

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
Кафедра общей химии и хроматографии

А.Л.Лобачев, И.В.Лобачева, Е.В.Ревинская

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.
ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

Учебное пособие

Издательство "Самарский университет"
2001

ББК 24.4
Л 68
УДК 543.2

Лобачев А.Л., Лобачева И.В., Ревинская Е.В. Качественный анализ. Химические методы; Учебное пособие. Самара: Изд-во «Самарский университет», 2001. 44 с.

ISBN 5-86465-204-0

Настоящее пособие адресовано студентам биологического факультета, дневной формы обучения. В нем рассмотрены некоторые общие вопросы аналитической химии, приведены варианты классификаций методов анализа.

Для использования в лабораторном практикуме выбраны химические методы анализа. Выполняемые работы позволяют студентам познакомиться с основными приёмами, используемыми при проведении идентификации компонентов смесей и их количественном определении.

Пособие предназначено для студентов биологического факультета (дневной и вечерней форм обучения), изучающих дисциплину «Аналитическая химия», а также для студентов биологического факультета, занимающихся изучением объектов окружающей среды.

В подборе материала для лабораторных работ принимала участие студентка СамГУ Ю.А.Леонтьева.

ББК 24.4

Рецензент д-р хим. наук, проф. Л.Б.Сережкина

ISBN 5-86465-204-0

© Лобачев А.Л., Лобачева И.В..

Ревинская Е.В., 2001

©Изд-во«Самарский университет»,2001

Редактор Н.А.Волынкина
Компьютерная верстка, макет А.Л.Лобачев

ЛР № 020316 от 04.12.96. Подписано в печать 09.04.2001. Формат 60x84/16. Бумага офсетная. Усл. печ. л. 2,6, уч.-изд. л. 2,75. Тираж 150 экз. Заказ №6V<2
Издательство «Самарский университет», 443011, Самара, ул.Акад. Павлова, 1.
УОП СамГУ, ПЛД №67-43 от 19.02.98.

ВВЕДЕНИЕ

Аналитическая химия - наука о методах идентификации и определения относительных количеств одного или нескольких компонентов в пробе исследуемого вещества. Процесс идентификации веществ называется качественным анализом; определение количественного состава вещества - количественным анализом.

Методы анализа принято классифицировать по различным признакам.

Так, если в основе определения лежит только химическая реакция - говорят о **химических** методах анализа. Химическая реакция, положенная в основу определения, должна удовлетворять ряду требований. В ходе её должно образовываться окрашенное (или малодиссоциированное) соединение; выпадать осадок; выделяться газ. Реакция должна протекать строго в соответствии со своей стехиометрией, по возможности быстро. Основными недостатками химического метода анализа являются следующие: 1) необходимость отделения определяемого компонента от других, мешающих определению; 2) большой объем пробы при определении малых количеств примесей (менее 10^{12} %), содержащихся в анализируемом веществе.

Другой группой методов анализа являются **физические** методы анализа, основанные на измерении какой-либо физической характеристики анализируемого вещества. Химическая реакция при этом не протекает. К физическим методам анализа относятся: спектральный качественный анализ спектров испускания элементов; люминесцентный анализ; рентгеноструктурный анализ; масс-спектрометрический анализ и т.д. Эти методы лишены недостатков, присущих химическим методам, однако требуют дорогостоящего оборудования.

Промежуточное положение между химическими и физическими методами занимают **физико-химические** методы анализа, в основу которых положена какая-либо химическая реакция, а контроль за ее протеканием осуществляется по изменению физического свойства. Данная группа методов чаще используется в количественном анализе. К физико-химическим методам анализа относятся электрохимические методы (электровесовой анализ, кондуктометрия, полярография, кулонометрия), оптические методы (спектрофотометрия, турбидиметрия, нефелометрия), хроматографические, радиометрические методы и т. д.

В практике определения проводят также деление всех методов анали-

за в зависимости от количества анализируемого вещества, объемов растворов, используемых для определения, и техники выполнения эксперимента на **макро-, полумикро- и микрометоды**. В макрометодах используют более 0,1 г вещества и на определение затрачивается более 1 мл реактива; в микрометодах анализа объем пробы составляет 10^{-3} г; полумикрометоды анализа занимают промежуточное положение. При анализе очень незначительных количеств веществ ($10^{-6} - 10^{-12}$ г) используют ультрамикрометоды анализа и специальное оборудование.

Выбор метода анализа определяется прежде всего его задачами: перечнем анализируемых компонентов, необходимой чувствительностью, селективностью и экспрессностью. Так, для исследования объектов органической природы удобно использовать элементный анализ, если требуется получить информацию о перечне входящих в состав объекта элементов и их количестве. Для определения принадлежности соединения к тому или иному классу проводят функциональный анализ, позволяющий обнаружить наличие различных функциональных групп - карбоксильной, спиртовой, фенольной и т.д. Если необходимо установить, молекулы каких соединений входят в состав объекта, удобно использовать молекулярный анализ (например, хроматографию).

В рамках настоящего пособия будут рассмотрены химические методы качественного и количественного анализа веществ неорганической природы с использованием техники полумикроанализа. Поскольку объект имеет неорганическую природу, наиболее простой путь проведения анализа - представление объекта в виде совокупности анионов и катионов и разработка отдельной схемы определения катионов и анионов. Всё многообразие катионов на основании общности и различия их свойств может быть разделено на отдельные аналитические группы. Известно несколько аналитических классификаций катионов. Наиболее часто употреблявшаяся ранее классификация катионов была основана на особенностях их взаимодействия с H_2S , такой метод анализа катионов назывался сероводородным. При этом все многообразие катионов делится на 5 групп:

- 1) катионы, осаждаемые HCl : $AgCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2 , H_2WO_4 ;
- 2) катионы, осаждаемые H_2S при 0,5 pH: PbS , HgS , Bi_2S_3 , CuS , CdS , As_2S_3 (As_2S_5), Sb_2S_3 , (Sb_2S_5), SnS (SnS_2), Mo (VI);
- 3) катионы, осаждаемые H_2S в аммиачном растворе (pH > 9): сульфиды Co (II), Ni (II), Fe (II, III), Zn (II) и Mn (II). Гидроксиды Cr (III), Al (III) и Ti (IV); катионы, осаждаемые $(NH_4)_2CO_3$: $BaCO_3$, $SrCO_3$, $CaCO_3$; катионы, не имеющие общего группового осадителя: Mg (II), Na (I), K (I).

Недостатком сероводородного метода анализа является токсичность H_2S . С целью устранения этого недостатка была разработана другая группа методов анализа - бессероводородных. Эти методы анализа условно делят на две группы. Первая группа содержит то же деление ионов по аналитическим группам, что и в сероводородном методе, только ионы S^{2-} получают из других соединений, например, из CH_3COSH в ходе гидролиза.

В бессероводородных методах анализа второй группы соединения, образующие S^{2-} , совсем не применяются. Для выполнения практических работ мы далее будем использовать один из таких методов, называемый кислотно-щелочным. В этом методе анализа все катионы делятся на следующие группы:

- 1) катионы, не имеющие общего группового реагента: K^+ , Na^+ , NH_4^+ ;
- 2) катионы, осаждаемые HCl : Ag^+ , Pb^{2+} , $[\text{Hg}_2]^{2+}$;
- 3) катионы, осаждаемые H_2SO_4 : Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} ;
- 4) катионы, образующие с избытком NaOH растворимые соединения: Al (III), Cr (III), Zn (II), Sn (II, IV), As (III, V);
- 5) катионы, образующие гидроксиды с NaOH : Fe (II, III), Mn (II), Mg (II), Bi (III), Sb (III, IV);
- 6) катионы, образующие с избытком NH_4OH растворимые аммиакаты: Cu (II), Hg (II), Cd (II), Co (II), Ni (II).

В ряде случаев нумерация групп бывает иной, что не имеет существенного значения.

Реактивы, позволяющие отделить одну группу катионов от другой, называются **групповыми** (в нашем случае это HCl , H_2SO_4 , NaOH , NH_4OH). Для обнаружения среди группы катионов какого-либо одного катиона требуются реакции, обладающие, в отличие от групповых, совсем иными свойствами - специфичностью. **Специфическая** реакция - такая реакция, которая характерна только для определенного вида ионов или молекул и может быть использована для их обнаружения в присутствии других ионов (конечно, при соблюдении условий проведения реакции). Специфических реакций очень мало, чаще в практике анализа для обнаружения отдельных катионов приходится пользоваться селективными реакциями. **Селективные** реакции - реакции, характерные для близких по свойствам ионов. Иначе селективные реакции называют избирательными. Таким образом, анализ смеси катионов известного состава можно условно представить в виде ряда последовательных операций:

1. Действие на смесь всеми известными для данной классификации групповыми реагентами. Отсутствие или наличие осадка при действии группового реагента говорит, соответственно, об отсутствии или наличии в растворе группы катионов, осаждаемой этим групповым реагентом.

2. Каждую из обнаруженных групп катионов отделяют от остальной смеси путем разделения осадка и раствора (в осадке обычно содержатся катионы, отделяемые групповым реагентом, в растворе – все остальные катионы анализируемой смеси). Последовательно действуя всеми групповыми реагентами, отделяют все группы катионов.

3. Внутри каждой выделенной группы катионов проводят определение катионов с использованием специфических или селективных реакций. При отсутствии специфических или селективных реакций на катионы данной аналитической группы разрабатывается схема анализа, при которой смесь делится на растворы, содержащие 1 или 2 иона. Их определение уже не представляет сложностей.

Аналогично анализу катионов разрабатываются методы анализа смеси анионов (описаны ниже).

Используемые в химических методах анализа реакции могут выполняться сухим и мокрым путем. В первом случае исследуемое вещество и реагенты берутся в твердом состоянии и реакция чаще всего проводится путем их нагревания до высоких температур.

Во втором случае наблюдается взаимодействие исследуемого вещества и соответствующих реактивов в растворе.

К числу реакций, выполняемых сухим путем относятся:
реакции окрашивания пламени солями ряда металлов;
образование окрашенных перлов;
растирание порошков.

Ниже приведены примеры реакций, проводимых сухим путем.

I. Реакции в пламени. Такие реакции проводятся, если анализируемый объект предположительно является индивидуальным соединением. Для проведения реакции необходима чистая платиновая (или нихромовая) проволока, предварительно прокаленная в пламени горелки. Анализируемое соединение на проволоке вносится в пламя горелки, и по его окраске судят о наличии определенных ионов.

Ион	Окраска пламени
Na ⁺	желтая
Ca ²⁺	кирпично-красная
Sr ²⁺	карминово-красная
K ⁺	фиолетовая
Ba ²⁺	зелено-желтая
B, Си, Bi	зеленая
Pb, Sn, Sb, As	бледно-синяя
Li ⁺	малиново-красная

II. Образование окрашенных перлов. Чаще всего перлы получают с бурой или фосфорной солью. Получение перлов требует наличия некоторой практики, поскольку окраска образующегося перла определяется концентрацией испытуемого вещества. Недостатком этого типа реакций является изменение окраски перла при меняющейся температуре пламени, а также при переходе от окислительного пламени к восстановительному. Перл образуют в петле платиновой проволоки, последовательно плавя соль-носитель (бура или фосфат) и анализируемую соль. Ниже приведена окраска перлов с бурой для ряда ионов металлов в окислительном и восстановительном пламени.

Ион металла	Окислительное пламя	Восстановительное пламя
никель	красно-бурая	фиолетово-серая
кобальт	синяя	темно-синяя
железо	буровато-зеленая	зеленая
марганец	фиолетовая	бесцветная
хром	изумрудно-зеленая	желто-зеленая
медь	синяя	красно-бурая

III. Метод растирания порошков. Такой способ проведения реакций предполагает взаимодействие сухих веществ. Необходимым условием начала реакций является растирание смеси. Этот вариант проведения реакции удобно использовать при анализе индивидуальных соединений или смесей, содержащих не более двух-трех солей.

В рамках проводимого для студентов биологического факультета лабораторного практикума по аналитической химии используется кислотно-щелочная классификация катионов.

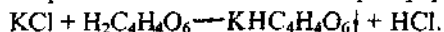
Далее приведены частные и групповые реакции катионов, а также некоторые схемы анализа их смесей.

КАТИОНЫ, НЕ ИМЕЮЩИЕ ГРУППОВОГО РЕАКТИВА

Здесь относятся катионы K^+ , Na^+ , NH_4^+ . Практически все соли этих катионов бесцветны и хорошо растворимы в воде.

Частные реакции катиона K^+

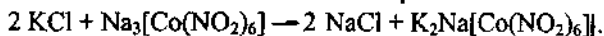
1. ВИННАЯ КИСЛОТА $H_2C_4H_4O_6$ выделяет из нейтральных растворов солей калия белый кристаллический осадок гидротартрата калия:



Условия протекания реакции: $pH = 7$ (CH_3COONa), высокая концентрация анализируемого раствора и реагента.

Проведение опыта: в пробирку взять 5 капель раствора соли калия, добавить 4 капли $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ и 3 капли CH_3COONa . Изучить отношение образовавшегося осадка к холодной и горячей воде, сильным кислотам и щелочам.

2. **ГЕКСАНИТРОКОБАЛЬТАТ (III) НАТРИЯ** $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ в нейтральном или уксуснокислом растворе солей калия дает желтый кристаллический осадок комплексной соли калия-натрия:



Условия протекания реакции: $\text{pH} = 3$; отсутствие иона NH_4^+ , образующего с реагентом осадок такой же формы и цвета, как ион K^+ , свежеприготовленный раствор реагента.

Проведение опыта: к 2 каплям соли калия добавить 2 капли раствора реагента. Образуется желтый осадок. Изучить отношение образовавшегося осадка к сильным кислотам и CH_3COOH .

Частные реакции катиона NH_4^+

1. **ЩЕЛОЧИ** разлагают соли аммония с выделением аммиака:



Условия протекания реакции: $\text{pH} > 9$, нагревание до 100°C . Обнаруживают NH_4^+ по запаху или при помощи влажной индикаторной бумаги.

Проведение опыта: в пробирку помещают 3 капли раствора соли NH_4^+ , добавляют несколько капель щелочи и нагревают содержимое пробирки. Выделяющийся аммиак может быть обнаружен: по запаху; по покраснению бесцветной фенолфталеиновой или по посинению красной лакмусовой бумаг, смоченных дистиллированной водой и внесенных в пары; по образованию "дыма" хлорида аммония при поднесении к пробирке стеклянной палочки, смоченной концентрированной HCl ; по почернению фильтровальной бумаги, смоченной раствором $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$.

2. **РЕАКТИВ НЕССЛЕРА** (смесь комплексной соли $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ и KOH) образует с растворами солей аммония красно-бурый осадок оксидимеркураммония иодистого:



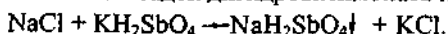
Условия протекания реакции: избыток реактива Несслера (ибо осадок растворим в солях аммония); отсутствие катионов, способных образовывать труднорастворимые окрашенные гидроксиды.

Маскирование мешающих ионов осуществляют раствором сегнетовой соли ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$).

Проведение опыта: к 1 капле раствора соли аммония добавляют 2 капли реактива Несслера. При этом образуется осадок красно-бурого цвета. Если в растворе присутствуют только следы NH_4^+ , раствор окрашивается в желтый цвет.

Частные реакции катиона Na^+

1. ДИГИДРОАНТИМОНАТ КАЛИЯ KH_2SbO_4 образует с катионами Na^+ белый кристаллический осадок дигидроантимоната натрия:

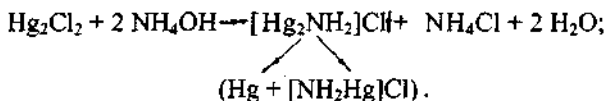


Условия протекания реакции: высокая концентрация соли натрия; нейтральная или слабощелочная среда (в кислой среде образуется аморфный осадок метасурьмяной кислоты HSbO_3); отсутствие солей аммония; охлаждение; потирание стеклянной палочкой стенок пробирки.

Проведение опыта: к 5-6 каплям раствора соли натрия добавить такой же объем дигидроантимоната калия.

ГРУППА СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ

К этой группе относятся катионы Ag^+ , Pb^{2+} и $[\text{Hg}_2]^{2+}$. Все они образуют с разбавленной HCl труднорастворимые в разбавленных кислотах осадки белого цвета: AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 . Концентрированной кислотой для осаждения пользоваться нельзя, так как могут образоваться растворимые комплексные соединения. Растворимость PbCl_2 в горячей воде, в отличие от остальных катионов данной группы, сильно возрастает, что позволяет отделить его от них путем перевода осадка в раствор при нагревании. Значительна и растворимость PbCl_2 в холодной воде, что приводит к его неизбежным потерям в процессе осаждения. Оставшаяся в растворе часть катионов Pb^{2+} в дальнейшем осаждается серной кислотой вместе с катионами группы серной кислоты. Разделение катионов Pb^{2+} и $[\text{Hg}_2]^{2+}$ проводят на основании их различного отношения к действию аммиака. При этом Hg_2Cl_2 образует хлорид димеркураммония, который разлагается на малорастворимый меркураммоний и металлическую ртуть, придающую осадку черный цвет:

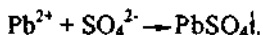


В отличие от ртути, хлорид серебра хорошо растворяется в избытке аммиака с образованием комплексной соли. Поскольку работа с драгоценными металлами в рамках общего практикума не проводится, частные реакции катиона Ag^+ не рассматриваются.

Частные реакции катиона Pb^{2+}

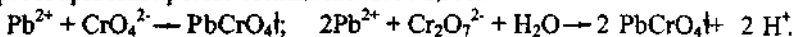
1. ЩЕЛОЧИ образуют с катионами Pb^{2+} амфотерный гидроксид $\text{Pb}(\text{OH})_2$.

2. СЕРНАЯ КИСЛОТА и РАСТВОРИМЫЕ СУЛЬФАТЫ осаждают PbSO_4 белого цвета:

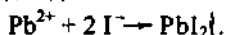


Сульфат свинца растворяется в концентрированной уксусной кислоте и в растворах едких щелочей при нагревании. Кислая среда повышает растворимость PbSO_4 .

3. ХРОМАТ И ДИХРОМАТ КАЛИЯ образуют с катионами Pb^{2+} малорастворимый хромат свинца желтого цвета:



4. ЙОДИД КАЛИЯ (КЙ) образует с ионами Pb^{2+} желтый осадок, называемый иногда "золотым дождем":

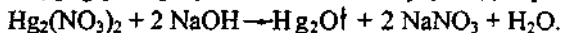


5. ДИТИЗОН образует с солями свинца внутрикомплексное соединение кирпично-красного цвета. Реакция отличается высокой чувствительностью (возможно открытие Pb^{2+} при низкой его концентрации).

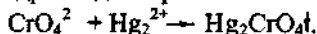
Частные реакции катиона $[\text{Hg}_2]^{2+}$

ПОМНИТЬ! СОЕДИНЕНИЯ РТУТИ ЯДОВИТЫ! РАБОТАТЬ С ПРЕДОСТОРОЖНОСТЯМИ!

1. ЩЕЛОЧИ с $[\text{Hg}_2]^{2+}$ образуют осадок оксида ртути (I) черного цвета:



2. ХРОМАТ КАЛИЯ K_2CrO_4 дает с катионами $[\text{Hg}_2]^{2+}$ красный осадок, не растворимый в гидроксидах и разбавленной азотной кислоте:



3. ДЕЙСТВИЕ ВОССТАНОВИТЕЛЕЙ, приводящее к образованию металлической ртути. В качестве восстановителей могут использоваться соли олова (II), медная пластинка (зачищенная медная монета).

Условия протекания реакции: отсутствие сильных окислителей, очищенная поверхность металла.

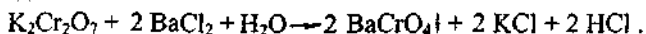
Проведение опыта: на поверхность металла помещают соль ртути, дают раствору постоять. Через некоторое время на поверхности медной пластинки появляется серое пятно металлической ртути.

ГРУППА СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

К этой группе катионов относятся ионы Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} . Все они образуют с разбавленной серной кислотой осадки белого цвета, мало меняющие растворимость при повышении температуры.

Частные реакции катиона Ba^{2+}

1. ДИХРОМАТ КАЛИЯ дает с катионами бария желтый кристаллический осадок:

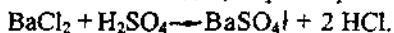


Образование осадка хромата бария объясняется меньшим значением его ПР.

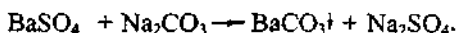
Условия протекания реакции: избыток ацетата натрия, необходимый для более полного перехода "дихромат – хромат" в сторону образования последнего. Протеканию реакции не мешают ионы Ca^{2+} и Sr^{2+} , что делает ее пригодной для отделения Ba^{2+} от Ca^{2+} и Sr^{2+} .

Проведение опыта: к 3 каплям соли бария добавить избыток CH_3COONa и 3 капли $K_2Cr_2O_7$. Наблюдается образование желтого осадка кристаллической структуры.

2. СЕРНАЯ КИСЛОТА и РАСТВОРИМЫЕ СУЛЬФАТЫ образуют с ионами Ba^{2+} белый кристаллический осадок, не растворяющийся в кислотах:



Нерастворимый осадок $BaSO_4$ переводят в $BaCO_3$, растворимый в CH_3COOH :



Для этого осадок $BaSO_4$ кипятят с раствором Na_2CO_3 , периодически заменяя последний (замену проводят не менее трех раз).

3. ГИПСОВАЯ ВОДА (насыщенный раствор $CaSO_4 \cdot 2H_2O$) при взаимодействии с ионами бария на холоду вызывает немедленное образование осадка $BaSO_4$.

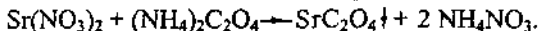
Частные реакции катиона Sr^{2+}

1. ГИПСОВАЯ ВОДА образует с ионами Sr^{2+} осадок $SrSO_4$.

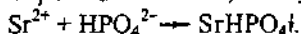
Условия протекания реакции: мешает присутствие катиона Ba^{2+} и других катионов, дающих труднорастворимые осадки с анионом SO_4^{2-} ; Образование осадка ускоряется нагреванием, осадок появляется через 10-15 минут.

Проведение опыта: к 4 каплям соли Sr (II) добавить 5-6 капель гипсовой воды, нагреть на водяной бане и наблюдать образование осадка.

2. ОКСАЛАТ АММОНИЯ $(NH_4)_2C_2O_4$ образует с ионом Sr^{2+} белый осадок

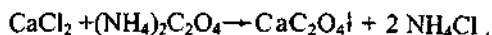


3. ГИДРОФОСФАТ НАТРИЯ Na_2HPO_4 при pH 5-6 образует с ионами стронция осадок, растворяющийся в HCl , HNO_3 , CH_3COOH :



Частные реакции катиона Ca^{2+}

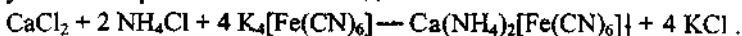
1. ОКСАЛАТ АММОНИЯ $(NH_4)_2C_2O_4$ образует с Ca^{2+} белый кристаллический осадок:



Условия протекания реакции: осаждение начинают при pH 5-6, а потом значение pH повышают до 7-8; катионы Ba^{2+} и Sr^{2+} мешают проведению реакции.

Проведение опыта: к 3 каплям раствора соли кальция добавить 1 каплю уксусной кислоты, 3 капли оксалата аммония и 1-2 капли раствора аммиака. Образуется белый кристаллический осадок, не растворяющийся в уксусной кислоте (оксалаты Ba^{2+} и Sr^{2+} незначительно растворяются в ней).

2. ГЕКСАЦИАНОФЕРАТ (II) КАЛИЯ $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ с ионами Ca^{2+} образует белый кристаллический осадок:



Возможно открытие кальция в присутствии стронция (он не образует осадка).

Условия протекания реакции: pH 9, отсутствие избытка иона бария, образующего осадок с гексацианоферратом (II).

Проведение опыта: к 3 каплям раствора соли кальция добавить по 1 капле NH_4Cl и NH_4OH , нагреть и по каплям добавить насыщенный раствор гексацианоферрата (II). Образуется белый кристаллический осадок.

АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I-III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Анализируемая смесь может быть без осадка. В этом случае задача упрощается. До начала анализа в отдельной пробе анализируемого раствора открывают ионы аммония, добавляя щелочь и нагревая.

После этого к исследуемому раствору последовательно добавляют HCl и H_2SO_4 (по несколько капель). Если при добавлении HCl образуется осадок, в растворе присутствуют ионы Ag^+ , Hg_2^{2+} и Pb^{2+} . Если осадок не образуется – в анализируемой смеси нет ионов Ag^+ и Hg_2^{2+} , но может находиться ион Pb^{2+} .

Наличие осадка при добавлении к исследуемому раствору H_2SO_4 говорит о присутствии ионов Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} . Отсутствие осадка – об отсутствии ионов Ba^{2+} и Sr^{2+} (но возможно наличие в растворе Ca^{2+}).

Таким образом, при анализе раствора, содержащего ионы I-III аналитических групп, даже при отсутствии процесса образования осадка с групповыми реагентами HCl и H_2SO_4 в смеси могут содержаться ионы Pb^{2+} и Ca^{2+} , т.к. PbCl_2 и CaSO_4 обладают достаточно высокой растворимостью.

Если анализируемая смесь уже содержит осадок, к ней добавляют групповые реагенты HCl и H_2SO_4 , добиваясь возможно полного образования осадка, а далее проводят последовательное разделение смеси нерастворимых соединений на отдельные группы. Схема разделения осадков приведена ниже.

Анализируемый раствор 10-15 капель.

добавить HCl, H₂SO₄
отделить осадок от раствора

Осадок 1

Hg₂Cl₂; PbCl₂; PbSO₄; BaSO₄; SrSO₄

Добавить H₂O, нагреть

Осадок 2

Hg₂Cl₂; PbSO₄;
SrSO₄; BaSO₄

**Добавить 30%
CH₃COONa,
нагреть до кипения**

Осадок 3

Hg₂Cl₂; BaSO₄;
SrSO₄

Добавить NH₃ (конц.)

Если осадок чернеет, в растворе присутствует Hg₂²⁺
При наличии Hg (черный или серый налет на осадке),
ее удаляют, окисляя бромной водой при кипячении
(до получения неокрашенного осадка). Раствор,
содержащий Hg²⁺, отбрасывают.

Осадок 4

BaSO₄, SrSO₄ переводят в карбонаты кипячением с
Na₂CO₃(насыщ.), многократно меняя раствор над
осадком на новые порции Na₂CO₃. Раствор отбрасывают.

Осадок 5

BaCO₃, SrCO₃. Проводят частичное растворение осадка
в CH₃COOH при нагревании. Отделяют раствор над
осадком, содержащий Ba²⁺ и Sr²⁺.

- 1) Открывают Ba²⁺: в среде CH₃COONa осаждают BaCrO₄
раствором K₂Cr₂O₇. K₂Cr₂O₇ добавляют до появления
над осадком его избытка. Осадок BaCrO₄ отбрасывают.
В растворе над осадком открывают Sr²⁺.
- 2) Обнаружение Sr²⁺: добавляют 6N NH₃, раствор нагревают
до кипения и осаждают Sr₃(PO₄)₂, добавляя (NH₄)₂HPO₄.
Осаждают SrSO₄, добавляя (NH₄)₂SO₄.

Раствор 1

Анализируют
отдельно

Раствор 2

Pb²⁺

Открывают:

- 1) кристаллизацией PbCl₂
при охлаждении;
- 2) реакцией с
K₂CrO₄ или H₂SO₄

Раствор 3

Pb²⁺, отбросить

Схема анализа раствора 1

Раствор 1

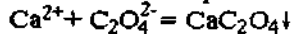
NH_4^+ , K^+ , Na^+ , Ca^{2+}

1) Открытие Ca^{2+}

К раствору 1 добавляют этиловый спирт (равный объем), образуется осадок CaSO_4 .

Наличие Ca^{2+} можно подтвердить, растворяя CaSO_4 в H_2O .

В растворе над осадком Ca^{2+} открывают ионом $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$:



2) Отделение NH_4^+

Раствор, отделенный от CaSO_4 , упаривают досуха и прокаливают до прекращения выделения белого дыма.

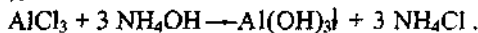
3) К сухому остатку добавляют H_2O и CH_3COOH и открывают в отдельных порциях K^+ и Na^+ .

ЧЕТВЕРТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

К этой группе относятся катионы Zn (II), Al (III), Cr (III), Sn (II, IV), As (III, V). Групповым реагентом для них является едкая щелочь (в избытке). Все катионы образуют амфотерные гидроксиды, растворимые в избытке щелочи.

Частные реакции катиона Al^{3+}

1. АММИАК (NH_4OH) осаждает катионы Al^{3+} в виде белого студенистого осадка $\text{Al}(\text{OH})_3$:



Условия протекания реакции: присутствие солей аммония; если алюминий присутствует в растворе в виде алюмината, то его нужно предварительно разрушить минеральной кислотой.

Проведение опыта: к 3 каплям раствора соли алюминия прибавить 3 капли раствора NH_4OH и кристаллик NH_4Cl . Выпадает белый студенистый осадок.

2. АЛЮМИНОН образует с катионами Al^{3+} внутрикомплексное соединение красного цвета.

Условия протекания реакции: pH 8,5-9,5; проведению реакции мешают катионы железа (III), висмута (III), меди (II).

Проведение опыта: 5 капель испытуемого раствора, 3 капли 2N CH_3COOH и 5 капель алюминона. Пробирку со смесью нагреть на водяной бане, раствор перемешать, добавить аммиак до щелочной реакции, а потом

2Н раствор: Na_2CO_3 . Наблюдается образование красного осадка или покраснение раствора (при его малой концентрации).

3. АЛИЗАРИН образует с гидроксидом алюминия труднорастворимое соединение красного цвета, называемое алюминиевым лаком.

Условия протекания реакции: аммиачная среда; определению мешают ионы хрома (III, VI), цинка (II), олова (II), железа (III).

Проведение опыта: на фильтровальную бумагу нанести 2 капли AlCl_3 и подержать полоску 1-2 минуты над склянкой с концентрированным аммиаком. При этом образуется гидроксид алюминия. На полученное влажное пятно поместить каплю спиртового раствора ализарина и снова подержать полоску в парах аммиака. При этом ализарин окрашивается в красно-фиолетовый цвет, т.к. образуется ализаринат аммония. Для разрушения этой мешающей окраски бумага осторожно подсушивается над пламенем горелки или плиткой. Окраска бумаги становится бледно-желтой, а пятно ализаринового лака приобретает розово-красный цвет.

4. 8-ОКСИХИНОЛИН с солями алюминия образует зеленовато-желтый кристаллический осадок оксихинолина алюминия.

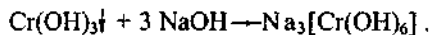
Условия протекания реакции: $\text{pH} = 5$, присутствие ацетатного буфера.

Проведение опыта: 1 капля раствора соли алюминия, 3 капли CH_3COONa , 2-3 капли 8-оксихинолина. Образующийся осадок растворим в минеральных кислотах.

Частные реакции катиона Cr^{3+}

1. АММИАК образует с катионами Cr^{3+} осадок гидроксида хрома серо-зеленого цвета.

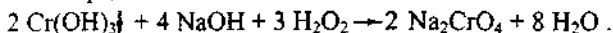
2. ГИДРОКСИД НАТРИЯ дает с Cr^{3+} осадок гидроксида хрома, растворяющийся в избытке щелочи с образованием ярко-зеленого комплексного соединения:



При нагревании идет процесс гидролиза с образованием гидроксида хрома.

Проведение опыта: к 3-4 каплям соли хрома добавляют NaOH (по каплям до образования осадка). К осадку добавляют избыток щелочи до его исчезновения. Полученный раствор нагревают и вновь наблюдают образование гидроксида хрома.

3. РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ КАТИОНА Cr^{3+} приводят к образованию в щелочной среде аниона CrO_4^{2-} :



Условия протекания реакции: щелочная среда, после образования Na_2CrO_4 действием дополнительного количества перекиси в кислой среде можно добиться образования кислоты H_2CrO_6 .

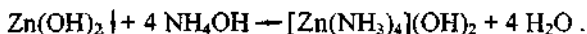
Проведение опыта: 4 капли раствора соли хрома (III), 3 капли H_2O_2 , 4 капли NaOH . Нагреть смесь 3-4 минуты. В присутствии CrO_4^{2-} раствор над осадком окрасится в желтый цвет. Отделить после охлаждения фильтрат от осадка и к фильтрату добавить HNO_3 до появления оранжевой окраски, прилить 6-8 капель смеси эфира с изоамиловым спиртом и 2-3 капли H_2O_2 . Смесь перемешать. Появление интенсивно синей окраски верхнего слоя указывает на образование надхромовой кислоты $\text{H}_2\text{CrO}_6(\text{CrO}_5)$.

В качестве окислителей может также использоваться KMnO_4 или $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ в кислой среде.

Примечание: реакция образования перекиси хрома CrO_5 очень чувствительна и селективна (позволяет открыть катион Cr^{3+} в присутствии катионов всех аналитических групп).

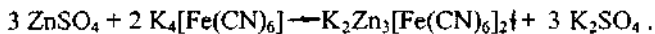
Частные реакции катиона Zn^{2+}

1. АММИАК NH_4OH с катионами Zn^{2+} образует белый осадок гидроксида $\text{Zn}(\text{OH})_2$, растворимый в избытке аммиака с образованием комплексного соединения:



Гидроксид цинка обладает довольно высокой растворимостью, повышающейся в присутствии солей аммония.

2. ГЕКСАЦИАНОФЕРАТ (II) КАЛИЯ $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ образует с катионами Zn^{2+} белый осадок двойной соли:



Реакция позволяет отличить Zn^{2+} от Al^{3+} , не образующего осадок.

3. ДИТИЗОН (раствор в CHCl_3 или CCl_4) образует с катионом Zn^{2+} соединение красного цвета.

Условия протекания реакции: щелочная среда, возможность открытия в присутствии других катионов (окрашивание только слоя растворителя еще не говорит о присутствии в растворе соли Zn^{2+}).

Проведение опыта: 2 капли соли цинка, 5 капель 2Н раствора NaOH , 2-3- капли дитизона. При наличии Zn^{2+} водный раствор приобретает розовую или красную окраску. При отсутствии цинка можно наблюдать появление желтой окраски, вызванной образованием дитизоната натрия.

Частные реакции катиона Sn^{2+}

1. ВОССТАНОВЛЕНИЕ КАТИОНОМ Sn (II) СОЛЕЙ ВИСМУТА И РТУТИ (II).

К растворам соли олова (II) добавляют 6 капель 2Н NaOH (если осадок не растворился окончательно, отделить его) и соль висмута или ртути.

При наличии в растворе катиона $\text{Sn}(\text{II})$ выпадает черный осадок висмута или ртути. Если в растворе присутствуют катионы сурьмы (III), то

определение проводят в присутствии анилина. На полоску фильтровальной бумаги нанести соль висмута, высушить, поместить туда же каплю исследуемого раствора и затем каплю анилина $C_6H_5NH_2$.

При наличии в растворе катиона Sn^{2+} через некоторое время на бумаге появится черное пятно. Этой реакцией можно пользоваться и в присутствии катионов других аналитических групп.

Частные реакции катиона Sn (IV)

1. МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ МАГНИЙ И МЕТАЛЛИЧЕСКОЕ ЖЕЛЕЗО восстанавливают Sn^{4+} до Sn^{2+} .

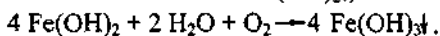
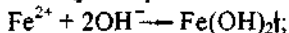
Проведение опыта: нагреть 5 капель $SnCl_4$ с 2 каплями конц. HCl и стружкой металла. Добавить к полученному раствору 8 капель 2N NaOH, отделить осадок. Центрифугат перенести в пробирку и добавить 2 капли раствора нитрата висмута. При наличии в растворе Sn (IV) (а потом Sn (II)) выпадает черный осадок висмута.

ПЯТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА КАТИОНОВ

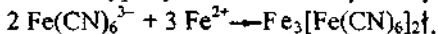
К этой группе относятся катионы Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{3+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} . Гидроксиды этих элементов не обладают амфотерностью и не растворяются в избытке щелочи.

Частные реакции катиона Fe^{2+}

1. ЩЕЛОЧИ осаждают катион Fe^{2+} в виде гидроксида $Fe(OH)_2$ белого цвета, приобретающего на воздухе серо-зеленый цвет:



2. ГЕКСАЦИАНОФЕРАТ (III) КАЛИЯ $K_3[Fe(CN)_6]$ образует с катионами Fe^{2+} синий осадок турнбулевой сини, не растворимый в кислотах:



Условия протекания реакции: pH=3; отсутствие OH^- ионов, вызывающих разложение реагента; реакция селективна в рамках своей группы.

Проведение опыта: 3 капли раствора соли железа (II) смешивают с 5 каплями H_2O и 2 каплями реагента. Наблюдают образование осадка. Проверьте его отношение к кислотам и щелочам.

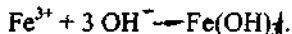
3. ДИМЕТИЛГЛИОКСИМ (реактив Чугаева) образует с катионами Fe^{2+} внутрикомплексное соединение карминно-красного цвета.

Условия протекания реакции: pH = 9; мешающее действие оказывают катионы марганца и никеля.

Проведение опыта: на предметное стекло поместить каплю анализируемого раствора, каплю реактива Чугаева и аммиака. В присутствии катиона Fe^{2+} раствор окрашивается в карминно-красный цвет.

Частные реакции катиона Fe^{3+}

1. ЩЕЛОЧИ образуют с катионами Fe^{3+} красно-бурый осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$, не растворимый в избытке щелочи (отличие от гидроксидов хрома и алюминия) и NH_4Cl :



Проведение опыта: $\text{pH} > 7$; 3 капли раствора соли разбавляют 3 каплями дистиллированной воды и добавляют 3 капли щелочи.

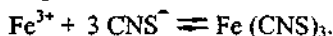
Исследуйте отношение осадка к HCl и хлориду аммония.

2. ГЕКСАЦИАНОФЕРАТ (II) КАЛИЯ $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ образует с катионами железа (III) темно-синий осадок берлинской лазури.

Условия протекания реакции: $\text{pH} < 3$, отсутствие избытка реагента, который может привести к образованию растворимой формы берлинской лазури.

Проведение опыта: смешивают 2 капли соли железа (III), 3 капли дистиллированной воды, 1 каплю HCl , 2 капли реагента. Образуется синий осадок или наблюдается окрашивание (при малой концентрации соли железа).

3. РОДАНИД АММОНИЯ NH_4CNS образует с катионами Fe^{3+} кроваво-красное соединение (роданид железа):



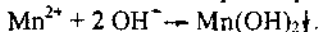
Условия проведения реакции: $\text{pH} < 3$; использование концентрированных растворов роданида.

Проведение опыта: 3 капли раствора соли железа добавляют к 2 каплям раствора роданида.

Частные реакции катиона Mn^{2+}

Растворы солей марганца имеют бледно-розовую окраску.

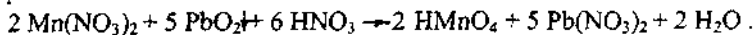
1. ЩЕЛОЧИ осаждают катионы Mn^{2+} с образованием белого осадка гидроксида, растворимого в кислотах и не растворяющегося в щелочах:



Условия протекания реакции: $\text{pH} 9-10$, контакт осадка с кислородом воздуха вызывает его потемнение (переход катиона Mn^{2+} в Mn^{4+}).

Проведение опыта: смешать 3 капли раствора соли, 3 капли H_2O , 4 капли щелочи. Наблюдайте отношение осадка к кислотам и щелочам.

2. ОКИСЛЕНИЕ Mn^{2+} в анион MnO_4^- диоксидом свинца PbO_2 и персульфатом аммония:



Условия протекания реакции: $\text{pH} < 2$; хлориды марганца не подходят для проведения реакции, PbO_2 не должен иметь примесей Mn^{2+} , слабое нагревание способствует протеканию реакции вправо.

Проведение опыта: в пробирку помещается PbO_2 , 5 капль HNO_3 , все нагревается (показателем чистоты PbO_2 является отсутствие розовой окраски). В пробирку добавляют несколько капль разбавленного раствора Mn^{2+} . Перемешивают. Наблюдают появление характерной окраски перманганат-иона. Реакция перевода Mn^{2+} в MnO_4^- селективна (позволяет открыть катион Mn^{2+} в присутствии катионов всех аналитических групп).

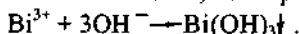
Частные реакции катиона Bi^{3+}

1. ГИДРОЛИЗ - одна из самых важных реакций на висмут:



Образовавшаяся соль неустойчива, отщепляет молекулу H_2O , образуя хлорид висмута BiOCl .

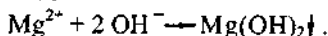
2. ЩЕЛОЧИ образуют с катионом Bi^{3+} белый осадок гидроксида висмута $\text{Bi}(\text{OH})_3$, растворимый в кислотах, но не растворимый в щелочах:



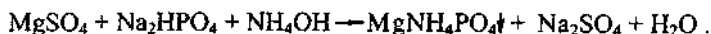
3. СТАННИТЫ восстанавливают висмут до металлического состояния (см. Частные реакции катиона Sn^{2+}).

Частные реакции катиона Mg^{2+}

1. ЩЕЛОЧИ образуют с ионами магния белый осадок, растворимый в кислотах и солях аммония:



2. ГИДРОФОСФАТ НАТРИЯ Na_2HPO_4 дает с Mg^{2+} в присутствии аммиака и хлорида аммония белый кристаллический осадок фосфата магния-аммония:

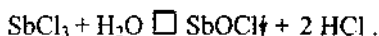


Условия протекания реакции: $\text{pH} = 8$; избыток NH_4^+ мешает образованию осадка; катионы всех аналитических групп, кроме первой, могут мешать реакции.

Проведение опыта: смешать 3 капли раствора соли магния, 4 капли 2N HCl и 3 капли гидрофосфата натрия. После этого к раствору по каплям добавить 2N аммиак до образования белого осадка MgNH_4PO_4 .

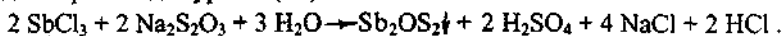
Частные реакции катиона Sb^{3+}

- 1 • ГИДРОЛИЗ. Соли сурьмы (III) гидролизуются даже в достаточно кислых средах.



Гидролизу сурьмы препятствует связывание ее винной кислотой (это отличает сурьму от висмута, т.к. последний гидролизуеться и в присутствии винной кислоты).

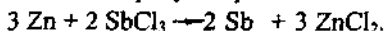
2. ТИОСУЛЬФАТ НАТРИЯ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ дает с катионами Sb^{3+} красный осадок серооксида сурьмы (III):



Условия протекания реакции: избыток серной кислоты разлагает реактив; реакцию проводят при нагревании; катионы Bi^{3+} , Cu^{2+} , Hg^{2+} и др., образующие труднорастворимые сульфиды, мешают проведению реакции.

Проведение опыта: 2 капли раствора сурьмы (III), 5-6 капель воды, кристаллик тиосульфата, нагревание. Наблюдайте образование осадка.

3. ВОССТАНОВЛЕНИЕ Sb^{3+} до металлической сурьмы можно произвести металлами, стоящими в ряду напряжений левее сурьмы:



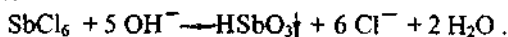
Условия протекания реакции: pH 1-2, отсутствие сильных окислителей; почернение металла наблюдается через 2-3 минуты.

Проведение опыта: на зачищенную металлическую пластинку наносят каплю раствора, подкисленную HCl. Наблюдают за изменениями.

Частные реакции катиона Sb^{5+}

1. ГИДРОЛИЗ. При разбавлении растворов солей сурьмы (V) водой образуется осадок белого цвета, растворимый в соляной кислоте.

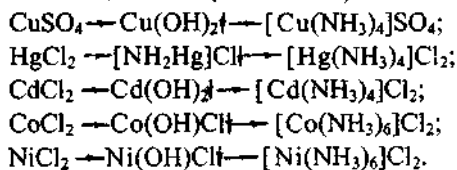
2. ЩЕЛОЧИ и АММИАК дают с Sb(V) белый осадок метасурьмяной кислоты:



3. МЕТАЛЛЫ - цинк, олово, магний, железо - действуют так же, как в случае с сурьмой (III).

ШЕСТАЯ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ГРУППА

К этой группе относятся катионы Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} . Групповым реагентом на эти катионы является гидроксид аммония (NH_4OH), взятый в избытке. Все названные катионы в первый момент образуют с аммиаком нерастворимые гидроксиды, а при добавлении избытка его - растворимые комплексные соединения (аммиакаты):



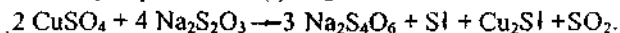
Образование аммиаката ртути (II) и кобальта происходит при нагревании и добавлении к смеси солей хлорида аммония. Растворы аммиакатов довольно устойчивы (за исключением аммиакатов кобальта).

Частные реакции катиона Cu^{2+}

1. АММИАК, взятый в некотором избытке, дает с Cu^{2+} аммиакат меди, имеющий сине-фиолетовую окраску.

Проведение опыта: в фарфоровую чашку поместить 5 капель раствора соли меди, осторожно выпарить досуха, охладить и на периферийную часть пятна нанести каплю концентрированного раствора аммиака. Наблюдайте появление интенсивной сине-фиолетовой окраски.

2. ТИОСУЛЬФАТ НАТРИЯ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ образует с катионами Cu^{2+} темно-бурый осадок сульфида меди (I) Cu_2S :



Условия протекания реакции: присутствие серной кислоты, нагревание; отсутствие азотной кислоты, окисляющей тиосульфат; избыток тиосульфата.

Проведение опыта: 3 капли соли меди, 5 капель H_2O , 3 капли серной кислоты и 3 кристаллика тиосульфата. Сначала наблюдается обесцвечивание раствора, потом, при перемешивании и нагревании, образуется бурый осадок сульфида меди (I). Эта реакция может быть использована для отделения меди от кадмия (в кислой среде он не осаждается тиосульфатом) и ртути (сульфид меди растворяется в азотной кислоте, а сульфид ртути нет).

3. МЕТАЛЛЫ (АЛЮМИНИЙ, ЖЕЛЕЗО, ЦИНК) восстанавливают катион Cu^{2+} до свободного металла.

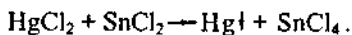
Условия протекания реакции: pH 1 - 2, отсутствие азотной кислоты.

Проведение опыта: на обезжиренную и зачищенную металлическую пластинку нанести каплю раствора соли меди, подкисленного серной кислотой. Через некоторое время появится пятно меди.

Частные реакции катиона Hg^{2+}

1. ТИОСУЛЬФАТ (и сероводород) в кислой среде при нагревании образуют с солями Hg^{2+} черный сульфид HgS , не растворяющийся в разбавленной азотной кислоте.

2. ХЛОРИД ОЛОВА (II) восстанавливает катион Hg^{2+} до металлической ртути:



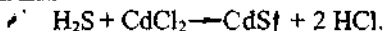
Условия протекания реакции: pH = 5, свежеприготовленный раствор хлорида олова, отсутствие сильных окислителей.

Проведение опыта: к 3 каплям раствора хлорида олова добавить 2 капли хлорида ртути. Образуется белый осадок каломели Hg_2Cl_2 , который в избытке реактива сереет, восстанавливаясь до металлической ртути.

3. ВОССТАНОВЛЕНИЕ МЕДЬЮ. Протеканию этой реакции мешают катионы Ag^+ , Bi^{3+} , $[\text{Hg}]^{2+}$, Sb^{3+} .

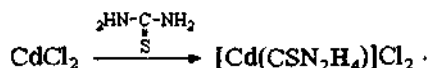
Частные реакции катиона Cd^{2+}

1. СЕРОВОДОРОД с катионами кадмия дает желтый осадок сульфида:



Условия протекания реакции: уксуснокислая среда, отсутствие окислителей.

2. ТИОМОЧЕВИНА образует с солями кадмия легкорастворимые комплексные соли



Полученные комплексные соединения легко разлагаются сероводородом даже при избытке тиомочевина.

Проведение опыта: 4 капли соли кадмия, 4 кристаллика тиомочевина перемешать, дать постоять 2-3 минуты, а затем добавить сероводородной воды. Наблюдать образование желто-оранжевого осадка. Эта реакция позволяет открывать Cd^{2+} в присутствии ионов Cu^{2+} , образуя прочный комплекс с тиомочевинной.

Частные реакции катиона Co^{2+}

Соли кобальта окрашены в растворах в розово-фиолетовый цвет.

1. РОДАНИД образует с катионами кобальта комплексную соль красивого сине-голубого цвета:



Условия протекания реакции: большой избыток роданида; присутствие изоамилового спирта, поскольку в водном растворе комплексный ион неустойчив; сильное мешающее действие катиона железа (III).

Проведение опыта: 3 капли раствора соли кобальта (II), 10 капель смеси эфира с изоамиловым спиртом и 6-7 капель роданида тщательно взболтать. Кольцо растворителя окрашивается в синий цвет.

2. РЕАКТИВ ИЛЬИНСКОГО (α -нитрозо- β -нафтол) окисляет Co(II) до Co(III) с одновременным образованием осадка красно-бурого цвета.

Условия протекания реакции: уксуснокислая среда, нагревание. Сильное мешающее действие оказывает катион железа (III).

Проведение опыта: 3 капли раствора соли кобальта (II), 2 капли уксусной кислоты, 3 капли реактива Ильинского. Все нагреть, наблюдать появление осадка.

3. НИТРИТ КАЛИЯ KNO_2 с солью Co^{2+} образует осадок комплексной соли $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

Условия протекания реакции: достаточная концентрация соли кобаль-

та, подкисление раствора уксусной кислотой. Реакция может использоваться для разделения кобальта и никеля.

Частные реакции катиона Ni^{2+}

1. РЕАКТИВ ЧУГАЕВА (диметилглиоксим) образует с ионами никеля характерный ало-красный осадок внутримолекулярной соли: $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$.

Условия протекания реакции: pH 6 – 9, отсутствие Fe (II), Cu (II), Co (II).

Проведение опыта: 2 капли раствора соли никеля, 2 капли конц. раствора аммиака, 2 капли диметилглиоксима. Наблюдайте появление осадка.

2. ГИДРОФОСФАТ НАТРИЯ Na_2HPO_4 образует зеленый осадок $Ni_3(PO_4)_2$, растворимый в кислотах, аммиаке, но не растворимый в едких щелочах.

АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ IV-VI АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Анализ начинают с предварительных наблюдений и испытаний. По цвету раствора можно сделать вывод о наличии или отсутствии катионов Cr^{3+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} .

Низкое значение pH раствора может быть обусловлено присутствием сильно гидролизующихся солей висмута, ртути, железа. Если анализируемый раствор имеет щелочную реакцию, могут присутствовать окрашенные аммиакаты.

1. Предварительные испытания

В отдельных порциях раствора открывают Fe (II и III) с помощью реакции образования турбулентной сини и берлинской лазури. Fe (III) Можно обнаружить также с помощью реакции с роданидом (крово-красное окрашивание).

Ион Mn^{2+} обнаруживают, окисляя его до MnO_4^- (в среде HNO_3 сухим $NaBiO_3$). Признак присутствия – малиновая окраска.

Ион Ni^{2+} обнаруживают, добавляя к 1-2 каплям анализируемого раствора 2-3 капли винной кислоты, 2 капли раствора диметилглиоксима (в спирте) и NH_3 до запаха. В присутствии Ni^{2+} образуется ало-красный осадок. Мешает ион Fe^{2+} , его окисляют до Fe^{3+} , нагревая с HNO_3 .

Для обнаружения Cr^{3+} к 3-4 каплям анализируемого раствора добавляют 3-5 капель 30%-ного раствора CH_3COOH , 3-5 капель раствора CH_3COONa , 12-15 капель 5%-ного раствора ЭДТА и нагревают. В присутствии Cr^{3+} появляется фиолетовая окраска.

2. Систематический анализ смеси катионов IV-VI аналитических групп (табл. 1).

Кислотно-щелочная схема анализа катионов IV-VI групп

Предварительные испытания и обнаружение Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{3+} , $Sb(III)$, $Sb(V)$.					
Добавление растворов $NaOH$ и H_2O_2					
Осадок II: гидроксиды и карбонаты V и VI групп. Обработка раствором HNO_3				Раствор II: $Al(OH)_4^-$, $Zn(OH)_4^{2-}$, CrO_4^{2-} , $Sn(OH)_6^{2-}$ Добавление NH_4Cl	
Раствор III: катионы IV и V групп. Добавление NH_3 , NH_4Cl , H_2O_2			Раствор IV: аммиакаты VI группы. Добавление $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$		Осадок: $HsbO_3$. Растворение в HCl .
Осадок III: $Fe_2O_3 \cdot xH_2O$, $BiOCl$, $MnO(OH)_2$. Обработка раствором HNO_3			Осадок: Cu_2S , HgS . Обработка раствором HNO_3		
Раствор: Al^{3+} , $SnCl_6^{2-}$			Раствор: AP^{3+} , $SnCl_6^{2-}$		Раствор: CrO_4^{2-} , $Zn(NH_3)_6^{2+}$. Обнаружение Zn^{2+} и CrO_4^{2-} .
Осадок: $MnO(OH)_2$. Растворение в HNO_3 и H_2O_2			Раствор: Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} . Обнаружение Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}		
Раствор: Mn^{2+} . Обнаружение Mn^{2+}		Осадок: HgS . Растворение в царской водке		Раствор: $SbCl_6^-$. Обнаружение $Sb(V)$.	
Раствор: Bi^{3+} , Fe^{3+} . Обнаружение Fe^{3+} и Bi^{3+}		Раствор: обнаружение Hg^{2+}		Раствор: $SbCl_6^-$. Обнаружение $Sb(V)$.	
Раствор: Cu^{2+} . Обнаружение Cu^{2+}		Раствор: обнаружение Cu^{2+}		Раствор: Sn .	
Раствор: Al^{3+} . Обнаружение Al^{3+}		Раствор: обнаружение Al^{3+}		Раствор: Al^{3+} . Обнаружение Al^{3+}	

АНАЛИЗ АНИОНОВ

Анализ анионов так же, как и анализ катионов, требует разработки определенного подхода. В основу классификации анионов может быть положено различие в окислительно-восстановительных свойствах; в отношении к ионам Ag^+ , Ba^{2+} , Ca^{2+} ; в способности образовывать газообразные вещества при действии кислот и т.д. Далее мы будем пользоваться классификацией анионов, основанной на различной растворимости солей бария и серебра.

I. Анионы, образующие осадок с ионами Ba^{2+} :

SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , BO_2^- , F^- , SiO_3^{2-} .

II. Анионы, образующие осадок с Ag^+ :

Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , NCS^- , IO_3^- .

III. Анионы, не дающие осадка с ионами Ba^{2+} и Ag^+ :

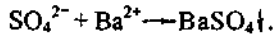
NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- , ClO_3^- .

Ниже будут описаны способы обнаружения и разделения не всех, а ряда из перечисленных выше анионов.

ПЕРВАЯ ГРУППА АНИОНОВ

Частные реакции аниона SO_4^{2-}

1. ХЛОРИД БАРИЯ BaCl_2 образует белый осадок, практически нерастворимый в кислотах:



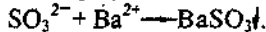
Можно открывать SO_4^{2-} в присутствии всех анионов, кроме $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ и смеси $\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{S}^{2-}$. В последнем случае при подкислении образуется белый осадок серы.

При анализе смеси анионы SO_4^{2-} осаждают $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$.

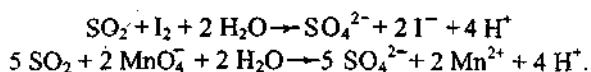
Проведение опыта: смешать 2-3 капли исследуемого раствора, 1-2 капли 2М HCl , 1-2 капли BaCl_2 . Наблюдать образование осадка, проверить его растворимость в кислотах, комплексе III.

Частные реакции анионов SO_3^{2-}

1. ХЛОРИД БАРИЯ BaCl_2 образует белый осадок, растворимый в кислотах:



2. МИНЕРАЛЬНЫЕ КИСЛОТЫ разлагают и растворимые, и не растворимые в воде сульфиты с выделением SO_2 (запах горячей серы). Оксид серы (IV) является восстановителем и обесцвечивает растворы KMnO_4 и I_2 :

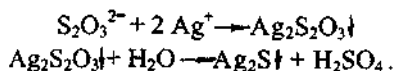


Мешают обнаружению $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ и S^{2-} .

Проведение опыта: смешать 2-3 капли исследуемого раствора, 2-3 капли 1М раствора H_2SO_4 и 1-2 капли разбавленного раствора KMnO_4 , нагреть. Наблюдать исчезновение окраски.

Частные реакции анионов $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

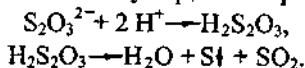
1. НИТРАТ СЕРЕБРА AgNO_3 образует с ионом $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ белый осадок $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$, быстро переходящий в Ag_2S (черный). Нагревание ускоряет процесс.



Проведение опыта: 2-3 капли раствора, содержащего $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, смешать с 3-5 каплями AgNO_3 (взять в избытке); нагреть, перемешать. Наблюдать образование белого осадка, желтеющего, буреющего, чернеющего.

Проверить растворимость его в разбавленной HNO_3 .

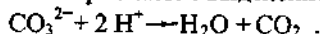
2. КИСЛОТЫ разлагают тиосульфаты с образованием серы:



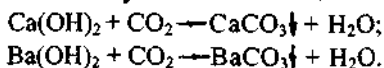
Можно обнаружить $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ в присутствии всех анионов. Не должны присутствовать одновременно SO_3^{2-} и S^{2-} .

Частные реакции анионов CO_3^{2-}

1. КИСЛОТЫ разлагают карбонаты с выделением CO_2 :



CO_2 обнаруживают по помутнению известковой или баритовой воды:

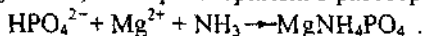


Мешают определению ионы SO_3^{2-} и $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$. Их предварительно окисляют H_2O_2 при нагревании до SO_4^{2-} .

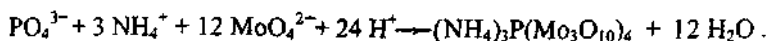
Проведение опыта: используют либо пробирку с газоотводной трубкой, либо специальный двухколенный сосуд.

Частные реакции анионов PO_4^{3-}

1. МАГНЕЗИАЛЬНАЯ СМЕСЬ (MgCl_2 , NH_4Cl , NH_3) с фосфат-ионом образует белый кристаллический осадок $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, растворимый в HCl и CH_3COOH , но не растворимый в растворах NH_3 :



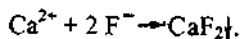
2. МОЛИБДЕНОВАЯ ЖИДКОСТЬ (раствор $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ в HNO_3) образует с PO_4^{3-} желтый кристаллический осадок 12-молибдат фосфат-аммония:



Проведение опыта: нагреть 1-2 капли исследуемого раствора, 5-6 капель молибденовой жидкости. Изучить отношение образовавшегося осадка к действию избытка реактива, щелочи, NH_3 .

Частные реакции анионов F^-

1. ХЛОРИД КАЛЬЦИЯ CaCl_2 образует с ионами F^- белый осадок CaF_2 , плохо растворимый в минеральных кислотах, не растворимый в CH_3COOH



Мешают ионы PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ и SO_3^{2-} .

Проведение опыта: 2-3 капли раствора, 3-4 капли CaCl_2 . Наблюдать образование осадка.

2. ЦИРКОНИЙ-АЛИЗАРИНОВЫЙ ЛАК в среде HCl разрушается под действием избытка ионов F^- .

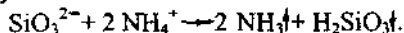
Проведение опыта: 1) к 1 капле ализарина добавить раствор соли Zr(IV) , перемешать. Образуется красно-фиолетовый осадок лака. Туда же добавить 5-6 капель раствора F^- . Осадок лака растворяется. Раствор приобретает зеленовато-желтую окраску;

2) полоску бумаги пропитывают цирконий-ализариновым лаком, смачивают 50 %-ным раствором (1 капля) CH_3COOH и на влажное пятно наносят каплю нейтрального раствора F^- . Появляется желтое пятно. При малой концентрации иона бумагу держат в парах кипящей воды (для ускорения процесса).

Частные реакции анионов SiO_3^{2-}

1. РАЗБАВЛЕННЫЕ КИСЛОТЫ при медленном добавлении выделяют белый гель состава $n\text{SiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$. Для полного осаждения кремниевых кислот раствор несколько раз выпаривают досуха с конц. HCl . При этом кремниевая кислота переходит в практически нерастворимое в кислотах состояние. Так можно открыть ион SiO_3^{2-} в присутствии всех анионов.

2. СОЛИ АММОНИЯ очень полно выделяют из растворов силикатов кремниевую кислоту:



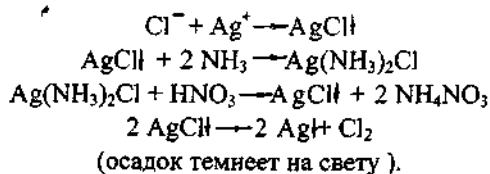
Не мешают другие анионы.

Проведение опыта: к 4-5 каплям раствора, содержащего силикат-ионы, добавить 3 капли NH_4Cl , нагреть. Наблюдать образование белого студенистого осадка.

ВТОРАЯ ГРУППА АНИОНОВ

Частные реакции анионов Cl^-

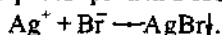
1. НИТРАТ СЕРЕБРА с ионом Cl^- образует белый творожистый осадок AgCl , нерастворимый в HNO_3 , но растворимый в NH_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, KCN , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



Проведение опыта: 2-3 капли раствора Cl^- , 2-3 капли AgNO_3 . Наблюдать образование осадка. Проверить действие на него вышеперечисленных реагентов.

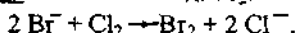
Частные реакции анионов Br^-

1. НИТРАТ СЕРЕБРА образует с ионом Br^- бледно-желтый осадок, не растворимый в HNO_3 , практически не растворимый в $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, мало растворимый в NH_3 , хорошо растворимый в KCN и $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

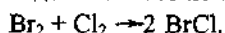


Проведение опыта: 2-3 капли исследуемого раствора, 2-3 капли раствора AgNO_3 . Наблюдать образование осадка. Окраска зависит от размера частиц образовавшегося осадка. Часто осадок получается белого цвета.

2. ХЛОРНАЯ ВОДА окисляет Br^- до Br_2 :



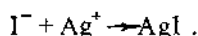
Наблюдается побурение раствора. При добавлении органического растворителя (CHCl_3 , CCl_4) Br_2 окрашивает органический слой в оранжевый цвет. Избыток хлорной воды вызывает исчезновение бурой окраски:



Проведение опыта: 1-2 капли раствора иона Br^- , 2-3 капли 1М раствора H_2SO_4 , 1-2 капли хлорной воды. Раствор буреет. Добавить несколько капель хлороформа (или CCl_4) и встряхнуть. Слой органического растворителя окрашивается в оранжевый цвет.

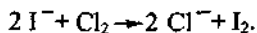
Частные реакции анионов I^-

1. НИТРАТ СЕРЕБРА AgNO_3 образует с I^- желтый осадок AgI , не растворимый в HNO_3 , NH_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, но хорошо растворимый в KCN и $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



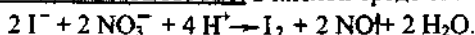
2. ХЛОРНАЯ ВОДА (водный раствор Cl_2) окисляет I^- до I_2 . При этом раствор буреет, а при введении крахмала синее. Органические рас-

творители (CHCl_3 , CCl_4) экстрагируют I_2 , окрашиваясь в фиолетово-розовый цвет:



Добавление избытка хлорной воды приводит к исчезновению окраски, поскольку I_2 переходит в IO_3^- .

3. **НИТРАТ КАЛИЯ (НАТРИЯ)** в кислой среде окисляет I^- до I_2 :



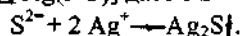
Мешают определению: SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, S^{2-} .

Проведение опыта: 1) на фильтровальную бумагу наносят по 1 капле растворов крахмала, 2М CH_3COOH , иодида и KNO_3 . Появляется синее пятно или кольцо;

2) на стеклянной пластинке 1-2 капли подкисленного раствора KI смешивают с каплей крахмала и с каплей раствора KNO_3 . Появляется синяя окраска.

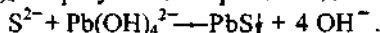
Частные реакции анионов S^{2-}

1. **НИТРАТ СЕРЕБРА** $\text{Ag}(\text{NO}_3)$ дает с S^{2-} черный осадок Ag_2S :

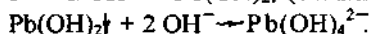
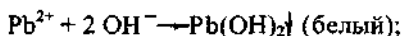


Проведение опыта: смешать 1-2 капли раствора, содержащего S^{2-} , 1-2 капли AgNO_3 . Наблюдать образование черного осадка. Изучить отношение осадка к NH_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и KCN , HNO_3 .

2. **ИОН $\text{Pb}(\text{OH})_4^{2-}$** образует с S^{2-} черный осадок:



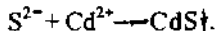
Раствор $\text{Pb}(\text{OH})_4^{2-}$ получают действием избытка NaOH на раствор соли свинца:



Проведение опыта: на фильтровальную бумагу наносят каплю раствора $\text{Pb}(\text{OH})_4^{2-}$ и на нее – каплю раствора, содержащего S^{2-} . Пятно становится черным или темно-бурым.

3. **РАЗБАВЛЕННЫЕ КИСЛОТЫ** (H_2SO_4 или HCl) разлагают сульфиды с выделением H_2S , обнаруживаемого по резкому запаху.

4. **СОЛИ КАДМИЯ** образуют с ионом S^{2-} желтый осадок. Этой реакции не мешают все остальные анионы:

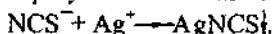


Осаждение CdS лучше вести малорастворимым CdCO_3 . В этом случае анион SO_3^{2-} остается в растворе.

Проведение опыта: смешать 1-2 капли раствора, содержащего S^{2-} и 1-2 капли раствора CdSO_4 , CdCl_2 или немного CdCO_3 . При использовании CdCO_3 белый осадок постепенно темнеет.

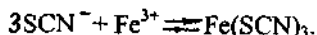
Частные реакции анионов NCS^-

1. НИТРАТ СЕРЕБРА образует с NCS^- белый осадок:



Проведение опыта: 2-3 капли раствора, содержащего анион NCS^- и 2-3 капли AgNO_3 . Изучить действие на образующийся осадок HNO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, NH_3 .

2. СОЛИ ЖЕЛЕЗА (III) образуют с тиоцианат-ионом комплексы кроваво-красного цвета $\text{Fe}(\text{NCS})_n^{3-n}$ ($n = 1 \div 6$). Образующиеся комплексы хорошо экстрагируют органические растворители (диэтиловый спирт, амилвый спирт).

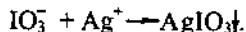


Мешают реакции все анионы, образующие с катионом Fe^{3+} комплексы ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, PO_4^{3-} , F^- , CH_3COO^-), винная, лимонная кислоты.

Проведение опыта: к 1-2 каплям раствора SCN^- добавить 1-2 капли 1М H_2SO_4 и 1-2 капли FeCl_3 . Если окраска раствора розовая – концентрация SCN^- мала.

Частные реакции анионов IO_3^-

1. НИТРАТ СЕРЕБРА AgNO_3 образует с ионом IO_3^- белый творожистый осадок:



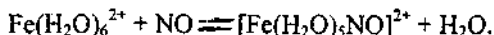
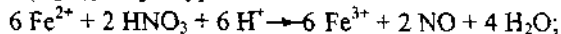
2. ТИОСУЛЬФАТ НАТРИЯ восстанавливает IO_3^- до I_2 , а при избытке $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ – до I^- .

Проведение опыта: 2-3 капли раствора IO_3^- , 1 капля 2М CH_3COOH , 1 капля крахмала, кристаллик $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Раствор синее.

ТРЕТЬЯ ГРУППА АНИОНОВ

Частные реакции аниона NO_3^-

1. СУЛЬФАТ ЖЕЛЕЗА (II) в присутствии концентрированной H_2SO_4 восстанавливает NO_3^- до NO , образующего с избытком Fe^{2+} комплексное соединение $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}]^{2+}$ бурого цвета:



Мешают реакции анионы NO_2^- , I^- , Br^- .

Проведение опыта: на стеклянную пластинку помещают каплю раствора, содержащего нитрат-ионы, кристаллик FeSO_4 и осторожно – каплю концентрированной H_2SO_4 . Стараясь не перемешивать раствор. Вокруг кристаллика появляется бурое окрашивание.

2. ДИФЕНИЛАМИН окисляется HNO_3 в дифенилбензидин (синий цвет). Мешают реакции все сильные окислители (NO_2^- , Cl^- , IO_3^- , MnO_4^- , ...).

Проведение опыта: на стеклянную пластинку помещают 2-3 капли раствора дифениламина в конц. H_2SO_4 и 1-2 капли раствора, содержащего NO_3^- -ионы. Появляется синяя окраска.

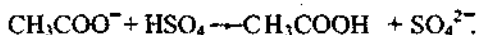
3. БЕНЗИДИН и 8-ОКСИХИНОЛИН в уксуснокислой среде ($\text{pH} = 3$) с ионом NO_3^- образуют соединение ярко-красного цвета. Может образоваться окрашенный осадок.

Мешает только I^- (при $\text{pH} < 3$).

Проведение опыта: 1 капля уксуснокислого раствора бензидина, 1 капля раствора, содержащего ионы NO_3^- , 2М раствор CH_3COOH до $\text{pH} = 3$, несколько капель этанольного или уксуснокислого раствора 8-оксихинолина и несколько капель раствора CH_3COONa до $\text{pH} = 5-7$. Наблюдать появление ярко-красной окраски или осадка.

Частные реакции анионов CH_3COO^-

1. ТВЕРДЫЙ KHSO_4 (или NaHSO_4) при растирании с твердыми ацетатами выделяет летучую CH_3COOH , которую можно обнаружить по запаху:



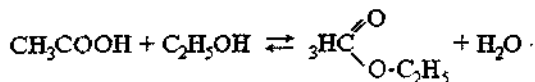
Мешают анионы Cl^- , Br^- , I^- , SO_3^{2-} и $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$.

Проведение опыта: в маленькую ступку помещают сухой остаток, полученный от выпаривания раствора, содержащего CH_3COO^- , твердый KHSO_4 или NaHSO_4 , растирают. Появляется запах уксусной кислоты.

2. ХЛОРИД ЖЕЛЕЗА (III) образует с ацетат-ионом в нейтральной среде растворимое в воде комплексное соединение красно-бурого цвета $\text{Fe}_3(\text{OH})_2(\text{CH}_3\text{COO})_6^-$.

Проведение опыта: 1-2 капли раствора, содержащего CH_3COO^- , 2-3 капли FeCl_3 . Наблюдать появление красно-бурой окраски. Мешают реакции анионы, дающие с ионами Fe^{3+} малорастворимые соединения (CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-} и др.).

3. ЭТАНОЛ в присутствии концентрированной H_2SO_4 образует с CH_3COOH уксусно-этиловый эфир, обладающий характерным приятным запахом:



Мешают ионы Cl^- , Br^- , I^- , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, S^{2-} , т.к. в их присутствии при действии конц. H_2SO_4 выделяются газы с резким запахом.

Проведение опыта: смешать несколько капель раствора, содержащего CH_3COO^- , 3-4 капли этанола, конц. H_2SO_4 , нагреть. Затем содержимое пробирки выливают в стакан с холодной водой. Появляется запах уксусно-этилового эфира.

АНАЛИЗ СМЕСИ АНИОНОВ

Предварительные испытания

1) *Определение pH раствора:* в кислой среде ($\text{pH} < 2,0$) отсутствуют CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, NO_3^- , S^{2-} ; не могут одновременно присутствовать I^- и NO_2^- , NCS^- и IO_3^- , NO_2^- и ClO_3^- ; в щелочной среде не могут одновременно находиться IO_3^- и S^{2-} .

2) *Проба на совместное присутствие окислителей и восстановителей.*

а) 2-3 капли анализируемого раствора смешивают с 2М CH_3COOH до кислой реакции. При наличии в растворе пары $\text{NO}_2^- - \text{I}^-$ или $\text{IO}_3^- - \text{I}^-$ выделяется йод (обнаруживается по посинению раствора крахмала).

б) к 2-3 каплям раствора добавляют 2М раствор HCl до кислой реакции. Если есть $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ или смесь SO_3^{2-} и S^{2-} , раствор медленно мутнеет.

3) *Проба на присутствие анионов-окислителей.*

Смешать 3-4 капли исследуемого раствора с 2М H_2SO_4 до кислой реакции. Добавить несколько капель хлороформа (CHCl_3) и 1-2 капли KI , встряхнуть. В присутствии анионов-окислителей органический слой окрашивается в розово-фиолетовый цвет.

4) *Проба на присутствие анионов-восстановителей.*

2-3 капли анализируемого раствора смешивают с 1 каплей 2М раствора NaOH и 1-2 каплями разбавленного раствора KMnO_4 . Смесь нагревают на водяной бане. В присутствии анионов-восстановителей SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, I^- , SCN^- выпадает бурый осадок. После обнаружения этих ионов к отдельной порции анализируемого вещества добавляют 2М раствор H_2SO_4 и 1-2 капли раствора I_2 . В присутствии SO_3^{2-} и $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ бурая окраска йода исчезает.

5) *Проба на выделение газов.*

Анализируемый раствор нагреть с 1-2 каплями 2М H_2SO_4 . В присутствии CO_3^{2-} , S^{2-} , SO_3^{2-} , NO_3^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ выделяется газ:

CO_2 – бесцветный газ, без запаха (вызывает помутнение известковой воды);

SO_2 – бесцветный газ с характерным запахом горячей серы, также вызывающий помутнение известковой воды;

H_2S – газ, с характерным запахом, вызывающий почернение свицовой бумаги;

NO_2 – бурый газ с резким запахом.

6) *Проба на присутствие анионов первой группы.*

Анализируемый раствор ($pH = 7-9$) смешивают с 1-3 каплями $BaCl_2$. В присутствии анионов I группы образуется осадок. ПОМНИТЬ: F^- , $S_2O_3^{2-}$ осаждаются $BaCl_2$ только из весьма концентрированных растворов.

7) *Проба на присутствие анионов второй группы.*

2-3 капли анализируемого раствора смешивают с 2-3 каплями $AgNO_3$ и 2-3 каплями 2М HNO_3 . В присутствии анионов II группы образуется осадок.

ДРОБНЫЙ АНАЛИЗ АНИОНОВ

Способ анализа, при котором определение каждого аниона проводится в отдельно взятой пробе исследуемого раствора без предварительного отделения групп, называется *дробным анализом*.

Дробным методом с использованием реакций, описанных выше, могут быть открыты анионы: CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CH_3COO^- , SCN^- , I^- , SiO_3^{2-} , Cl^- .

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ ХОД АНАЛИЗА АНИОНОВ

До начала систематического анализа необходимо из анализируемого раствора удалить SiO_3^{2-} и S^{2-} . Для этого к 1-2 мл анализируемого раствора добавляют раствор, содержащий $Zn(NH_3)_4^{2+}$, до прекращения выделения осадка. Центрифугируют и отбрасывают осадок. Центрифугат используют для проведения систематического хода анализа.

Приготовление раствора, содержащего $Zn(NH_3)_4^{2+}$: к раствору соли цинка по каплям добавляют 10%-ный раствор NH_3 до образования осадка; полученный осадок промывают водой и растворяют в нескольких каплях 10% -ного NH_3 .

Подготовленный анализируемый раствор
(без SiO_3^{2-} и S^{2-})

II. Добавить AgNO_3 (подкисл. HNO_3), на холоду, центрифугирование.

Осадок 2

AgCl , AgBr
 AgI , AgIO_3 ,
 $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$, AgSCN

(Если есть $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
осадок 2 темнеет,
образуется Ag_2S)

Схема анализа
осадка 2:

- SCN^- -открывали
ранее дробно;
- к осадку 2 доба-
вить H_2SO_4 (1:4),
нагреть, центри-
фугировать.

Раствор 2

анионы I и II
групп

Осадок 3

AgCl , AgBr
 AgI , AgSCN

промыть H_2O ,
добавить 10%
 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$,
перемешать,
центрифуги-
ровать

Раствор 3

IO_3^-

Открыть по
реакции с
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
(I₂ образ.)

III. Добавить (при $\text{pH}=8$) насыщ.
раствор Ag_2SO_4 , осадок отделя-
ют, в растворе содержатся ани-
оны III группы:

1) Проба на присутствие анио-
нов-окислителей.

Используют реакцию с
дифениламином. В присутст-
вии анионов-окислителей по-
является интенсивное синее
окрашивание.

2) Обнаружение и удаление NO_2^- :

а) открывают NO_2^- реакцией с
 KMnO_4 (к 2 каплям раствора
прибавить 2M H_2SO_4 (до кис-
лой среды), 1-2 капли разб.
 KMnO_4). В присутствии NO_2^-
розовая окраска исчезает.

б) удаляют NO_2^- реакцией с
 NH_4Cl : к исследуемому рас-
твору прибавляют NH_4Cl до
насыщения и нагревают. Пол-
ноту удаления проверить ре-
акцией с KI (в среде CH_3COOH
должен выделяться I^-).

3) После удаления NO_2^- открыва-
ют NO_3^- реакцией с FeSO_4 .

4) Ион CH_3COO^- открывается
дробно.

Осадок 4

AgBr,
AgI, AgSCN

Раствор 4

$\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}$

Добавить 2М H_2SO_4 , Zn ,
оставить на 15
мин до прекра-
щения выделе-
ния газов, цент-
рифугировать

Добавить 2М
 HNO_3 (до кис-
лой реакции);
 AgCl

Осадок 5

Ag, AgSCN
не анализируют

Раствор 5

Br^- и I^-

- а) Br^- : обнаружение
с KNO_3 и хлор-
ной водой;
- б) I^- открывают
реакцией с хлор-
ной водой.

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

РАБОТА 1. РЕАКЦИИ, ПРОВОДИМЫЕ СУХИМ ПУТЕМ

а) Реакции в пламени

Задание 1. Обнаружение ионов кальция в растворах и сухих смесях

- Чистую платиновую (или нихромовую) проволоку прокалить в пламени горелки до того момента, пока пламя станет бесцветным. После того, как проволока остынет, смочить ее в растворе CaCl_2 и внести в пламя горелки. Отметить окраску, приобретаемую пламенем после внесения в него солей Ca^{2+} .

Растереть в фарфоровой ступке яичную скорлупку. Прокалить проволоку, опустить ее в полученный порошок и внести в пламя горелки. Что происходит?

Смочить проволоку в растворе смеси солей CaCl_2 и SrCl_2 . Внести в пламя горелки. Совпадает ли окраска пламени при внесении в него смеси солей Ca^{2+} и Sr^{2+} с окраской пламени, даваемой солью кальция? Возможно ли таким способом обнаружить соли данных металлов при их совместном присутствии? Сделайте вывод о селективности реакций в пламени. -

Смочить проволоку в водопроводной воде, внести в пламя. Отметить наличие или отсутствие у пламени окраски. Проанализируйте воду, упаренную в 50 раз. Сделайте вывод о чувствительности данного варианта проведения определения ионов Ca^{2+} .

Примечание: Для работы использовать насыщенные растворы CaCl_2 и SrCl_2 .

Задание 2. Анализ смеси неизвестного состава с использованием реакций в пламени

Проанализируйте реакцией в пламени порошок, представляющий собой индивидуальную соль (дается преподавателем).

Соль какого металла вам дана, если известно, что указанные ниже соли дают следующую окраску пламени:

соли натрия	- желтую;	бария	- зелено-желтую;
кальция	- кирпично-красную;	бора, меди, висмута	- зеленую;
стронция	- карминово-красную;	свинца, олова, сурьмы, мышьяка	- бледно-синюю;
калия	- фиолетовую;	лития	- малиново-красную;
индия	- темно-голубую		

- Проволоку смочите раствором смеси 3 солей и внесите в пламя. Какое окрашивание наблюдаете? Возможно ли определить, соли каких металлов присутствуют в пробе? Сделайте выводы о применимости данного метода для анализа смеси сложного состава.

- Внесите в пламя сухую почву. Сделайте выводы о возможности использования анализа по окрашиванию пламени для обнаружения отдельных ионов в различных объектах.

б) Метод растирания порошков

Задание 3. Обнаружение солей Fe^{3+} и Co^{2+}

Обнаружение солей Fe^{3+}

В фарфоровую чашку поместите несколько кристаллов твердого $Fe_2(SO_4)_3$ и разотрите их с примерно равным количеством твердого NH_4CNS . Какую окраску приобрела смесь? При добавлении нескольких капель воды получается смесь, напоминающая кровь.

Анализ порошка, содержащего Fe^{3+} и Co^{2+}

- Несколько кристаллов исследуемого порошка растирают с несколькими кристаллами NH_4CNS в фарфоровой чашке. При наличии Fe^{3+} смесь должна буреть. Бурая окраска, с одной стороны, свидетельствует о наличии Fe^{3+} , с другой – маскирует синюю окраску комплекса $[Co(CNS)_4]^{2-}$. Для устранения мешающего влияния Fe^{3+} смесь растирают с $Na_2S_2O_3$, который обладает свойствами восстановителя и переводит Fe^{3+} в Fe^{2+} , что приводит к исчезновению красно-бурой окраски. При наличии в смеси Co^{2+} эта окраска заменяется голубой (синей) окраской комплекса $(NH_4)_2[Co(CNS)_4]$. Если полученную синюю реакционную смесь обработать каплей воды, то синяя окраска сменится на розовую. Ответьте на вопросы: [1]

1. Возможно ли обнаружение Fe^{3+} и Co^{2+} при действии только роданида?

2. Какой прием используется для повышения селективности реакции обнаружения Co^{2+} ?

3. Мешает ли вода обнаружению ионов Co^{2+} и почему?

Методом растирания порошка проанализируйте "свежую" и "старую" (пролежавшую на воздухе) таблетки гемостимулина, выбрав соответствующий реагент. Сделайте вывод о влиянии атмосферного воздуха на процесс окисления $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$. В каких условиях надо хранить гемостимулин? Как вы думаете, что может препятствовать процессу окисления?

Почему реакции сухим путем играют вспомогательную роль и употребляются при предварительных испытаниях? Перечислите достоинства и недостатки реакций сухим путем.

РАБОТА 2. РЕАКЦИИ, ПРОВОДИМЫЕ "МОКРЫМ ПУТЕМ"

В качественном анализе находят применение только те реакции, которые сопровождаются каким-либо внешним эффектом, т.е. легко различимыми изменениями. Такими внешними эффектами обычно являются:

- изменение окраски раствора;
- осаждение или растворение вещества;
- выделение газов и т.п.;
- изменение структуры раствора (загустевание, образование коллоида и т.п.).

Реакции осаждения

Эти реакции сопровождаются образованием осадков различного цвета.

На растворимость малорастворимых электролитов влияют следующие факторы:

- температура раствора и природа растворителя;
- наличие в растворе избытка осадителя;
- присутствие других растворимых электролитов, не имеющих с осадком общих ионов;
- присутствие кислот, оснований и комплексообразующих реагентов и т.п.

Окислительно-восстановительные процессы

Окислительно-восстановительные реакции широко используются в качественном анализе для определения ионов. Это обусловлено тем, что они часто сопровождаются заметным внешним эффектом - изменением окраски раствора, появлением или исчезновением осадка, выделением газа и т.п. Окислительно-восстановительные процессы применяются также для разделения ионов, перевода в раствор малорастворимых соединений.

Неорганические окислители: Cl_2 , Br_2 , H_2O_2 , Na_2O_2 , KClO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, HNO_3 , NaClO_3 , MnO_2 , NaBiO_3 , PbO_2 , Na_2CrO_4 , KCr_2O_7 , KMnO_4 , KIO_3 и т.д.

Неорганические восстановители: Zn , Fe , Al , H_2O_2 , SnCl_2 , H_2S , H_2SO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, HI , Fe^{2+} и другие.

В качественном анализе ОВР применяются для:

- предотвращения мешающего влияния ионов в процессе проведения анализа;
- обнаружения ионов, дающих характерные реакции с окислителями и восстановителями;

разделения ионов, окисляющихся или восстанавливающихся с образованием малорастворимых соединений.

Реакции комплексообразования

Широкое использование комплексных соединений в анализе обусловлено тем обстоятельством, что реакции комплексообразования являются весьма чувствительными и селективными. Образование комплексов может использоваться в качественном анализе для связывания мешающих ионов, так называемого *маскирования*.

Задание 4. Обнаружение ионов Ca^{2+} оксалатами

Определение Ca^{2+} в контрольном растворе

Поместите в пробирку 1-2 капли раствора CaCl_2 и 1-2 капли уксусной кислоты (рН в растворе должно быть ≤ 7). Затем добавьте несколько капелек оксалата аммония. Поскольку заканчивать осаждение лучше при рН = 6-7 (в слабо аммиачном растворе), добавьте 1-2 капли раствора NH_3 . При этом из концентрированного раствора сразу, а из разбавленного постепенно выпадает белый мелкокристаллический осадок. Напишите уравнение реакции.

Если осадок образуется не сразу, то нагрейте раствор до температуры кипения, что способствует осаждению. Аналогично протекают реакции с Ba^{2+} и Sr^{2+} , поэтому они должны быть удалены. Недопустимо присутствие окислителей, окисляющих оксалат-ионы.

Получив осадок CaC_2O_4 , изучите действие на него минеральных и уксусной кислот. Какие факторы мешают обнаружению Ca^{2+} с помощью оксалатов? Как вы думаете, почему для создания оптимального значения рН используют слабые электролиты (уксусная кислота, раствор NH_3)?

Определение Ca^{2+} в жесткой воде

Избыточное содержание ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} в крови приводит к присоединению этих катионов к белковой молекуле кровеносных сосудов, вследствие чего она теряет гибкость, вызывая многочисленные болезни всей сердечно-сосудистой системы. Поэтому так важно следить за жесткостью питьевой воды.

Проанализируйте водопроводную воду на содержание в ней солей Ca^{2+} . Упарьте 10 мл воды до 1 мл и снова проанализируйте. Сделайте вывод о чувствительности данной реакции.

Задание 5. Выбор оптимальных условий реакции образования "берлинской лазури" и "турнбулевой сини"

Качественной реакцией на соли Fe (III) является реакция взаимодействия с $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, сопровождающаяся образованием темно-синего осадка "берлинской лазури". Эта реакция очень чувствительна - т.е. позволяет с помощью данного реагента обнаружить малые количества Fe (III) (открываемый минимум - 0,05 мкг).

Возьмите 5 чистых пробирок. В каждую поместите 1-2 капли раствора Fe^{3+} и 1-2 капли HCl .

1 пробирка. Добавьте 1-2 капли $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Выпадает осадок "берлинской лазури". Определите pH универсальной индикаторной бумагой. К полученному осадку прилейте щелочь. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции, определите pH полученной смеси. Сделайте вывод о влиянии pH на образование осадка "берлинской лазури". Укажите интервал pH, в котором возможно выпадение осадка и способ создания такой среды.

2 пробирка. Добавьте 2-3 капли $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ и 2-3 капли $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Наблюдайте образование комплексных ионов $[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]^{3-}$. Что происходит?

3 пробирка. Добавьте 4-5 капель $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Сделайте вывод о влиянии избытка реагента.

4 пробирка. Добавьте 1 каплю KMnO_4 и 1-2 капли $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Напишите уравнение реакции. Сделайте вывод о влиянии окислителей на образование "берлинской лазури".

5 пробирка. Добавьте $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и 1-2 капли $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Напишите уравнение реакции. Сделайте вывод о влиянии восстановителей на данную реакцию смесь.

Качественной реакцией на Fe^{2+} в сильноокислой среде является реакция взаимодействия с $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ с образованием осадка "турнбулевой сини".

Сравните цвета осадков "берлинской лазури" и "турнбулевой сини".

Проведите 5 опытов, аналогичных описанным выше. Сравните полученные в обоих случаях результаты. Составьте перечень процессов, влияющих на обнаружение Fe^{2+} и Fe^{3+} .

Проведите качественный анализ содержимого таблетки гемостимулина на наличие ионов Fe^{2+} и Fe^{3+} , соблюдая условия проведения реакции. Сделайте вывод о присутствии одного из ионов.

Задание 6. Обнаружение ионов Hg^{2+} в растворах

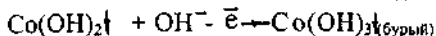
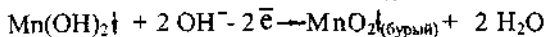
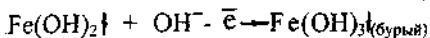
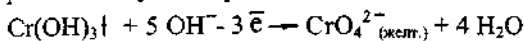
Соединения ртути очень ядовиты.

Одним из источников поступления ртути для человека является рыба. Каким бы путем ртуть не попадала в воду, микроорганизмы метилируют ее. Особенность получаемого соединения в том, что оно жирорастворимо, ядовито и устойчиво. В таком виде ртуть и накапливается в рыбе (в жабрах, чешуе, плавниках, слизи). Поэтому перед употреблением рыбы в пищу эти места необходимо удалить.

В раствор соли Hg^+ опустите предварительно зачищенную медную монету. Наблюдайте образование на ней осадка металлической ртути. Какие ионы может восстанавливать медь из раствора (см. Электрохимический ряд напряжений)? Сделайте вывод о селективности реакции.

Задание 7. Отделение ионов Cr^{3+} от катионов Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} и др.

К анализируемой смеси, содержащей Cr^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , прилейте 3-4 капли щелочи. Что произошло? Затем добавьте такой окислитель, чтобы прошли следующие реакции:



В присутствии ионов CrO_4^{2-} раствор над осадком приобретет желтый цвет, а осадок содержит $\text{Fe}(\text{OH})_3$, MnO_2 и $\text{Co}(\text{OH})_3$. Отделите фильтрат от осадка. Действием дополнительного количества окислителя в кислой среде можно добиться образования H_2CrO_6 . К фильтрату добавить по каплям HNO_3 до появления оранжевой окраски, прилить 6-8 капель смеси эфира с изоамиловым спиртом и 2-3 капли окислителя. Смесь перемешать. Появление интенсивной синей окраски верхнего слоя указывает на образование надхромовой кислоты H_2CrO_6 (CrO_5). Реакция очень чувствительна и позволяет открывать катион Cr^{3+} в присутствии катионов всех аналитических групп.

Ответьте на вопросы:

1. Каким реагентом является щелочь?
2. Какой из вышеперечисленных окислителей удобно использовать для обнаружения Cr^{3+} и почему?
3. Какие методы разделения вы использовали в данном задании?

Задание 8. Обнаружение ионов Ni^{2+} капельным методом

Поместите на фильтровальную бумагу каплю раствора соли Ni^{2+} и каплю спиртового раствора диметилглиоксима (реактив Чугаева). Смоченную бумагу обработайте парами аммиака. При достаточном насыщении аммиаком на бумаге в присутствии ионов Ni^{2+} образуется красное пятно.

Мешающие ионы:

Fe^{2+} – красное окрашивание,

Fe^{3+} – красно-бурое окрашивание,

Cu^{2+} – буро-красное окрашивание.

Можно обнаружить Ni^{2+} в присутствии мешающих ионов, маскируя их. На полоску бумаги поместите каплю раствора Na_2HPO_4 (подложка). К центру получившегося пятна прикоснитесь капилляром со смесью солей Fe^{3+} и Ni^{2+} и снова действуйте Na_2HPO_4 . После этого пятно по периферии обводят капилляром с раствором диметилглиоксима и обрабатывают его парами аммиака. В присутствии Ni^{2+} образуется розовое кольцо. Сделайте вывод об удаленности от центра пятна фосфатов Fe^{3+} и Ni^{2+} . $\text{P.P.} (\text{FePO}_4) = 1,3 \cdot 10^{-22}$, $\text{P.P.} (\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7) = 1,7 \cdot 10^{-13}$.

Задание 9. Обнаружение Al^{3+} в растворах, хранившихся в старой алюминиевой посуде

Применение алюминиевой посуды для приготовления и хранения пищи, имеющей кислую среду, небезопасно для здоровья.

Проведем опыт с водой, подкисленной уксусной кислотой до значения $pH = 3-4$ (в квашеной капусте $pH \cong 4$).

Каплю воды, подкисленной, отстоянной и прокипяченной в алюминиевой посуде (предварительно почищенной), поместите на фильтровальную бумагу и обработайте парами аммиака над фарфоровой чашкой. Образовавшееся студенистое пятно $Al(OH)_3$ смочите спиртовым раствором алizarина и снова обработайте парами аммиака. В присутствии Al^{3+} появляется красноватое пятно алюминиевого лака.

Проделайте те же операции с раствором соли алюминия и сравните полученные результаты. Сделайте вывод о возможности длительного хранения пищевых продуктов ("кислых" жидкостей) в алюминиевой посуде.

Задание 10. Обнаружение в растворе ионов Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} и Pb^{2+}

К исследуемому раствору прилейте глицерин $CH_2(OH)CH(OH)CH_2(OH)$, с которым катионы Cu^{2+} , Bi^{3+} и Pb^{2+} образуют комплексы, не разлагаемые щелочами. Если после добавления глицерина подействовать на раствор едким натром, то Cd^{2+} , не образующий комплекса с глицерином, осаждается в виде $Cd(OH)_2$. Остальные катионы могут быть обнаружены характерными реакциями в отдельных порциях раствора, поскольку находящиеся в растворе глицериновые комплексы создают достаточные для течения этих реакций концентрации соответствующих простых ионов. Для этого, отделив и промыв осадок $Cd(OH)_2$, его растворяют в HCl и подтверждают присутствие Cd^{2+} в растворе. В центрифуге дробными реакциями обнаруживают Cu^{2+} , Bi^{3+} и Pb^{2+} .

Подтвердите присутствие этих ионов в исследуемой смеси, подобрав для каждого специфический реагент из приведенных ранее. Напишите уравнения реакций.

РАБОТА 3. АНАЛИЗ АНИОНОВ В ОБЪЕКТАХ

Задание 11. Обнаружение F^- в картофеле

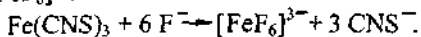
Применение фосфорных удобрений, содержащих до 15 % F^- , приводит к накоплению фторидов в овощах, особенно в картофеле. Известно ингибирующее действие фторидов на ферментативные реакции, что делает необходимым контроль за их содержанием.

Поместите на фильтровальную бумагу, пропитанную раствором алizarинсульфоната натрия и затем солью циркония (IV), каплю уксусной ки-

слоты (образуется красно-фиолетовый ализариновый лак циркония). Добавьте каплю свежеприготовленного сока картофеля. В присутствии F^- лак разрушается с образованием свободного красителя, окрашенного в желтый цвет.

Для обнаружения ионов F^- можно использовать роданид железа (III).

Получите роданид железа (III). По каплям добавляйте к нему свежеприготовленный сок картофеля. В присутствии F^- кроваво-красное окрашивание раствора исчезнет вследствие образования прочного комплексного иона $[FeF_6]^{3-}$.

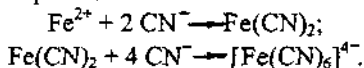


Проделайте указанные выше опыты с NaF. Сделайте выводы о наличии фторидов в анализируемых клубнях картофеля.

Задание 12. Обнаружение цианидов

Цианиды в организме человека присоединяются к тканевым окислительным ферментам, в частности, к цитохромоксидазе. Происходит инактивация данного фермента, теряется способность к переносу O_2 из крови в ткани, тканевое дыхание подавляется на 95 % и человек задыхается.

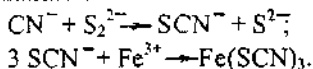
Поместите в пробирку 3-5 капель анализируемого раствора, по капле раствора NaOH и соли Fe^{2+} . Смесь нагрейте на водяной бане. В присутствии ионов CN^- протекают реакции:



Подкислите раствор хлористо-водородной кислотой и добавьте каплю раствора, содержащего Fe^{3+} . В присутствии CN^- выпадает осадок "берлинской лазури".

Для обнаружения в объекте ионов CN^- можно использовать реакцию образования роданида железа.

Выпарьте на водяной бане (дюза!) в микротигле смесь нескольких капель исследуемого раствора и $(NH_4)_2S_2$. После охлаждения тигля сухой остаток подкислите 2-3 каплями HCl, прибавьте 1-2 капли раствора, содержащего Fe^{3+} . В присутствии CN^- появляется кроваво-красное окрашивание роданида Fe^{3+} :



Сделайте вывод о присутствии в исследуемом объекте цианидов.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Классификация катионов (сероводородный, кислотно-щелочной метод)	4
Катионы, не имеющие группового реактива	7
Группа соляной кислоты	9
Группа серной кислоты	10
Анализ смеси катионов I-III аналитических групп	12
Четвертая аналитическая группа катионов	14
Пятая аналитическая группа катионов	17
Шестая аналитическая группа катионов	20
Анализ смеси катионов IV-VI аналитических групп	23
Анализ анионов	25
Первая группа анионов	25
Вторая группа анионов	28
Третья группа анионов	30
Анализ смеси анионов	32
Лабораторные работы	36
Работа 1. Реакции, проводимые сухим путем	36
Работа 2. Реакции, проводимые "мокрым путем"	38
Работа 3. Анализ анионов в объектах	42