворяются в избытке аммиака с образованием комплексного иона сине-красного цвета.

2. Диметилглиоксим (реактив Чугаева) в присутствии аммиака образует с солями никеля комплекс красного цвета. Раствор сначала окрашивается в розовый цвет, затем выпадает ало-красный осадок диацетилдиоксимата никеля. Если присутствует мешающее проведению реакции железо(2), его предварительно окисляют пероксидом водорода до железа(3). Реакция очень чувствительна. Реакцию можно проводить и на фильтровальной бумаге капельным методом.

### Реакции катиона кадмия (2) $\text{Cd}^{2+}$

1.  $\text{NaOH}$  и  $\text{KOH}$  осаждают из растворов солей кадмия гидроксиды белого цвета, которые не растворяются в избытке щелочей.

2. Водный раствор аммиака при взаимодействии с солями кадмия образует осадки белого цвета. При добавлении избытка аммиака осадки растворяются с образованием комплексного бесцветного иона.

### Реакция с сульфидами

Катионы 6 группы осаждаются в виде сульфидов меди, никеля, кобальта, ртути – черного цвета. Сульфид кадмия – желтого цвета. Реакция с сульфидами для кадмия является характерной - желтый цвет сульфида кадмия отличается от черного цвета других сульфидов этой группы.

Анализ смеси катионов шестой группы приведен в схеме 6.

Лабораторная работа №12 Анализ смеси катионов 6 аналитической группы.

Схема 6 – Анализ катионов шестой аналитической группы

### Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к шестой группе?
2. Что является групповым реактивом для катионов этой группы?
3. Как проходит взаимодействие солей ртути(2) с иодидом калия?
4. Как проходит взаимодействие солей ртути(2) с хлоридом олова?

#### Контрольные вопросы

1. Какие катионы относятся к шестой группе?
2. Что является групповым реактивом для катионов этой группы?
3. Как проходит взаимодействие солей ртути(2) с иодидом калия?
4. Как проходит взаимодействие солей ртути(2) с хлоридом олова?
5. Напишите уравнение реакции взаимодействия солей меди(2) с раствором аммиака.
6. Напишите уравнение реакции взаимодействия солей меди(2) с иодидом калия.
7. На раствор катионов шестой группы действовали концентрированным раствором аммиака. О присутствии или отсутствии какого катиона можно судить по цвету получившегося раствора?

5. Напишите уравнение реакции взаимодействия солей меди(2) с раствором аммиака.

6. Напишите уравнение реакции взаимодействия солей меди(2) с иодидом калия.

7. На раствор катионов шестой группы подействовали концентрированным раствором аммиака. О присутствии или отсутствии какого катиона можно судить по цвету получившегося раствора?

## **5.7 Лабораторная работа № 7 "Анализ смеси катионов шести аналитических групп"**

**Цель:** Научиться выполнять анализ смеси катионов шести групп.

### **Порядок выполнения работы**

#### **1. Анализ раствора без осадка.**

Если анализируемый раствор представляет собой водный раствор без осадка, то следует провести предварительные испытания. Раствор может быть окрашенным или бесцветным. Если раствор окрашен, то следует предположить, что в растворе присутствуют катионы  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ .

Некоторые предварительные испытания можно получить на основании измерения рН раствора. Если  $\text{pH} = 2-4$ , то раствор не содержит железа(3), так как в противном случае их продукты гидролиза выделились бы в форме осадков.

Предварительные испытания. Проводят в отдельных порциях растворов. Определяют наличие катионов 2-6 групп групповыми реактивами – водными растворами соляной кислоты, серной кислоты, гидроксида натрия в присутствии пероксида водорода, водного раствора аммиака. В отдельных порциях раствора определяют индивидуальные катионы –  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ , катионы первой группы.

Если в растворе присутствуют катионы второй группы, то их отделяют действием соляной кислоты в виде смеси осадков хлоридов серебра, свинца и ртути, в котором потом открывают каждый катион.

Отделение катионов четвертой аналитической группы от катионов пятой и шестой аналитических групп. После предварительного открытия ряда катионов в отдельных порциях раствора, оставшегося в результате отделения катионов второй и третьей аналитических групп, к основной части этого раствора, содержащего катионы первой, четвертой, пятой и шестой аналитических групп медленно прибавляют водный 2 моль/л раствор гидроксида натрия до нейтральной реакции среды. Затем — дополнительно избыток раствора гидроксида натрия и небольшое количество пероксида водорода. Нагревают смесь на кипящей водяной бане. В этих условиях катионы четвертой

аналитической группы, образовавшие соответствующие растворимые гидроксокомплексы, остаются в растворе, а катионы пятой и шестой аналитических групп переходят в осадок (смесь гидроксидов и основных солей).

В случае присутствия в растворе катионов хрома (Ш) смесь продолжают нагревать до изменения цвета раствора из зеленого (цвет катионов  $\text{Cr}^{3+}$ ) до желтого (цвет хромат - ионов  $\text{CrO}_4^{2-}$ ). При этом весь хром(3) окисляется до хрома (6). После нагревания (непрореагировавший пероксид водорода удаляется) смесь фильтруют, осадок отделяют от фильтрата.

Осадок содержит катионы пятой и шестой аналитических групп, а щелочной фильтрат — катионы первой и четвертой аналитических групп.

В части фильтрата открывают катионы четвертой аналитической группы, как описано ранее.

Разделение и открытие катионов пятой и шестой аналитических групп. Полученный свежес выпавший осадок гидроксидов, гидратированных оксидов и основных солей катионов пятой и шестой аналитических групп обрабатывают при нагревании раствором азотной кислоты (1:1) в присутствии пероксида водорода. В раствор переходят все катионы обеих групп. Этот осадок отделяют фильтрованием, растворяют в небольшом количестве концентрированной хлороводородной кислоты.

Азотнокислый раствор нейтрализуют 1 моль/л раствором соды  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  до начала помутнения, прибавляют двух - трехкратный объем концентрированного раствора аммиака и нагревают до 40—50 °С. При этом катионы шестой аналитической группы переходят в раствор в виде комплексных аммиакатов состава  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ ,  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ ,  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ,  $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  и  $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ . В осадке остаются гидроксиды катионов пятой группы.

Смесь фильтруют. Фильтрат, содержащий катионы шестой аналитической группы, отделяют от осадка, содержащего катионы пятой аналитической группы. Фильтрат и осадок анализируют отдельно.

Осадок промывают 2 моль/л раствором аммиака, водой, растворяют в 2 моль/л растворе азотной кислоты и в полученном растворе открывают катионы пятой аналитической группы, как описано ранее.

Аммиачный фильтрат, содержащий катионы шестой аналитической группы, нейтрализуют 1 моль/л раствором серной кислоты до слабокислой реакции, и в полученном растворе открывают катионы шестой аналитической группы.

Открытие катионов кобальта(2)  $\text{Co}^{2+}$ . При отсутствии в растворе катионов  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Cu}^{2+}$  кобальт(2) открывают реакцией с  $\text{NH}_4\text{NCS}$  или калия  $\text{KNCS}$  в присутствии изоамилового спирта (экстрагент) — наблюдается окрашивание органического слоя в ярко-синий цвет вследствие образования синего тиоцианатного комплекса  $[\text{Co}(\text{NCS})_4]^{2-}$ , экстрагирующегося в органическую фазу.

Мешающее действие железа(3) и меди(2) можно устранить путем их восстановления до железа(2) и меди(1) хлоридом олова(2). Железо(3) также

маскируют (устраняют его мешающее действие) добавлением фторида натрия NaF — образуется устойчивый бесцветный фторидный комплекс железа(3) состава  $[\text{FeF}_6]^{3-}$ , не мешающий, как и железо(2), определению кобальта(2).

Открытие катионов никеля(2)  $\text{Ni}^{2+}$ . Если в растворе отсутствуют катионы железа(2), то никель(2) открывают капельной реакцией с диметилглиоксимом (реактив Чугаева) в аммиачной среде на полоске фильтровальной бумаги — возникает окрашенная розовая зона вследствие образования комплекса никеля с диметилглиоксимом красного цвета.

Катионы железа(2), меди(2) и других металлов, образующих окрашенные аммиачные комплексы, мешают определению.

Катионы третьей группы открывают после отделения осадков второй группы, медленно осаждая серной кислотой с добавлением этанола.

Открытие катионов первой аналитической группы. Катионы первой аналитической группы, не имеющие группового реагента, открывают дробным методом в отдельных небольших пробах исходного анализируемого раствора или раствора, полученного после отделения катионов второй и третьей аналитических групп.

## **2. Анализ раствора с осадком.**

Если анализируемый объект представляет собой раствор с осадком, то вначале эту смесь фильтруют, отделяют осадок от раствора и обе фазы анализируют отдельно.

Наличие осадка свидетельствует о возможности присутствия в нем хлоридов катионов второй аналитической группы, сульфатов катионов третьей и второй аналитических групп.

Раствор, отделенный от осадка, анализируют так, как описано выше (смотри «Анализ раствора без осадка»).

Осадок испытывают на растворимость в разбавленных растворах уксусной, хлороводородной, азотной кислот. Если он полностью растворяется в какой-то из этих кислот, то раствор, полученный после растворения осадка, либо присоединяют к фильтрату и анализируют далее вместе (что делают чаще всего), либо анализируют отдельно на присутствие тех или иных катионов.

Если осадок не растворяется в указанных разбавленных кислотах, то испытывают его растворимость в других растворителях — в более концентрированной (1:1) азотной кислоте, в водном растворе винной кислоты, в водном 30 % растворе ацетата аммония.

В азотной кислоте (1:1) растворяются осадки хлорида свинца  $\text{PbCl}_2$ , в водном растворе ацетата аммония — осадок сульфата свинца. В пробах полученных растворов открывают соответствующие катионы характерными реакциями на эти катионы.

Если осадок нерастворим во всех вышеперечисленных растворителях, то это указывает на возможное присутствие в нем хлоридов катионов второй аналитической группы, сульфатов второй и третьей аналитических групп.

Систематический анализ осадка. Обрабатывают осадок горячей азотной кислотой и фильтруют полученную смесь.

Отделенный от раствора осадок может содержать смесь хлоридов, оксохлоридов и сульфатов  $\text{AgCl}$ ,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{PbSO}_4$ ,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{SrSO}_4$ ,  $\text{BaSO}_4$ . Осадок обрабатывают кипящей дистиллированной водой. При этом растворяется хлорид свинца  $\text{PbCl}_2$ . Катионы свинца  $\text{Pb}^{2+}$  открывают в пробе раствора реакциями на эти катионы.

Смесь фильтруют, осадок отделяют, промывают горячей водой до отрицательной реакции на катионы свинца  $\text{Pb}^{2+}$  (реакция с раствором хромата калия) и прибавляют к нему концентрированный раствор аммиака. Хлорид серебра  $\text{AgCl}$  растворяется с образованием аммиачного комплекса  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ . Если в осадке присутствовал хлорид ртути(1)  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , то при обработке аммиаком осадок чернеет вследствие выделения металлической ртути.

Раствор отделяют от осадка фильтрованием и открывают в нем катионы серебра  $\text{Ag}^+$  реакциями на этот катион.

Осадок промывают дистиллированной водой. Остаток осадка обрабатывают последовательно порциями горячего 30 % раствора ацетата аммония до полного растворения сульфата свинца  $\text{PbSO}_4$  (отрицательная реакция с раствором хромата калия на катионы свинца  $\text{Pb}^{2+}$ ). В осадке остаются сульфаты катионов третьей аналитической группы, которые переводят в карбонаты обработкой раствором соды, растворяют в уксусной кислоте и в полученном растворе открывают катионы кальция  $\text{Ca}^{2+}$ , стронция  $\text{Sr}^{2+}$  и бария  $\text{Ba}^{2+}$ .

Анализ катионов всех шести групп необходимо выполнять в соответствии со схемой 7.



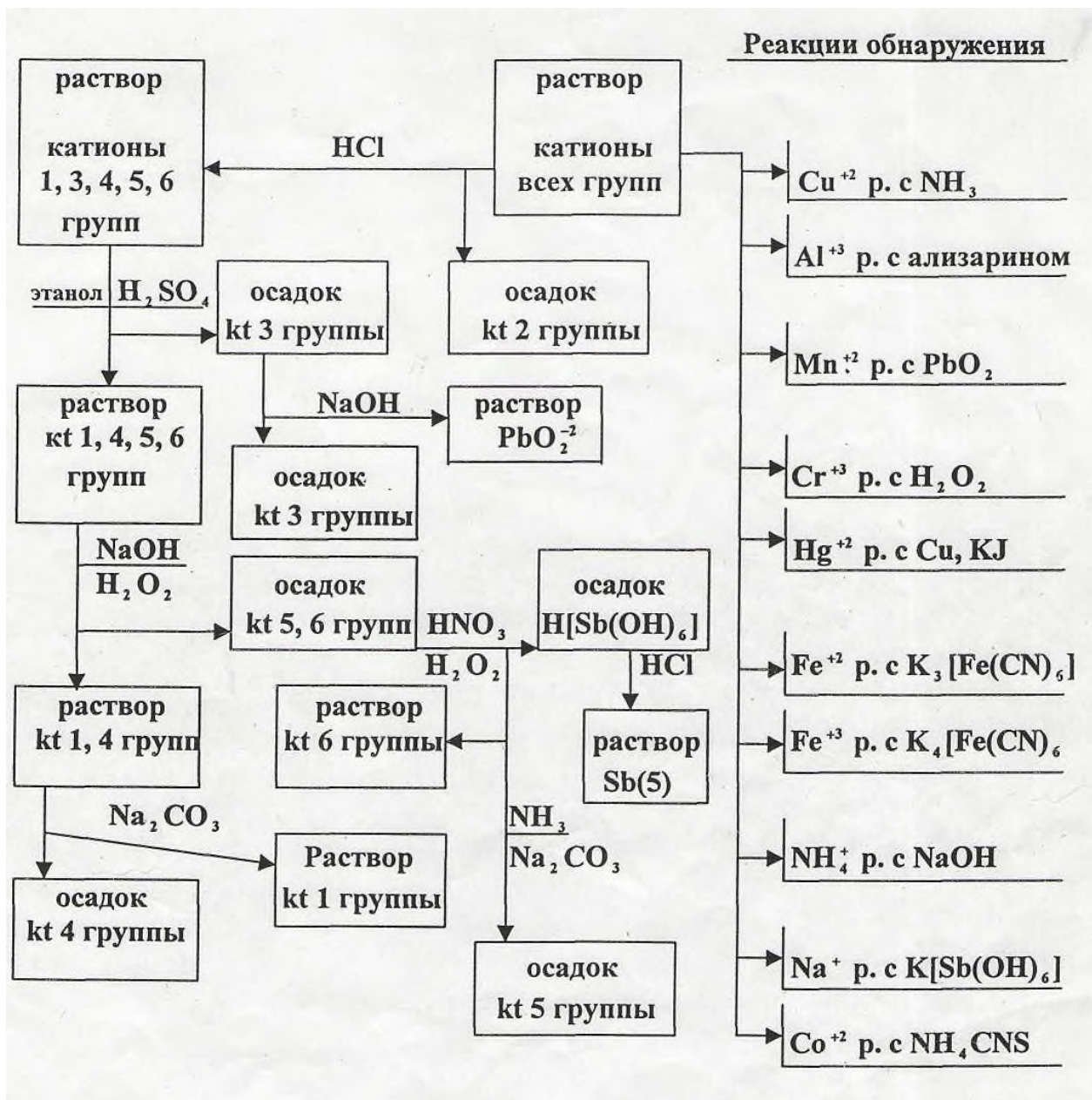


Схема 7 – Анализ смеси катионов шести групп

### Контрольные вопросы

1. Какие выводы можно сделать о присутствии тех или иных катионов по внешнему виду раствора без осадка и раствора с осадком?
2. Какие выводы можно сделать о присутствии тех или иных катионов, если известна величина pH раствора?
3. Какие катионы и как можно обнаружить в предварительных испытаниях?
4. Какие окислительно-восстановительные реакции используют при анализе смеси катионов всех шести аналитических групп?
5. Какие аммиачные комплексы металлов используются при анализе смеси катионов?
6. Какие гидроксокомплексы используются при анализе смеси катионов?
7. В какой форме присутствует мышьяк(3) и мышьяк(5) в

анализируемом растворе — в форме катионов или анионов?

8. Могут ли в анализируемом растворе (с осадком или без осадка), содержащем смесь катионов всех шести аналитических групп, одновременно присутствовать в соизмеримых количествах окислители и восстановители?

### **5.8 Зачетные задания по качественному анализу катионов. По выбору**

## Зачетное занятие. Эксперимент «СИТУАЦИОННЫЕ И УЧЕБНЫЕ ЗАДАЧИ»

1. Как с помощью одного и того же реактива распознать ионы  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ?
2. Учащийся проделал реакцию с групповым реактивом на катионы 2-й ан. группы. Осадок не образовалось. Учащийся сделал вывод, что катионы  $\text{Ag}$ ,  $\text{Pb}$  отсутствуют. Правильно ли сделан вывод?
3. В анализируемом растворе находятся анионы  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ . Какой из ионов надо открывать первым? Составьте схему анализа открытия данных ионов.
4. К соли, содержащей катион первой группы, прилили реактив х. Выпал осадок красно-бурого цвета. Каким реактивом подействовали? Назовите катион 1-й группы.
5. При анализе смеси катионов 1-й ан. группы учащийся проделал реакцию с гидротартратом натрия. Получив белый осадок, учащийся пришел к выводу, что в растворе присутствуют ионы калия. Так ли это?
6. При анализе раствора было установлено, что при взаимодействии: а) с реактивом Несслера образуется красно-бурый осадок, б) с нитратом серебра выпадает белый осадок, растворимый в гидрате аммиака и нерастворимый в азотной кислоте, в) с реактивом  $\text{FeCl}$  образуется кроваво-красный раствор. Какое вещество было дано на анализ?
7. Химик-аналитик, проводя исследование раствора, увидел, что при действии на анализируемый раствор  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  образуется белый осадок, постепенно желтеющий и переходящий в черный. Какой вывод сделал химик-аналитик о качественном составе анализируемого вещества?
8. Провести анализ раствора, содержащего ионы:  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ .
9. При определении ионов Ва и исследуемом растворе химик-аналитик в качестве реактива использовал серную кислоту. Получив белый кристаллический осадок, он сделал вывод о наличии ионов Ва в растворе. Согласны ли Вы с данным выводом?
10. Как открыть катион магния в присутствии катионов  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ?
11. Как с помощью одного и того же реактива открыть  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ?
12. С помощью каких реактивов можно доказать наличие в пробирках веществ: нитрита натрия и нитрата натрия?
13. Даны реактивы:  $\text{HCl}$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Какие из данных растворов можно использовать для открытия катионов третьей аналитической группы?
14. Как с помощью одного и того же реактива можно открыть  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ?
15. Как с помощью одного и того же реактива можно распознать соли, содержащие  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ?
16. Учащемуся предложили отличить растворы солей, содержащих  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ : а) не проводя химических реакций, б) применив соответствующие реактивы.

## Зачетное занятие. Эксперимент «СИТУАЦИОННЫЕ И УЧЕБНЫЕ ЗАДАЧИ»

1. Как с помощью одного и того же реактива распознать ионы  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ?  
Кир - красный желтый
2. Учащийся проделал реакцию с групповым реактивом на катионы 2-й ан. группы. Осадка не образовалось. Учащийся сделал вывод, что катионы  $\text{Ag}$ ,  $\text{Pb}$  отсутствуют. Правильно ли сделан вывод? да
3. В анализируемом растворе находятся анионы  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ . Какой из ионов надо открывать первым? Составьте схему анализа открытия данных ионов.  $\text{Pb}^{2+}$
4. К соли, содержащей катион первой группы, прилили реактив х. Выпал осадок красно-бурого цвета. Каким реактивом действовали? Назовите катион 1-й группы.  $\text{NH}_4^+$  с нesslera
5. При анализе смеси катионов 1-й ан. группы учащийся проделал реакцию с гидротартратом натрия. Получив белый осадок, учащийся пришел к выводу, что в растворе присутствуют ионы калия. Так ли это? да
6. При анализе раствора было установлено, что при взаимодействии: а) с реактивом Несслера образуется красно-бурый осадок, б) с нитратом серебра выпадает белый осадок, растворимый в гидрате аммиака и нерастворимый в азотной кислоте, в) с реактивом  $\text{FeCl}_4^-$  образуется кроваво-красный раствор. Какое вещество было дано на анализ?  $\text{NH}_4\text{FeCl}_4$
7. При определении ионов Ва и исследуемом растворе химик-аналитик в качестве реактива использовал серную кислоту. Получив белый кристаллический осадок, он сделал вывод о наличии ионов Ва в растворе. Согласны ли Вы с данным выводом? нет м б кальций
8. Даны реактивы:  $\text{HCl}$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Какие из данных растворов можно использовать для открытия катионов третьей аналитической группы?
9. Как с помощью одного и того же реактива можно открыть  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ?  
иодид калия
10. Как с помощью одного и того же реактива можно распознать соли, содержащие  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ? С  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . белый, берл лазурь, краснобурый
16. Учащемуся предложили отличить растворы солей, содержащих  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ : а) не проводя химических реакций, б) применив соответствующие реактивы.  $\text{Fe}^{2+}$  зеленый,  $\text{Fe}^{3+}$  желт,  $\text{Fe}^{3+}$  с иодидом калия коричн красн и выделяется иод.

## Вопросы для подготовки к устному зачетному занятию

1. Какие катионы относятся к первой группе катионов?
2. Какие реакции называются аналитическими?
3. Что такое групповой реактив?
4. Приведите пример кислоты.
5. Что называется реактивом?
6. Назовите катионы второй группы.
7. Приведите пример соли.
8. Гидроокись натрия – это сильный электролит?
9. Сульфат бария растворяется в воде?
10. Назовите катионы третьей группы.
11. Групповой реактив катионов первой группы?
12. Назовите цвет осадка иодида свинца.
13. Групповой реактив второй группы катионов?
14. Реактив Несслера – реактив для открытия какого катиона?
15. Хлорид серебра – это осадок?
16. Хлорид свинца – это осадок?
17. Винная кислота какой катион открывает?
18. Условия получения осадка  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ?
19. Цвет осадка  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ .
20. Укажите цвет осадка гексанитрокобальтата калия  $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ .
21. Укажите цвет осадка гексагидростибиата натрия  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ .
22. Каким цветом окрашивается пламя горелки при внесении в пламя солей натрия и калия?
23. Каким образом можно удалить соли аммония из раствора?
24. Групповой реактив второй группы катионов?
25. Осадок хлорида свинца растворяется в кислотах и щелочах. Как называется это свойство?
26. Каким реактивом удобно открывать свинец в растворе?
27. Хромат свинца  $\text{PbCrO}_4$  какого цвета?
28. Хлорид свинца какого цвета?
29. В чем растворяется хлорид свинца?
30. Какого цвета соединение свинца с аммиаком  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}_2$ ?
31. Какого цвета осадок иодида серебра?
32. Хромат серебра какого цвета?
33. Сравните цвета иодида серебра и иодида свинца.
34. Сравните цвета хромата серебра и хромата свинца.
35. Назовите групповой реактив катионов третьей группы.
36. Цвет катионов третьей группы?
37. Цвет катионов второй группы?
38. Какое вещество необходимо добавить при осаждении сульфата кальция?
39. Какого цвета получается пламя при внесении в пламя горелки бария и кальция?

40. Хромат калия осаждает барий?
41. Цвет осадка хромата бария?
42. Оксалат аммония осаждает катионы кальция?
43. Цвет осадка оксалата кальция  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ?
44. Как отличить хроматы бария и свинца?

### Устный зачет

#### Блиц - опрос

1. Какие катионы относятся к первой группе катионов?
2. Какие реакции называются аналитическими?
3. Что такое групповой реактив?
4. Приведите пример кислоты.
5. Что называется реактивом?
6. Назовите катионы второй группы.
7. Приведите пример соли.
8. Гидроокись натрия – это сильный электролит?
9. Сульфат бария растворяется в воде?
10. Назовите катионы третьей группы.
11. Групповой реактив катионов первой группы?
12. Назовите цвет осадка иодида свинца.
13. Групповой реактив второй группы катионов?
14. Реактив Несслера – реактив для открытия какого катиона?
15. Хлорид серебра – это осадок?
16. Хлорид свинца – это осадок?
17. Винная кислота какой катион открывает?
18. Условия получения осадка  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ?
19. Цвет осадка  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ .
20. Укажите цвет осадка гексанитрокобальтата калия  $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ .
21. Укажите цвет осадка гексагидростибиата натрия  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ .
22. Каким цветом окрашивается пламя горелки при внесении в пламя солей натрия и калия?
23. Каким образом можно удалить соли аммония из раствора?
24. Групповой реактив второй группы катионов?
25. Осадок хлорида свинца растворяется в кислотах и щелочах. Как называется это свойство?
26. Каким реактивом удобно открывать свинец в растворе?
27. Хромат свинца  $\text{PbCrO}_4$  какого цвета?
28. Хлорид свинца какого цвета?
29. В чем растворяется хлорид свинца?
30. Какого цвета соединение свинца с аммиаком  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}_2$ ?
31. Какого цвета осадок иодида серебра?
32. Хромат серебра какого цвета?
33. Сравните цвета иодида серебра и иодида свинца.
34. Сравните цвета хромата серебра и хромата свинца.

35. Назовите групповой реактив катионов третьей группы.
36. Цвет катионов третьей группы?
37. Цвет катионов второй группы?
38. Какое вещество необходимо добавить при осаждении сульфата кальция?
39. Какого цвета получается пламя при внесении в пламя горелки бария и кальция?
40. Хромат калия осаждает барий?
41. Цвет осадка хромата бария?
42. Оксалат аммония осаждает катионы кальция?
43. Цвет осадка оксалата кальция  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ?
44. Как отличить хроматы бария и свинца?

## 6 Качественный анализ анионов

**Цель:** На основе знаний химико – аналитических свойств анионов – проводить характерные аналитические реакции анионов, определять их подлинность, анализировать смеси.

**Задачи:**

1. Изучить различные классификации анионов по группам.
2. Научиться проводить аналитические реакции анионов по классификации, основанной на образовании анионами малорастворимых солей бария и серебра.
3. Научиться проводить аналитические реакции некоторых органических анионов.
4. Научиться проводить анализ смеси анионов.
5. Научиться решать задачи по применению закона действующих масс к окислительно – восстановительным равновесиям и равновесиям комплексообразования.

### Аналитическая классификация анионов по группам

Как и катионы, многие анионы входят в состав лекарственных препаратов. При контроле качества лекарственных средств, технологических стадий их получения, лекарственного сырья и в ряде других случаев возникает необходимость проведения качественного и количественного анализа анионов. Идентификацию анионов чаще всего проводят с использованием различных аналитических реакций, позволяющих открывать эти анионы.

При аналитической классификации анионов, основанной на образовании ими малорастворимых солей бария и серебра, анионы, охваченные этой классификацией, делятся на три группы (таблица 5).

Таблица 5 - Классификация анионов, основанная на образовании малорастворимых солей бария и серебра

Группа	Анионы	Групповой реагент
I	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ , $\text{BO}_2^-$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{F}^-$	Раствор $\text{BaCl}_2$ в нейтральной или слабощелочной среде
II	$\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , ${}^2\text{BrO}_3^-$ , $\text{CN}^-$ , $\text{SCN}^-$ , ${}^3\text{S}^{2-}$	Раствор $\text{AgNO}_3$ в разбавленной (2 моль/л) азотной кислоте
III	$\text{NO}_2^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$	Отсутствует

При аналитической классификации анионов, основанной на их окислительно – восстановительных свойствах, анионы делятся на три группы (таблица 6).

Таблица 6 – Классификация анионов, основанная на окислительно –



## ВОССТАНОВИТЕЛЬНЫХ СВОЙСТВАХ

Группа	Анионы	Групповой реагент
I Окислители	$\text{BrO}_3^-$ , $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{NO}_2^-$	Раствор KI в серноокислой среде
II Восстановители	$\text{S}^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$	Раствор $\text{I}_2$ в KI
	$\text{S}^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{NO}_2^-$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{CN}^-$ , $\text{SCN}^-$	Раствор $\text{KMnO}_4$ в серноокислой среде
III Индифферентные	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ , $\text{VO}_2^-$	Отсутствует

В отличие от катионов почти все анионы можно открыть дробным методом в отдельной порции исследуемого раствора в присутствии других анионов, групповые реактивы применяются не для разделения групп анионов, а только для их обнаружения.

Если какая либо группа отсутствует, ее групповой реактив с анализируемым раствором не дает никакого осадка. В этом случае отпадает необходимость проводить реакции на отдельные анионы данной группы. Со многими реакциями мы встречались при изучении катионов.

Например, ионы бария открывали при помощи реакции с  $\text{SO}_4^{2-}$ , ионы  $\text{Ca}^{2+}$  - при помощи  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , ионы  $\text{Ag}^+$  - при помощи  $\text{Cl}^-$  и так далее, а в анализе анионов, наоборот, при помощи этих катионов открывают соответствующие анионы.

### 6.1 Лабораторная работа № 8 "Аналитические реакции анионов первой аналитической группы"

#### Характеристика группы

К первой группе относятся анионы кислот: серной  $\text{SO}_4^{2-}$ , сернистой  $\text{SO}_3^{2-}$ , серноватистой  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , фосфорной  $\text{PO}_4^{3-}$ , хромовой  $\text{CrO}_4^{2-}$ , угольной  $\text{CO}_3^{2-}$ , щавелевой  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  борной  $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$  и  $\text{VO}_2^-$ .

Анионы первой аналитической группы бесцветны.

Групповым реактивом на первую группу анионов является хлорид бария  $\text{BaCl}_2$  в нейтральной или слабощелочной среде. Соли серебра анионов первой группы в отличие от второй группы растворимы в  $\text{HNO}_3$ , а сульфат серебра растворим и в воде. Бариевые соли анионов первой группы не растворяются в воде, но растворяются в минеральных разбавленных кислотах (кроме  $\text{BaSO}_4$ ).

## Ход работы

### Реакции сульфат – ионов

Сульфат ион – анион сильной двухосновной серной кислоты. В водных растворах сульфат – ион бесцветен, практически не гидролизуется, обладает окислительными свойствами, которые, однако, в разбавленных растворах обычно не реализуются. Сульфат ион как лиганд образует сравнительно малостойкие сульфатные комплексы металлов.

Сульфаты аммония и многих металлов хорошо растворяются в воде. Сульфаты кальция, стронция, бария, свинца малорастворимы в воде, что широко используется в химическом анализе.

1. Реакция с хлоридом бария (фармокопейная). Сульфат ион при взаимодействии с катионом бария образует белый кристаллический осадок сульфата бария, который не растворим в кислотах и щелочах, за исключением концентрированной серной кислоты, в которой он частично растворяется с образованием кислой соли.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора сульфата натрия приливают 2-3 капли раствора хлорида бария. Осадок делят на две части и испытывают растворимость его в соляной кислоте и щелочи.

2. Реакция с катионами свинца. Растворимые соли свинца с сульфат – ионами образуют белый осадок сульфата свинца, который не растворим в разбавленных кислотах, но растворяется при нагревании в едких щелочах и ацетате аммония.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям серной кислоты или раствора ее соли прибавляют столько же реактива. Испытывают растворимость осадка в щелочах и концентрированном растворе ацетата аммония при нагревании.

Концентрированная серная кислота растворяет осадок сульфата свинца с образованием бисульфата свинца:  $Pb(HSO_4)_2$ .

### Реакции сульфит – ионов

Сульфит ионы  $SO_3^{2-}$  и гидросульфит ионы  $HSO_3^-$  – анионы двухосновной нестабильной в водных растворах сернистой кислоты  $H_2SO_3$ , которая при ионизации по первой стадии является кислотой средней силы, а по второй – очень слабой. В водных растворах сульфит ионы бесцветны, подвергаются гидролизу. Они не устойчивы и в водных растворах легко окисляются до иона  $SO_4^{2-}$ , поэтому являются сильными восстановителями. Однако некоторые сильные восстановители, такие как металлический цинк, в кислой среде, могут восстановить сульфит – ион до сероводорода. Сульфит – ион обладает довольно эффективными комплексообразующими свойствами как лиганд.

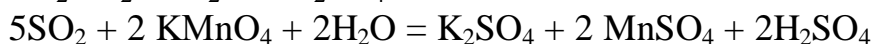
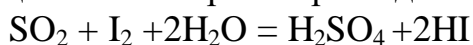
Средние сульфиты натрия и калия хорошо растворяются в воде, средние сульфиты других металлов, как правило, малорастворимы в воде.

При действии кислот на сульфиты они разлагаются.

1. Реакция с хлоридом бария (фармокопейная). Сульфит – ионы образует с катионами бария белый кристаллический осадок сульфита бария. Осадок растворяется в соляной и азотной кислотах с выделением  $\text{SO}_2$ .

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора сульфита натрия прибавляют столько же хлорида бария. Испытывают растворимость осадка в азотной и соляной кислотах. Если осадок не полностью растворяется в кислотах, то это объясняется присутствием в осадке сульфата бария.

2. Реакция разложения сульфита кислотами (фармокопейная). Все минеральные кислоты разлагают сульфиты с выделением сернистого газа. Выделяющийся сернистый газ обнаруживают по запаху либо по обесцвечиванию раствора йода или перманганата калия:



Разложение сульфитов под действием кислот ускоряется при нагревании и при понижении pH среды.

Выполнение реакции. Реакцию проводят в специальном приборе. В склянку помещают 5-6 капель раствора сульфита натрия, приливают столько же раствора серной кислоты и быстро закрывают пробкой с пипеткой, в которой находятся 1-2 капли раствора йода или подкисленного раствора перманганата калия. Выделяющийся сернистый газ обесцвечивает раствор в пипетке. Опыт можно проводить в пробирке и выделяющийся сернистый газ определять по запаху.

3. Реакция с окислителями. Окислители – йод, перманганат калия и другие окисляют сульфит – ионы до сульфат – ионов.

Выполнение реакции. К 2 – 3 каплям раствора сульфита натрия прибавляют 1 – 2 капли раствора соляной кислоты и 2 – 3 капли раствора йода. Наблюдают обесцвечивание йода.

Перманганат калия в кислой среде также обесцвечивается вследствие восстановления  $\text{Mn}^{7+}$  до  $\text{Mn}^{2+}$ .

В щелочной или нейтральной среде перманганат калия восстанавливается сульфит – ионом до четырехвалентного марганца, выпадает бурый хлопьевидный осадок марганцоватистой кислоты или  $\text{MnO}(\text{OH})_2$ .

4. Реакция с нитратом серебра.  $\text{AgNO}_3$  с сульфит – ионами и нейтральной среде образует белый кристаллический осадок сульфита серебра.

Осадок растворим в  $\text{HNO}_3$  и  $\text{NH}_4\text{OH}$ . В избытке сульфита натрия осадок растворяется с образованием комплексной соли  $\text{Na}_3[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]$  (дисульфитиаргената натрия). При кипячении раствора комплексной соли или осадка сульфита серебра осадок темнеет за счет выделения оксида серебра –  $\text{Ag}_2\text{O}$ .

Выполнение реакции. К 5 – 6 каплям раствора сульфита натрия прибавляют столько же нитрата серебра. Наблюдают выпадение белого осадка. Раствор с осадком делят на 3 части и испытывают растворение осадка в разбавленной азотной кислоте, гидроокиси аммония и в избытке сульфита натрия. Раствор в третьей пробирке кипятят и наблюдают выделение из раствора оксида серебра.

## Реакции тиосульфат – иона $S_2O_3^{2-}$

Тиосульфат – ион  $S_2O_3^{2-}$  – анион неустойчивой двухосновной тиосерной кислоты  $H_2S_2O_3$  средней силы, которая в водных растворах разлагается с выделением элементарной серы.

В водных растворах тиосульфат – ион бесцветен, практически не гидролизуется, является сильным восстановителем и достаточно эффективным лигандом – комплексообразователем.

Тиосульфаты щелочных металлов стронция, цинка, кадмия, марганца(2), железа(2), кобальта(2), никеля(2) растворимы в воде. Тиосульфаты других металлов малорастворимы в воде.

1. Реакция с хлоридом бария  $BaCl_2$ . Хлорид бария с тиосульфат ионами дает белый осадок тиосульфата бария, который растворяется в кипящей воде и в разбавленных минеральных кислотах с выделением серы.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора тиосульфата натрия прибавляют столько же хлорида бария. К полученному осадку прибавляют 10-15 капель воды и кипятят. Наблюдают растворение осадка.

2. Реакция с кислотами. Разбавленные кислоты вытесняют из тиосульфатов серноватистую кислоту, которая тотчас разлагается.

Выделение серы вызывает помутнение раствора.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора тиосульфата натрия прибавляют столько же 2 н раствора соляной кислоты. Смесь слегка нагревают и наблюдают выделение свободной серы.

3. Реакция с нитратом серебра.  $AgNO_3$  с тиосульфат ионами дает белый осадок тиосульфата серебра. Осадок постепенно буреет и затем становится черным, превращаясь в сульфид серебра.

Избыток тиосульфата натрия растворяет осадок тиосульфата серебра с образованием комплексной соли:  $Na_3[Ag[S_2O_3)_2]$

По этой же причине и  $AgCl$  растворяется в тиосульфате натрия.

Выполнение реакции. К 3-4 каплям раствора тиосульфата натрия приливают по каплям раствор нитрата серебра до образования осадка. Содержимое пробирки делят на две части. В одну пробирку приливают по каплям раствор тиосульфата до растворения осадка, в другой наблюдают изменение окраски осадка.

4. Реакции с йодом. Раствор йода обесцвечивается тиосульфатами, которые окисляются до солей тетраионовой кислоты. Тиосульфаты восстанавливают также  $KMnO_4$  в кислой среде.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора тиосульфата натрия приливают по каплям раствор йода.

## Реакции фосфат – ионов

Анион  $\text{PO}_4^{3-}$  - анион ортофосфорной кислоты бесцветен. Для изучения реакций берут  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , имеющий реакцию среды, близкую к нейтральной;  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  имеет сильно щелочную среду. Ортофосфаты аммония и щелочных металлов, а также дигидрофосфаты щелочноземельных металлов растворимы в воде. Ортофосфаты других металлов, как правило, малорастворимы в воде, но обычно растворяются в минеральных кислотах и в уксусной кислоте (кроме фосфатов железа(2), алюминия, хрома, свинца).

1. Реакция с хлоридом бария. Хлорид бария выделяет из нейтральных растворов фосфатов белый аморфный осадок гидрофосфата бария. Осадок растворим в минеральных кислотах (кроме серной кислоты) и уксусной кислоте.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора гидрофосфата натрия добавляют столько же раствора хлорида бария. Испытывают растворимость осадка в соляной и азотной кислотах.

2. Реакции с нитратом серебра.  $\text{AgNO}_3$  с фосфат ионами дает желтый осадок фосфата серебра, который легко растворяется в минеральных кислотах и гидроокиси аммония.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора гидрофосфата натрия прибавляют столько же нитрата серебра. Проверяют растворимость полученного осадка в азотной кислоте и гидроокиси аммония.

3. Реакция с магниезальной смесью. Соли магния в присутствии  $\text{NH}_4\text{OH}$  и  $\text{NH}_4\text{Cl}$  с фосфат ионами образуют белый кристаллический осадок магний – аммоний - фосфата, который легко растворяется в кислотах.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора гидрофосфата натрия добавляют 2-3 капли раствора хлорида аммония, 2-3 капли раствора аммиака и 2-3 капли раствора хлорида магния. Проверяют растворимость полученного осадка в азотной и соляной кислотах.

4. Реакция с молибдатом аммония.  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  прилитый в избытке к азотнокислоте раствору фосфатов, дает при подогревании желтый кристаллический осадок фосфоро - молибдата аммония, который растворим в едких щелочах и гидроокиси аммония.

Выполнение реакции. К 5-6 каплям раствора молибденовой жидкости, подкисленной несколькими каплями азотной кислоты и нагретой до  $50-60^\circ\text{C}$ , прибавляют 1-2 капли гидрофосфата натрия. Наблюдают выпадение желтого осадка.

## Реакции хромат – ионов

Анион  $\text{CrO}_4^{2-}$  - желтого цвета, в кислой среде он переходит в  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  оранжевого цвета. Хромовая и двухромовая кислоты существуют только в растворах, и при попытке выделить их в чистом виде они разлагаются на хромовый ангидрид  $\text{CrO}_3$  и воду.

1. Реакция с хлоридом бария. Хлорид бария с хромат ионами дает желтый осадок хромата бария.

Выполнение реакции. К 1 капле раствора соли бария в присутствии ацетата натрия (1 капля) добавляют 1 каплю раствора хромата калия, при этом выпадает желтый кристаллический осадок хромата бария.

2. Реакция с нитратом серебра. Нитрат серебра с хромат ионами дает красно-бурый осадок хромата серебра, который растворим в азотной кислоте.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора хромата калия или натрия прибавляют столько же раствора нитрата серебра.

3. Реакция с ацетатом свинца. Растворимые соли свинца с хромат ионами дают желтый осадок хромата свинца, который растворяется в азотной кислоте, в едких щелочах и не растворим в уксусной кислоте.

Выполнение реакции такое же, как и с хлоридом бария.

Реакции с пероксидом водорода.  $H_2O_2$  в кислой среде окисляет хромат-ион в надхромовую кислоту  $H_2CrO_6$ , окрашивающую раствор в синий цвет, легко переходящий в эфирный слой. В водных растворах надхромовая кислота неустойчива и разлагается до соединений хрома(3), окрашивающий раствор в зеленый цвет. Однако в растворах органических растворителей она сравнительно устойчива. Поэтому ее обычно экстрагируют из водного раствора органическим экстрагентом, который окрашивается в интенсивно синий цвет.

Выполнение реакции. Получение надхромовой кислоты. В пробирку помещают три капли разбавленной серной кислоты, три капли пероксида водорода и две капли эфира, смесь встряхивают. Затем прибавляют две-три капли полученного раствора хромата (желтого цвета) и снова встряхивают. Наблюдают окраску эфирного слоя.

### **Реакции карбонат – ионов**

Карбонаты – соли нестабильной очень слабой угольной кислоты  $H_2CO_3$ , которая в свободном состоянии в водных растворах неустойчива и разлагается с выделением диоксида углерода.

Угольная кислота образует два ряда солей: средние карбонаты, или просто карбонаты и гидрокарбонаты. Карбонаты аммония, калия, рубидия цезия растворимы в воде. Карбонат лития в воде малорастворим. Карбонаты других металлов малорастворимы. Гидрокарбонаты растворяются в воде.

Карбонат – ионы в водных растворах бесцветны, не обладают ни окислительными, ни восстановительными свойствами. Карбонат – ионы способны, как лиганды, к образованию различных по устойчивости карбонатных комплексов с катионами ряда металлов.

Карбонат – ионы в водных растворах подвергаются гидролизу. Водные растворы гидрокарбонатов щелочных металлов не окрашиваются при прибавлении к ним капли фенолфталеина, что позволяет отличать растворы карбонатов от растворов гидрокарбонатов.

1. Реакция с хлоридом бария. Хлорид бария с карбонат - ионами образу-

ет белый осадок карбоната бария, который растворим в азотной, соляной и уксусной кислотах.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора карбоната натрия приливают столько же хлорида бария. Проверяют растворимость осадка в кислотах.

2. Реакция с минеральными кислотами (фармакопейная). Разбавленные кислоты разлагают карбонаты с выделением углекислого газа. Это специфическая реакция на ион  $\text{CO}_3^{2-}$

Выделение углекислого газа обнаруживается по помутнению известковой или баритовой воды. При длительном пропускании  $\text{CO}_2$  осадок растворяется вследствие образования бикарбоната кальция.

Выполнение реакции. Опыт проводится в приборе, который применялся для обнаружения сернистого газа. В склянку прибора помещают 5-6 капель раствора карбоната и столько же соляной кислоты. Быстро закрывают склянку пробкой с пипеткой, в которой находятся 1 - 2 капли известковой воды, и наблюдают помутнение раствора – образование  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Присутствие сульфит - и тиосульфат - ионов мешает открытию карбонат - ионов, так как при действии кислот они выделяют сернистый газ, который также вызывает помутнение известковой воды. Если эти ионы обнаружены, то перед открытием аниона  $\text{CO}_3^{2-}$  их окисляют. Для этого к 5-6 каплям испытуемого раствора добавляют 5 - 6 капель раствора  $\text{H}_2\text{O}_2$  или  $\text{KMnO}_4$  а затем приступают к открытию  $\text{CO}_3^{2-}$ .

3. Реакция с нитратом серебра. Нитрат серебра из растворов карбонатов осаждает белый осадок карбоната серебра, который растворяется в разбавленных кислотах и гидроокиси аммония.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора карбоната натрия прибавляют столько же раствора серебра.

4. Реакция с сульфатом магния (фармакопейная). Карбонат – ион с сульфатом магния образует белый осадок карбоната магния, который растворяется в кислотах. Гидокарбонат – ион образует с сульфатом магния осадок только при кипячении.

Выполнение реакции. В пробирку вносят 3 – 5 капель раствора карбоната натрия, прибавляют столько же насыщенного раствора сульфата магния. Выпадает белый осадок карбоната магния.

### **Реакции оксалат – ионов**

Оксалат – ион -  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  - анион двухосновной щавелевой кислоты  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  средней силы, сравнительно хорошо растворимой в воде. Оксалат – ион в водных растворах бесцветен, частично гидролизует, сильный восстановитель, эффективный лиганд – образует устойчивые оксалатные комплексы с катионами многоосновных металлов.

Оксалаты щелочных металлов, магния и аммония растворяются в воде. Оксалаты других катионов, как правило, малорастворимы в воде.

1. Реакции с хлоридом бария. Хлорид бария с анионами  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  образует

белый творожистый осадок оксалата бария, который легко растворяется в соляной и азотной кислотах.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора оксалата аммония прибавляют столько же раствора хлорида бария. Разделив осадок на две части, испытывают растворимость осадка в соляной и азотной кислотах.

2. Реакции с хлоридом кальция.  $\text{CaCl}_2$  с оксалат-ионами даст белый мелкокристаллический осадок оксалата кальция, который не растворим в уксусной кислоте, но растворяется в минеральных кислотах.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора оксалата аммония прибавляют 5-6 капель раствора хлорида кальция. Проверяют растворимость осадка в уксусной и соляной кислотах.

3. Реакция с перманганатом калия.  $\text{KMnO}_4$  в кислой среде окисляет оксалат-ион в угольный ангидрид, а сам восстанавливается до бесцветного иона  $\text{Mn}^{2+}$ .

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора оксалата аммония прибавляют 5-6 капель серной кислоты, смесь нагревают до  $70^\circ\text{C}$ . К полученному раствору приливают по каплям раствор перманганата калия и наблюдают обесцвечивание раствора.

### Реакции борат - ионов $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ и $\text{BO}_2^-$

Тетраборат – ион  $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$  - анион двуосновной тетраборной кислоты  $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$ , которая в свободном состоянии неизвестна, но может существовать в растворах.

Тетраборат – ион в водных растворах бесцветен, подвергается глубокому гидролизу, не проявляя окислительно-восстановительных свойств, не обладая выраженной комплексообразующей способностью.

Метаборат – ион  $\text{BO}_2^-$  - анион не существующей в растворах метаборной кислоты  $\text{HBO}_2$ . Однако в свободном индивидуальном состоянии метаборная кислота существует в виде трех кристаллических модификаций.

Метаборат – ион в водных растворах бесцветен, подвергается гидролизу, индифферентен как окислитель и восстановитель, обладает умеренной комплексообразующей способностью, как лиганд. Истинное строение и состав метаборат – иона в растворе неизвестен.

Метабораты всегда содержат кристаллизационную воду.

1. Реакция с хлоридом бария. Хлорид бария осаждает из концентрированных растворов буры белый осадок метабората бария, который растворяется в уксусной, соляной и азотной кислотах.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора буры приливают 5-6 капель раствора хлорида бария.

2. Окрашивание пламени. Спирт и концентрированная серная кислота с сухим боратом образует борный эфир, окрашивающий пламя в характерный зеленый цвет.

Выполнение реакции. В фарфоровой чашке выпаривают досуха 5-6 капель раствора буры. К охлажденному сухому остатку прибавляют 10-12



капель спирта и 4-5 капель концентрированной серной кислоты. Смесь перемешивают стеклянной палочкой и поджигают. В присутствии борат-ионов пламя окрашивается в зеленый цвет.

3. Окрашивание куркумовой бумаги. Куркумовая бумага, смоченная раствором борной кислоты, после высыхания принимает оранжевую окраску. Под действием щелочи оранжевая окраска меняется в сине- или серо-черную (в зависимости от концентрации борат - ионов).

Выполнение реакции. Каплю раствора буры подкисляют HCl и наносят на полоску куркумовой бумаги. Бумагу подсушивают и смачивают каплей NaOH. Наблюдают изменение оранжевой окраски на сине- или серо-черную в присутствии борат - ионов.

### Контрольные вопросы

1. Какие анионы первой группы проявляют окислительно – восстановительные свойства? Напишите уравнения реакций.

2. Какие анионы первой группы не проявляют окислительно – восстановительных свойств?

3. Какие вы знаете анионы летучих кислот?

4. Какие групповые реагенты можно предложить для анионов исходя из окислительно – восстановительных свойств? Напишите уравнения реакций.

5. Какие бариевые соли растворяются в уксусной кислоте?

6. Что наблюдается при пропускании через известковую воду избытка окиси углерода?

7. Предложите реакции для обнаружения фосфат – иона.

8. Предложите реакцию для обнаружения тетраборат – иона.

9. Предложите специфическую реакцию для тиосульфат – иона. Напишите уравнение реакции.

### 6.2 Лабораторная работа № 9 "Аналитические реакции анионов второй группы анионов"

Цель:

Знать:

1. Аналитические реакции анионов второй аналитической группы анионов.

2. Правила работы с высокотоксичными веществами.

Уметь:

1. Составлять уравнения аналитических реакций изучаемых анионов.

2. Составлять реакции комплексообразования.

## Характеристика группы

Ко второй аналитической группе относятся анионы кислот: соляной  $\text{Cl}^-$ , бромистоводородной  $\text{Br}^-$ , иодистоводородной  $\text{I}^-$  и сероводородной  $\text{S}^{2-}$ .

Соли серебра анионов второй группы не растворимы в воде и в разбавленной азотной кислоте. Групповым реактивом на анионы второй группы является  $\text{AgNO}_3$  в присутствии  $\text{HNO}_3$ .

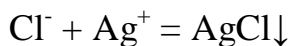
Все анионы второй аналитической группы в водных растворах бесцветны. Большинство анионов первой группы также образует с нитратом серебра нерастворимые в воде соли, однако все они растворяются в азотной кислоте и обнаружению второй группы не мешают. Соли бария анионов второй группы в отличие от первой растворимы в воде, поэтому хлорид бария с анионами второй группы осадков не образует.

## Ход работы

### Реакции хлорид – ионов

Хлорид – ион – анион сильной одноосновной соляной кислоты, бесцветный, не гидролизует, обладает восстановительными свойствами, эффективный лиганд, способный к образованию устойчивых хлоридных комплексов с катионами многих металлов. Хлориды щелочных, щелочноземельных и большинства других металлов хорошо растворяются в воде. Хлориды меди(1), серебра, ртути, свинца малорастворимы в воде.

1. Реакция с нитратом серебра (фармакопейная). Хлорид – ионами образует с катионами серебра белый творожистый осадок хлорида серебра. Осадок при стоянии на свету темнеет вследствие выделения мелкодисперсного металлического серебра за счет фотохимического разложения хлорида серебра.



Осадок  $\text{AgCl}$  растворим в аммиаке, карбонате аммония, тиосульфате натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  и 10% растворе  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ .

Растворимость осадка в карбонате аммония используется для отделения хлорида серебра от бромидов и иодидов, которые не растворяются в карбонате аммония, что связано с величиной ПР.

Выполнение реакции смотри в анализе катионов второй группы.

2. Реакция с сильными окислителями. Окислители -  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ,  $\text{KClO}_3$  и другие в кислой среде окисляют хлорид – ионы до свободного хлора.

Выполнение реакции. Поместить в пробирку немного двуокиси марганца, прилить 4 - 5 капель раствора хлорида натрия и столько же концентрированной серной кислоты. Смесь осторожно нагревают. Выделяющийся хлор обнаруживают по цвету и запаху или по посинению йодкрахмальной бумаги, если подержать ее у отверстия пробирки.

В присутствии бромид – и иодид – ионов реакция неприменима, так как

они выделяются в свободном виде и мешают обнаружению хлора.

## Реакции бромид – ионов

Бромид – ион – анион сильной одноосновной бромистоводородной кислоты.

В водных растворах бромид – ион бесцветен, не гидролизует, обладает восстановительными свойствами, образует устойчивые комплексы с катионами многих металлов.

Бромиды аммония и большинства металлов хорошо растворимы в воде.

1. Реакция с нитратом серебра (фармакопейная). Нитрат серебра с ионами брома дает желтовато-белый осадок бромида серебра. Осадок не растворяется в азотной кислоте, плохо растворяется в гидроокиси аммония и хорошо растворяется в растворе тиосульфата натрия с образованием тиосульфатного комплекса серебра  $[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$ .

Выполнение реакции. К 4 – 5 каплям раствора бромида калия приливают 4 -5 капель раствора азотнокислого серебра. Испытывают растворимость осадка в азотной кислоте и гидроокиси аммония.

2. Реакция с сильными окислителями. Хлорная вода, а также  $KMnO_4$  и  $MnO_2$  окисляют в кислой среде бромид – ионы до свободного брома. Образующийся молекулярный бром, придающий водному раствору желто – бурую окраску, можно экстрагировать из водной фазы органическими растворителями (хлороформ, четыреххлористый углерод, бензол), в которых он растворяется больше, чем в воде. Органический слой окрашивается в желто – бурый или желто – оранжевый цвет.

Выполнение реакции. К 2-3 каплям раствора бромида калия добавляют столько же разбавленной серной кислоты и 5-6 капель бензола или хлороформа. В полученную смесь приливают по каплям хлорную воду при энергичном встряхивании. Органический растворитель, в котором бром растворяется лучше, чем в воде, окрашивается в лимонно или красно-бурый цвет. При большом избытке хлорной воды раствор обесцвечивается, так как образуется бесцветное соединение  $BgCl$ .

3. Реакция с фуксинсернистой кислотой. Фуксинсернистая кислота (раствор фуксина, обесцвеченный сернистой кислотой) с парами брома дает сине - фиолетовое окрашивание. Хлориды и иодиды не мешают реакции.

Выполнение реакции. В пробирку прибора поместить 5 - 6 капель раствора бромида калия, 4 - 5 капель раствора  $KMnO_4$  и 4 - 5 капель 2 н раствора серной кислоты. Пробирку закрывают пробкой с пипеткой, содержащей 2 - 3 капли раствора фуксина. Пробирку слегка нагревают. В присутствии брома обесцвеченный фуксин окрасится в сине - фиолетовый цвет.

## Реакции йодид – ионов

Йодид – ион – анион сильной одноосновной йодистоводородной кислоты. В водных растворах йодид – ион бесцветен, не гидролизует, обладает выраженными восстановительными свойствами; как лиганд образует устойчивые йодидные комплексы с катионами многих металлов.

Йодиды аммония и большинства металлов хорошо растворяются в воде. Малорастворимы в воде йодид меди (I), серебра, свинца, ртути(I), ртути(II).

1. Реакция с нитратом серебра.  $\text{AgNO}_3$  с йодид – ионами образует бледно-желтый осадок йодида серебра. Осадок йодида серебра практически не растворим в воде, в азотной кислоте и гидроокиси аммония, плохо растворяется в растворе тиосульфата аммония.

Выполнение реакции. К 4 - 5 каплям раствора йодида калия прибавляют столько же реактива. Проверяют растворимость осадка в азотной кислоте и растворе аммиака.

2. Реакция с солями свинца. Растворимые соли свинца из растворов йодидов осаждают йодид свинца в виде желтого осадка. Осадок растворяется в воде при нагревании и вновь выделяется при охлаждении раствора в виде золотистых чешуек.

Выполнение реакции смотрите в лабораторной работе 2.

3. Реакция с нитритами (фармакопейная). Нитрит калия или нитрит натрия в кислой среде окисляет йодид – ион до свободного йода.

Выполнение реакции. К 3 - 4 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 - 3 капли 2н раствора серной кислоты, 2 - 3 капли раствора крахмала и 2 - 3 капли раствора нитрита калия или натрия. Окрашивание раствора в синий цвет укажет на присутствие йодид – ионов.

Эта реакция является специфической для открытия йодидов, так как хлориды и бромиды нитритами не окисляются.

4. Реакция с окислителями. Хлорная и бромная вода вытесняет из растворов йодидов свободный йод, который окрашивает органический растворитель в красновато-фиолетовый цвет, а раствор крахмала - в синий.

Выполнение реакции:

а) К 1 - 2 каплям раствора йодида калия, подкисленного 1 каплей серной кислоты (в щелочной среде окраска йода исчезает), прибавляют 5 - 6 капель бензола (бензина или хлороформа), 1 - 2 капли хлорной воды и, встряхнув смесь, наблюдают окраску слоя бензола. Прибавляют избыток хлорной воды, наблюдают обесцвечивание органического растворителя;

б) К 1 - 2 каплям раствора йодида калия прибавляют 8 - 10 капель раствора крахмала, 1 - 2 капли хлорной воды и, встряхнув смесь, наблюдают изменение окраски. В присутствии йодид – ионов раствор окрасится в синий цвет.

Хлорной водой можно открыть ионы  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  при их совместном присутствии. Сначала хлорная вода окисляет йодид – ионы до свободного йода, затем прибавленный избыток хлорной воды обесцвечивает фиолетовую

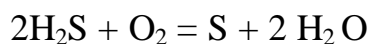
окраску бензольного слоя вследствие окисления свободного йода до  $\text{HI}$ . После этого начинается выделение брома, который окрашивает слой бензола в красно-бурый цвет. Выполнению реакции мешают анионы  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$  поэтому их предварительно окисляют перманганатом калия в кислой среде до  $\text{SO}_4^{2-}$ .

Анион йода легко окисляется перманганатом калия, бихроматом калия или другими окислителями в кислой среде, а также такими слабыми окислителями, как  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Cu}^{2+}$  так как является сильным восстановителем.

### Аналитические реакции сульфид ионов

Сульфид ион  $\text{S}^{2-}$  - бесцветный анион очень слабой двухосновной сероводородной кислоты  $\text{H}_2\text{S}$ . В водных растворах сульфид ион подвергается глубокому гидролизу, не склонен к образованию комплексных соединений. Средние сульфиды аммония, щелочных и щелочноземельных металлов хорошо растворяются в воде. Средние сульфиды большинства других металлов малорастворимы в воде. Кислые гидросульфиды, содержащие гидросульфид ион  $\text{HS}^-$ , хорошо растворяется в воде.

Сульфид ион – очень сильный восстановитель и окисляется большинством известных окислителей. Так, например, сероводородная кислота в водном растворе окисляется кислородом воздуха с выделением элементарной серы:



Поэтому при стоянии сероводородная вода мутнеет.

Сероводород  $\text{H}_2\text{S}$  – весьма ядовит. Работать с сероводородом можно только под тягой!

1. Реакция с нитратом серебра. Сульфид ион с катионами серебра дает черный осадок малорастворимого сульфида серебра.

Выполнение реакции. В пробирку с 2 – 3 каплями сульфида натрия или аммония прибавляют по каплям раствор азотнокислого серебра и наблюдают выпадение черного осадка.

2. Реакция с сильными кислотами. Сульфид ион при действии сильных кислот переходит в сероводородную кислоту, которая выделяется из растворов в виде газообразного сероводорода. При избытке ионов водорода равновесие смещается вправо, и образующийся сероводород удаляется из сферы реакции. Выделяющийся сероводород обнаруживают по характерному запаху, а также по почернению фильтровальной бумаги, пропитанной раствором ацетата свинца.

Выполнение реакции. В пробирку вносят 2 – 3 капли раствора сульфида натрия или аммония и прибавляют раствор соляной или серной кислоты. Наблюдают выделение характерного запаха сероводорода. К пробирке подносят фильтровальную бумагу, пропитанную раствором ацетата свинца. Бумага чернеет вследствие выделения черного сульфида свинца.

3. Реакция с катионами кадмия. Сульфид ион образует с катионами кадмия в кислых и нейтральных растворах желтый осадок сульфида кадмия.

Эта реакция описана в анализе катионов кадмия.

### 6.3 Лабораторная работа № 10 "Анализ анионов третьей аналитической группы"

Цель:

К третьей группе относятся анионы кислот: азотной  $\text{NO}_3^-$ , азотистой  $\text{NO}_2^-$ , и уксусной  $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$ . Анионы третьей группы бесцветны. Соли бария и серебра этих анионов растворимы в воде (исключение –  $\text{AgNO}_2$ ). Группового реактива на анионы третьей группы нет.

#### Ход работы

##### Реакции нитрат – ионов

Нитрат – ион – анион одноосновной сильной азотной кислоты. В водных растворах бесцветный нитрат – ион не гидролизует, обладает окислительными свойствами. Как лиганд нитрат – ион малоэффективен и образует не устойчивые нитратокомплексы металлов, из которых нитратогруппы легко вытесняются молекулами воды в водных растворах. Поэтому в аналитической химии нитраты щелочных металлов (например,  $\text{KNO}_3$ ) используются в качестве фона как индифферентные (то есть не реагирующие с другими ионами в растворе) сильные электролиты для поддержания постоянной ионной силы раствора.

Нитраты хорошо растворяются в воде.

Некоторые аналитические реакции являются общими как для нитратов, так и для нитритов. В отличие от нитритов, нитраты не обесцвечивают подкисленные водные растворы перманганата натрия.

1. Реакция с сульфатом железа (II) и концентрированной серной кислотой. Нитрат – ион при нагревании с  $\text{FeSO}_4$  в среде концентрированной серной кислоты восстанавливает азотную кислоту и ее соли до окиси азота. Окись азота с избытком реактива образует непрочные комплексные ионы  $(\text{FeNO})^{2+}$  бурого цвета.

Реакцию с образованием того же соединения дает и нитрит – ион, поэтому нельзя открыть этой реакцией нитрат – ион в присутствии нитрит – иона.

Выполнение реакции:

а) к 5 – 6 каплям насыщенного раствора  $\text{FeSO}_4$  добавляют 2-3 капли нитрата натрия и перемешивают. Затем осторожно по стенке пробирки приливают 5 – 6 капель концентрированной серной кислоты так, чтобы жидкости не смешивались. В месте соприкосновения обеих жидкостей появляется темно - бурое окрашивание жидкости (кольцо);

б) реакцию можно выполнить таким способом. На поверхность стеклянной пластинки помещают 2 – 3 капли раствора  $\text{NaNO}_3$ , к которой прибавляют маленький кристаллик  $\text{FeSO}_4$  и каплю концентрированной

серной кислоты -  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Вокруг кристаллика  $\text{FeSO}_4$  образуется комплексное соединение  $[\text{FeNO}]\text{SO}_4$  бурого цвета.

3. Реакция с металлической медью (фармакопейная). Медь в присутствии серной кислоты восстанавливает нитрат – ион при нагревании с образованием буро – желтых паров окиси азота.

Выполнение реакции. К 4-5 каплям раствора нитрата натрия прибавляют 5 – 6 капель концентрированной серной кислоты, кусочек металлической меди и нагревают на водяной бане (осторожно, под тягой!). Выделяющаяся окись азота окисляется кислородом воздуха до двуокиси, имеющей бурый цвет, что хорошо заметно на белом фоне.

4. Реакция с алюминием или цинком. Алюминий и цинк в присутствии щелочи восстанавливают азотную кислоту и ее соли до аммиака. Выделяющийся аммиак ощущается по запаху и окрашивает влажную красную лакмусовую бумагу в синий цвет.

Мешают катионы аммония.

Выполнение реакции. К 4 – 5 каплям раствора нитрата натрия или калия прибавляют 5-6 капель б. н. раствора щелочи и кусочек алюминия (цинка или магния). Содержимое пробирки слегка нагревают на водяной бане. Выделяющийся аммиак определяют по запаху или по посинению влажной красной лакмусовой бумаги, поднесенной к отверстию пробирки.

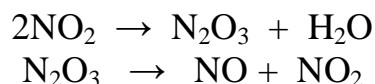
5. Реакция с дифениламином (фармакопейная).  $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$  окисляется азотной кислотой, образуя соединение темно-синего цвета. Эта реакция общая для нитратов и для нитритов. Поэтому данной реакцией нельзя открывать нитраты в присутствии нитритов.

Выполнение реакции. На часовое стекло помещают 3–4 капли раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте и добавляют каплю раствора нитрата натрия. Раствор окрашивается в темно – синий цвет.

Ионы  $\text{NO}_2^-$  также дают эту реакцию.

### Реакции нитрит – ионов

Нитрит – ион – анион довольно слабой одноосновной азотистой кислоты, которая в водных растворах при обычных температурах неустойчива и легко разлагается по схеме:



Что следует принимать при анализе кислых растворов, содержащих нитриты.

Нитрит – ион как ион слабой кислоты в водных растворах гидролизует, редокс – амфотерен: обладает как окислительными, так и восстановительными свойствами. Нитриты хорошо растворяются в воде. Некоторые из этих координационных соединений, в отличие от «простых» нитритов, малорастворимы в воде, например, гексанитрокобальтаты калия и аммония  $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ ,  $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ , что используется в качественном анализе.

## Нитриты токсичны!

1. Реакция с сильными кислотами (фармакопейная). Разбавленные сильные кислоты разлагают нитриты с выделением двуокиси азота (газообразные продукты желто – бурого цвета).

Выполнение реакции. К 4 – 5 каплям раствора нитрита калия добавляют столько же разбавленного раствора серной кислоты. Выделяющийся желто – бурый газ хорошо виден на белом фоне.

2. Реакция с йодидом калия (йодид – ион – окислитель). Йодид – ион окисляется нитритами в кислой среде до свободного йода. Образующийся йод обнаруживают реакцией с крахмалом, или экстрагируя его органическим растворителем – бензолом, хлороформом (органический слой окрашивается в фиолетовый цвет).

Нитрат – ион не мешает проведению реакции, поэтому ионы нитрита можно открыть с помощью рассматриваемой реакции в присутствии нитрат – ионов.

Выполнение реакции:

а) к 4 - 5 каплям раствора нитрита калия прибавляют 4 – 5 капель  $H_2SO_4$ , 4-5 капель раствора йодида калия. Выделяющийся йод обнаруживают по реакции окрашивания крахмала в синий цвет;

б) в пробирку вносят 2 - 3 капли раствора йодида калия, прибавляют 3 – 4 капли раствора серной кислоты, 3 – 4 капли бензола или хлороформа и 2 – 3 капли нитрита калия. Встряхивают смесь. Органический слой окрашивается в фиолетовый цвет за счет образования йода.

3. Реакция с перманганатом калия (нитрит – ион – восстановитель). Перманганат калия окисляет нитрит– ионы в кислой среде до нитрат – ионов.

Выполнение реакции. К 4 - 5 каплям раствора нитрита калия прибавляют столько же серной кислоты. К раствору приливают по каплям раствор  $KMnO_4$  и наблюдают обесцвечивание перманганата калия.

4. Реакция с сульфатом железа (II). Реакция проводится аналогично - реакции на ионы  $NO_3^-$ .

В слабокислой среде этой реакцией можно открыть ионы  $NO_2^-$  в присутствии ионов  $NO_3^-$ . Нитрат - ионы дают эту реакцию лишь при прибавлении концентрированной серной кислоты.

5. Реакция с солями аммония – реакция разложения (удаления) нитритов. Нитрит - ионы мешают открытию нитрат - ионов, поэтому их следует удалить перед открытием ионов  $NO_3^-$ . Нитрит – ион окисляет катионы аммония при нагревании до свободного азота.

Удаление нитрит - ионов производится нагреванием исследуемого раствора с твердым  $NH_4Cl$ .

Выполнение реакции. К 4 - 5 каплям раствора содержащего нитрит - ионы добавляют до насыщения сухой  $NH_4Cl$  и нагревают 7 - 8 минут на водяной бане. Испытание на полноту удаления ионов  $NO_2^-$  проводят с перманганатом калия в отдельной пробе.



## Реакции ацетат – ионов

Ацетат – ион  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  - анион слабой одноосновной уксусной кислоты  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , в водных растворах бесцветен, подвергается гидролизу, не обладает окислительно-восстановительными свойствами.

Ацетат – ион довольно эффективный лиганд и образует устойчивые ацетатные комплексы с катионами многих металлов.

Ацетат аммония, щелочных металлов и большинства других металлов хорошо растворяются в воде. Ацетаты серебра и ртути менее других металлов растворимы в воде.

1. Реакция с серной кислотой.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  вытесняет свободную уксусную кислоту из ее солей.

Выполнение реакции. К 4 - 5 каплям раствора ацетата натрия прибавляют столько же серной кислоты и смесь слегка нагревают. Уксусную кислоту обнаруживают по характерному запаху.

2. Реакция с этиловым спиртом.  $\text{CH}_3\text{COOH}$  и ее соли в присутствии концентрированной серной кислоты образуют со спиртом уксусноэтиловый эфир, который обнаруживается по запаху, напоминающему запах плодов.

Выполнение реакции. К 5 - 6 каплям раствора  $\text{CH}_3\text{COONa}$  прибавляют 5 - 6 капель  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  и 5 - 6 капель  $\text{H}_2\text{SO}_4$  концентрированной. Смесь нагревают на водяной бане, после чего выливают в стакан с холодной водой и исследуют запах.

3. Реакция с хлоридом железа (III).  $\text{FeCl}_3$  с солями уксусной кислоты образует ацетат железа. При нагревании раствора вследствие гидролиза выпадает красно-бурый осадок основной соли железа.

Выполнение реакции. К 8-10 каплям раствора ацетата натрия приливают 3-4 капли раствора хлорида железа и 8-10 капель воды. Смесь кипятят. Выпадает осадок основной соли.

Проведению реакции мешают многие другие анионы, осаждающие ионы  $\text{Fe}^{3+}$  (например,  $\text{PO}_4$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ). Перед открытием ацетат - ионов все мешающие ионы удаляют, осаждая их действием  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  и  $\text{AgNO}_3$ . Исследуемый раствор должен быть нейтральным.

## Контрольные вопросы

1. Какие анионы при действии минеральных кислот дают летучие соединения?
2. Какой цвет имеют осадки солей серебра, образованные анионами второй аналитической групп?
3. Какой общий реактив можно применить для открытия хлорид- и иодид – ионов?
4. Что произойдет, если к хлороформному экстракту йода добавить избыток хлорной воды? Напишите уравнение соответствующей реакции.
5. Напишите уравнение реакции открытия ацетат – иона.

6. Напишите уравнения реакций открытия нитрит- и нитрат – ионов.
7. Какие ионы и почему мешают открытию нитрит – ионов реакцией с йодид – ионами?
8. При открытии каких ионов используют экстракцию?
9. Какие ионы и почему мешают обнаружению нитрит- иона и наоборот?
10. Какие ионы и почему мешают обнаружению нитрит- и нитрат - иона реакцией с дифениламином?

## **7 Анализ сухой соли**

В общем случае анализируемый твердофазный объект может содержать любой из катионов трех аналитических групп катионов и любой анион из трех аналитических групп анионов.

Контрольную задачу получают в виде измельченной сухой соли.

Полученное вещество делят на три части: одну часть используют для анализа катиона, вторую – для анализа аниона, а третью – для проведения предварительных результатов и для проверки результатов анализа.

### **Предварительные наблюдения и испытания**

Имеют целью на основании визуальных наблюдений и выполнения некоторых реакций сделать предварительные выводы о качественном составе анализируемого образца.

Окрашивание пламени горелки позволяют обнаружить некоторые катионы, такие как катионы калия, натрия, бария, кальция.

Действие разбавленной серной кислоты. К небольшому количеству исследуемого вещества прибавляют несколько капель разбавленной серной кислоты. При наличии карбонат – иона происходит энергичное шипение и вспенивание за счет выделения углекислого газа. При наличии хлорид – или ацетат – ионов выделяются бесцветные газы, имеющие характерный запах. При наличии нитрат – иона выделяется красно – бурый газ с резким запахом.

Действие концентрированной серной кислоты. К небольшому количеству вещества добавляют несколько капель кислоты. При этом разрушаются не только перечисленные выше анионы, но также нитрат -, хлорид -, бромид -, иодид – анионы, о выделении которых можно судить по характерному запаху и цвету.

На основании предварительных испытаний делают предположения о составе анализируемой смеси, которые дополняют и уточняют в ходе последующего анализа.

Перевод вещества в растворенное состояние. Сухую соль растворяют в дистиллированной воде. Полная растворимость в воде свидетельствует об отсутствии карбонатов, сульфатов катионов второй и третьей группы катионов.

Обнаружение катиона. Определяют присутствие катиона аммония специфическим реактивом (реактив Несслера).

Присутствие отдельных групп катионов проверяют действием групповых реактивов.

Катион обнаруживают дробным методом. Желательно доказать присутствие катиона аналитическими несколькими реакциями.

Все операции по анализу «сухой» соли и вывод о присутствии в ее составе катиона должны быть зафиксированы в лабораторном журнале в виде протокола.

Обнаружение аниона. Присутствие аниона определяют дробным

методом.

### Контрольные вопросы

1. Какой предположительный вывод о составе образца сухой соли можно сделать вывод, если он бесцветен?

2. Какое заключение о составе сухой соли можно сделать, если образец полностью растворяется в воде?

3. Какие катионы могут входить в состав анализируемого образца, если при разбавлении и последующем нагревании его солянокислого раствора выделяется белый хлопьевидный осадок?

4. Почему при анализе неизвестного вещества обнаружение катионов проводят перед обнаружением анионов?

5. Что можно сказать об осадке, если он растворяется в горячей воде?

6. Какие анионы могут входить в состав анализируемой смеси, если при обработке сухого образца разбавленной серной кислотой бурно выделяется бесцветный газ, не имеющий запаха?

## 8 Итоговая контрольная работа по качественному анализу (письменная)

### 1 вариант

1. Какие реакции называются аналитическими и каким требованиям они должны удовлетворять?
2. Какие реактивы называются групповыми?
3. Можно ли открыть калий и натрий в присутствии аммония? Пояснить почему? Как удалить аммоний? Уравнение.
4. Пользуясь таблицей произведения растворимости, определить, какими из реактивов ( $\text{Na}_2\text{S}$ ,  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$  или  $\text{NaI}$ ) можно полнее осадить ион серебра из раствора азотнокислого серебра.
5. Будут ли подвергаться гидролизу следующие соли:  $\text{Na}_2\text{S}$ ,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{CuSO}_4$  указать среду. Уравнения.
6. Дать определение окислителю и восстановителю. Перечислите анионы- окислители и анионы- восстановители.
7. Что такое константа нестойкости комплексного иона? Сравните прочность аммиакатов шестой группы катионов. Кн.
8. Приведите уравнения реакции, доказывающие амфотерный характер гидроксида цинка.
9. Что такое буферные растворы? Объясните, почему прибавление небольшого количества азотной кислоты в буферную смесь  $\text{CH}_3\text{COOH}$  и  $\text{CH}_3\text{COONa}$  не вызывает изменения pH.
10. В чем растворяется осадок хлорида серебра? Уравнение.
11. Сравнительная растворимость сульфатов катионов третьей группы, используя их произведения растворимости.
12. На раствор катионов шестой группы действовали концентрированным раствором аммиака. О присутствии или отсутствии какого катиона можно судить по цвету получившегося раствора?
13. При действии  $\text{AgNO}_3$  на раствор, содержащий один из анионов первой группы, образовался желтый осадок. Какой анион был в растворе? Уравнение.
14. После действия на раствор хлорной воды слой бензола окрасился в красно-фиолетовый цвет. На присутствие какого иона это указывает? Уравнение.
15. Перечислите анионы, которые при действии кислот образуют газы. Уравнение.

### 2 вариант

1. Какие реакции называются общими, частными, групповыми?
2. Каковы условия выполнения химических реакций?
3. Какие катионы относятся к первой ан. группе? Чем отличается первая группа катионов от других групп?

4. Как следует назвать раствор, в котором произведение растворимости больше ионного произведения, равно ионному произведению?

5. Что называется гидролизом соли? Какие соли подвергаются гидролизу (пример).

6. Какие реакции называются окислительно – восстановительными? Приведите две реакции, применяемых в качественном анализе катионов.

7. Какие соли называются комплексными и чем они отличаются от двойных. Примеры комплексных соединений по второй и пятой группам. Уравнение диссоциации.

8. Приведите уравнения реакций, доказывающие амфотерный характер гидроксида алюминия.

9. Что называется ионным произведением воды? В растворе  $[H^+] = 10^{-6}$ . Определите  $[OH^-]$  этого раствора и водородный показатель.

10. Какие катионы входят в состав 2-й ан. группы? Групповой реактив? Образуемые осадки?

11. Как отделить ионы бария от ионов кальция? Уравнения.

12. В чем отличие пятой группы от шестой группы? Ответ поясните формулами.

13. При действии хлористого бария образовался белый осадок, растворимый в хлороводородной кислоте с выделением газа, на присутствие какого иона это указывает? Уравнение.

14. При действии  $AgNO_3$  выпадает светло-желтый осадок, нерастворимый в разбавленной азотной кислоте. Как проверить, какой анион присутствует в растворе?

15. Чем третья группа анионов отличается от первой и второй?

## Заключение

Аналитическая химия – наука о методах определения химического состава веществ и их смесей. Она делится на качественный и количественный анализ.

Цель качественного анализа – обнаружение, или открытие, элементов или ионов, из которых состоит образец. Задача количественного анализа – определение количественного содержания элементов в исследуемом веществе.

Исследование всегда начинается с качественного анализа. Установив состав вещества, определяют его количественный состав. Таким образом, качественный анализ всегда предшествует количественному.

Данная методическая разработка представляет материал, позволяющий проводить качественный анализ неизвестных образцов. В работе рассмотрены общие правила работы в химических лабораториях, дан перечень лабораторных работ, подробно описаны методики проведения эксперимента.

Качественный анализ включает в себя два раздела: качественный анализ катионов и качественный анализ анионов. Для закрепления материала представлен список контрольных вопросов по каждой лабораторной работе.

В качестве зачетного занятия рекомендуется провести лабораторную работу «Анализ сухого вещества», где студент в полной мере должен продемонстрировать знания и умения, полученные при изучении данного материала.

Данная методическая разработка позволяет студентам изучить методики на практике. Студент должен свободно ориентироваться в методиках.

Данная методическая разработка может быть использована для подготовки студентов химических специальностей, работниками химико – аналитических лабораторий.

### Список использованных источников

- 1 Васильев В.П., Аналитическая химия, М., Дрофа, 2002;
- 2 Крешков А.П., Курс аналитической химии, М.; Химия, 1981.
- 3 Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия, 2 том, М., Высшая школа, 2003;
- 4 Барсукова З.А., Аналитическая химия, М., Высшая школа, 1990;
- 5 Полеев М.Э., Душечкина И.Н., Аналитическая химия, М., Медицина, 1994;
- 6 Алексеев В.Н., Количественный анализ, М., Госхимиздат, 1963;
- 7 Крешков А.П., Ярославцев А.А., Курс аналитической химии, Количественный анализ, М., Химия, 1982;
- 8 Крешков А.П., Теоретические основы. Количественный анализ, М., Химия, 1976;
- 9 Шапиро С.А., Гурвич Я.А., Аналитическая химия, М., Высшая школа, 1968;
- 10 Ярославцев А.А., Сборник задач и упражнений по аналитической химии, М., Высшая школа, 1979;
- 11 Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В., Аналитическая химия, 1,2 том, М., Химия, 1990.



## Рецензия

На «Методическое пособие по дисциплине «Аналитическая химия» по теме «Качественный анализ» для специальности 18.02.01 «Аналитический контроль качества химических соединений» для студентов среднего профессионального образования (СПО) Братского целлюлозно-бумажного колледжа БрГУ.

Данное методическое пособие знакомит студентов с аналитическими аспектами качественного анализа катионов и анионов на современном уровне, рассмотрены общие правила работы в химических лабораториях. В работе рассмотрены теоретические основы качественного анализа катионов кислотнo-основным методом анализа и анионов, подробно рассмотрены все способы открытия ионов. Подробно рассмотрена работа при открытии смеси катионов и анионов, предложены схемы открытия смесей катионов.

Для закрепления материала представлен список контрольных вопросов по каждой лабораторной работе.

В качестве зачетного занятия рекомендуется провести лабораторную работу «Анализ сухого вещества», где студент в полной мере должен продемонстрировать знания и умения, полученные при изучении данного материала.

Большое значение уделено методам определения различных элементов в различных материалах. Рассмотрены мешающие влияния и методы их устранения.

Методическое пособие позволят студентам изучить методы на практике. Студент должен свободно ориентироваться в методах качественного анализа катионов и анионов.

Для закрепления знаний предложено ряд практических упражнений, вопросов, а также задания не только на проверку знаний изученной темы, но и на логическое мышление студента.

Методическое пособие рекомендовано внедрению в учебный процесс по учебной дисциплине «Аналитическая химия».

Преподаватель кафедры ХМД

Юдинцева Г.Н.

## Аннотация

Методическое пособие предназначено для изучения материала по аналитической химии по теме «Качественный анализ» для специальности 18.02.01 «Аналитический контроль качества химических соединений».

Данное методическое пособие знакомит студентов с аналитическими аспектами качественного анализа катионов и анионов и анализом сухой соли на современном уровне. В работе рассмотрены теоретические основы теоретические основы качественного анализа катионов кислотно-основным методом анализа и анионов, подробно рассмотрены все способы открытия ионов. Подробно рассмотрена работа при открытии смеси катионов и анионов, предложены схемы открытия смесей катионов.

Для закрепления материала представлен список контрольных вопросов по каждой лабораторной работе.

В качестве зачетного занятия рекомендуется провести лабораторную работу «Анализ сухого вещества», где студент в полной мере должен продемонстрировать знания и умения, полученные при изучении данного материала.

Большое значение уделено методам определения различных элементов в различных материалах. Рассмотрены мешающие влияния и методы их устранения.

Для закрепления знаний предложено ряд практических упражнений, вопросов, а также задания не только на проверку знаний изученной темы, но и на логическое мышление студента.

Методическое пособие рекомендовано внедрению в учебный процесс по учебной дисциплине «Аналитическая химия».