

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДВНЗ «ПРИКАРПАТСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ВАСИЛЯ СТЕФАНИКА»  
ІНСТИТУТ ПРИРОДНИЧИХ НАУК  
Кафедра неорганічної та фізичної хімії**

Затверджено  
на засіданні кафедри  
неорганічної та фізичної хімії  
протокол №\_\_ від\_\_\_\_\_2015 р.

**Методичні вказівки та інструкція  
до виконання лабораторної роботи №3**

з курсу “Хімія аналітична”

**ХІМІЧНІ МЕТОДИ  
РОЗДІЛЕННЯ ТА ВИЯВЛЕННЯ АНІОНІВ**

Методична розробка  
доц. Мідак Л.Я.,  
канд. хім. наук,  
викладач Кузишин О.В.,  
канд. ф.-м. наук

м. Івано-Франківськ  
2015

**1. Тема:** Хімічні методи розділення та виявлення аніонів.

**2. Мета:** Ознайомитись з якісними реакціями на аніони I-III аналітичних груп та набути практичних навичок їх виконання; за допомогою характерних реакцій виявити наявні у суміші аніони.

**Знати:**

- предмет вивчення хімії аналітичної;
- види хімічного аналізу;
- способи виконання якісних реакцій;
- аналітичні класифікації аніонів;
- розподіл аніонів на групи та підгрупи;
- характерні реакції аніонів I-III аналітичних груп.

**Вміти:**

- виконувати характерні реакції аніонів I-III аналітичних груп;
- проводити систематичний аналіз суміші аніонів I-III аналітичних груп.

**Самостійна робота на занятті.**

1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Виконання лабораторної роботи.
3. Обговорення експериментальних результатів.
4. Обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

### 3. Теоретичні основи

Класифікація аніонів ґрунтується на різній розчинності солей барію та аргентуму (табл. 13). Аніони I аналітичної групи осаджуються барій хлоридом з нейтральних або слабо лужних розчинів у вигляді відповідних солей барію. До II групи відносяться аніони, солі аргентуму яких не розчиняються у воді та у мінеральних кислотах. Аніони, які не мають групового реагенту, утворюють III групу.

Таблиця 13

Аналітична класифікація аніонів

Аналітична група	Груповий реагент	Аніони
I	BaCl <sub>2</sub>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , F <sup>-</sup> – аніони, які з Ba <sup>2+</sup> утворюють нерозчинні у воді солі
II	AgNO <sub>3</sub> в присутності HNO <sub>3</sub>	Cl <sup>-</sup> , I <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup> , S <sup>2-</sup> , SCN <sup>-</sup> – аніони, які з Ag <sup>+</sup> утворюють нерозчинні у воді солі
III	відсутній	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup> – аніони, які не утворюють з Ag <sup>+</sup> і Ba <sup>2+</sup> нерозчинні у воді солі

#### 3.1. Аніони першої аналітичної групи

Першу групу аніонів у свою чергу можна поділити на три підгрупи (табл. 14). До першої підгрупи належать аніони, барієві солі яких не розчиняються в мінеральних кислотах і воді, а саме – сульфат- йони. Друга підгрупа I групи аніонів характеризується тим, що барієві солі їх не розчиняються в оцтовій кислоті й воді, але розчиняються в мінеральних кислотах. Третя підгрупа – решта аніонів I групи, барієві солі яких не розчиняються у воді, але розчиняються в оцтовій і мінеральних кислотах.

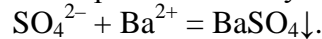
Розподіл аніонів на підгрупи дає можливість за розчинністю барієвих солей встановити наявність у досліджуваному розчині однієї з підгруп або всіх трьох підгруп.

## Розподіл аніонів I групи на підгрупи

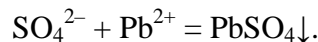
Підгрупа	Розчинність барієвих солей	Аніони, які належать до цієї підгрупи
Перша	Барієві солі не розчиняються у воді, оцтовій і мінеральних кислотах	$\text{SO}_4^{2-}$ – сульфат-йони
Друга	Барієві солі не розчиняються у воді та в оцтовій кислоті	$\text{SO}_3^{2-}$ – сульфит-йони $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ – оксалат-йони $\text{F}^-$ – флуорид-йони
Третя	Барієві солі не розчиняються у воді, але розчиняються у кислотах	$\text{CO}_3^{2-}$ – карбонат-йони $\text{SiO}_3^{2-}$ – силікат-йони $\text{PO}_4^{3-}$ – ортофосфат-йони $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ – тіосульфат-йони

**Сульфат-йони**

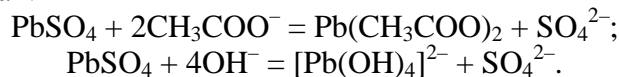
**1. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  при взаємодії із сульфат-йонами утворює білий кристалічний осад, який практично не розчиняється у воді і кислотах:



**2. Плюмбум нітрат  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$**  при взаємодії із сульфат-йонами утворює білий кристалічний осад:



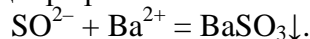
Цей осад практично не розчиняється у воді і кислотах, але добре розчиняється в амоній ацетаті та лугах:

**Сульфит-йони**

**1. Розведені сильні кислоти ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ )** виділяють із сульфитів сульфур (IV) оксид (сірчистий газ), який можна виявити за різким специфічним запахом:



**2. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  з нейтральних розчинів, що містять сульфіти, осаджує білий осад барій сульфіту, який добре розчиняється в мінеральних кислотах:



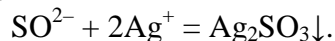
При розчиненні барій сульфіту в хлоридній кислоті може залишатись частина осаду, що не розчинився. Це означає, що сульфит частково окиснився до сульфату, а барій сульфат практично не розчиняється в кислотах.

**3. При дії сірководню  $\text{H}_2\text{S}$**  на кислі розчини сульфитів випадає в осад вільна сірка:

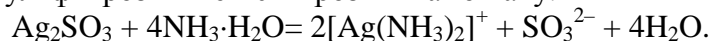


Отже, перебування в кислих розчинах одночасно сульфитної і сульфідної кислот неможливе. Одночасно вони можуть перебувати лише в лужних розчинах.

**4. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує з нейтральних розчинів сульфитів білий кристалічний аргентум сульфит:

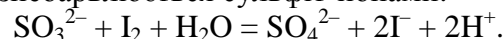


Аргентум сульфит розчиняється в розчині амоніаку:

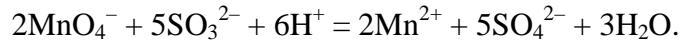


**5. Фуксин і малахітовий зелений** (та інші органічні барвники) знебарвлюються нейтральними розчинами сульфитів. Кислі розчини спочатку нейтралізують натрій гідрокарбонатом  $\text{NaHCO}_3$ , а лужні – пропусканням вуглекислого газу до знебарвлення фенолфталеїну.

**6. Розчин йоду  $\text{I}_2$**  знебарвлюється сульфит-йонами:



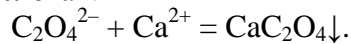
**7. Калій перманганат  $\text{KMnO}_4$**  в кислому середовищі знебарвлюється сульфід-йонами:



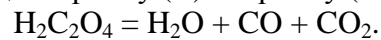
Двом останнім реакціям заважають йони тіосульфату ( $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ) і сульфід ( $\text{S}^{2-}$ ), тому що сірчистий газ і сірководень, що виділяються при розкладанні тіосульфат- і сульфід-йонів, теж знебарвлюють розчини йоду і перманганату.

#### **Оксалат-йони**

**1. Кальцій хлорид  $\text{CaCl}_2$**  осаджує білий кристалічний осад кальцій оксалату, який практично не розчиняється у воді, погано розчиняється в оцтовій кислоті й добре розчиняється в мінеральних кислотах:

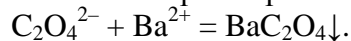


**2. Концентрована сульфатна кислота  $\text{H}_2\text{SO}_4$**  при нагріванні віднімає воду і виділяє однакові об'єми оксидів карбону (II) і карбону (IV):

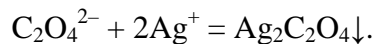


Оксид карбону (II) горить синім полум'ям.

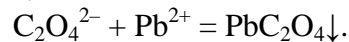
**3. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  осаджує білий кристалічний осад барій оксалату, який розчиняється у надлишку оцтової кислоти при нагріванні:



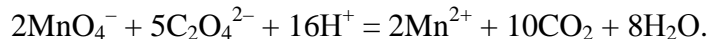
**4. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує білий осад аргентум оксалату, який практично не розчиняється у воді, але добре розчиняється в нітратній кислоті та розчині амоніаку:



**5. Плюмбум нітрат  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$**  осаджує білий осад плюмбум оксалату, який розчиняється в нітратній кислоті:



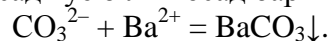
**6. Калій перманганат  $\text{KMnO}_4$**  в кислому середовищі відновлюється оксалатом до мангану (II):



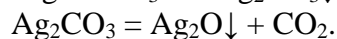
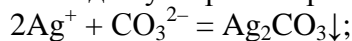
Реакція відбувається при нагріванні. Ознакою реакції є знебарвлення розчину.

#### **Карбонат-йони**

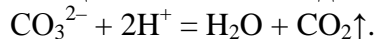
**1. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  осаджує білий осад барій карбонату:



**2. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує білий аргентум карбонат, який при нагріванні переходить в бурий внаслідок утворення аргентум оксиду:

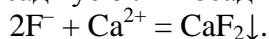


**3. Мінеральні кислоти та оцтова кислота** виділяють вуглекислий газ:



#### **Флуорид-йони**

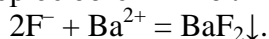
**1. Кальцій хлорид  $\text{CaCl}_2$**  осаджує білий осад кальцій флуориду:



Кальцій флуорид практично не розчиняється у воді і в оцтовій кислоті, а також погано розчиняється в мінеральних кислотах.

**2. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  не утворює осаду при дії на розчини флуоридів.

**3. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  утворює об'ємний білий осад барій флуориду:

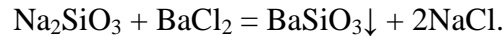


Барій флуорид розчиняється в надлишку мінеральних кислот.

**4. Реакція травлення скла.** Скло покривають парафіном і металевою або скляною паличкою роблять надпис на парафінованій стороні скла. Потім до досліджуваної проби в платиновому тиглі додають сульфатну кислоту і накривають тигель склом так, щоб парафінована сторона скла була знизу. Після цього скло знімають з тигля, зчищають з нього парафін. На склі залишається витравлений надпис.

### *Силікат-йони*

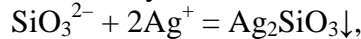
**1. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  осаджує білий осад барій силікату:



Цей осад розкладається кислотами, в результаті чого утворюється драглистий осад силікатної кислоти.

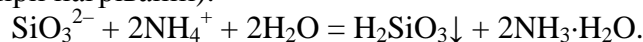
**2. Розведені кислоти** виділяють з концентрованих розчинів силікатів об'ємний драглистий осад силікатної кислоти, який при певних концентраційних умовах і при повільному додаванні мінеральної кислоти повністю застигає і не виливається з пробірки. При швидкому додаванні мінеральних кислот до розведених розчинів силікатів утворюється колоїдний розчин силікатної кислоти, яка не випадає в осад тривалий час.

**3. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує жовтий осад аргентум силікату:



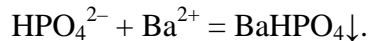
який розчиняється в нітратній кислоті та в розчинах амоніаку.

**4. Солі амонію** виділяють драглистий осад силікатної кислоти повніше, ніж кислоти (швидше – при нагріванні):

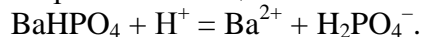


### *Фосфат-йони*

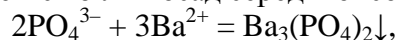
**1. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  з нейтральних розчинів осаджує білий барій гідрогенортофосфат:



Осад розчиняється в мінеральних та оцтовій кислотах:

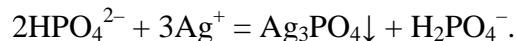


З лужних розчинів виділяється білий осад середньої солі барій ортофосфату:



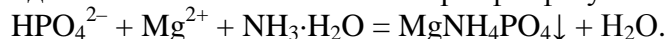
який розчиняється в оцтовій і мінеральних кислотах.

**2. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує з нейтральних розчинів жовтий осад аргентум ортофосфату:



Осад розчиняється в нітратній кислоті та розчині амоніаку.

**3. Магnezіальна суміш (розчин  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  і  $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ )** осаджує білий кристалічний осад подвійної солі – амоній-магній ортофосфату:



Осад розчиняється в оцтовій і мінеральних кислотах. При осадженні ортофосфату осад може утворюватись не одразу, а випадати з часом. Щоб прискорити процес утворення осаду, треба потерти склянню паличкою внутрішню поверхню пробірки.

**4. Молібденова рідина (амоній молібдат в присутності амоній нітрату і нітратної кислоти)** осаджує жовтий кристалічний осад. Осадження прискорюється при слабкому нагріванні:



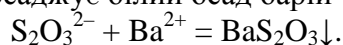
$(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4\cdot 12\text{MoO}_3$  – це амонійна сіль фосфатномолібденової гетерополікислоти. Формулу цієї сполуки можна записати  $(\text{NH}_4)_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$ .

Осад, що утворюється, розчиняється в лугах:



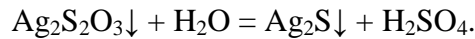
### *Тіосульфат-йони*

**1. Барій хлорид  $\text{BaCl}_2$**  осаджує білий осад барій тіосульфату:

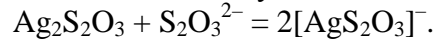


Осад утворюється лише при взаємодії досить концентрованих розчинів. Розчинність осаду різко збільшується з підвищенням температури.

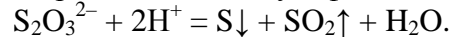
**2. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує білий осад аргентум тіосульфату, який з часом переходить у жовтий, бурий і зовсім чорніє внаслідок утворення аргентум сульфідіду:



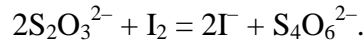
Аргентум тіосульфат добре розчиняється в надлишку натрій тіосульфату; при цьому утворюється розчинна комплексна сполука:



**3. Кислоти** розкладають тіосульфати, в результаті чого виділяються сірчистий газ і сірка (цим тіосульфати відрізняються від сульфітів, які не виділяють сірки):



**4. Розчин йоду  $\text{I}_2$**  знебарвлюється при взаємодії з тіосульфатом, при цьому утворюються тетратіонат-йони:

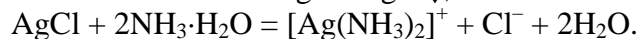
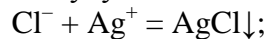


### 3.2. Аніони другої аналітичної групи

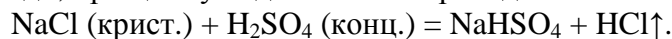
До другої групи аніонів належать йони, що утворюють з аргентум-йонами солі, які не розчиняються у воді та нітратній кислоті. Барій хлорид не осаджує аніони другої групи.

#### Хлорид-йони

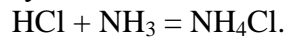
**1. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує білий осад аргентум хлориду, який не розчиняється в розведених кислотах, але добре розчиняється в розчині амоніаку, утворюючи розчинну комплексну сполуку:



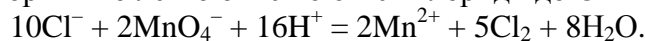
**2. Концентрована сульфатна кислота  $\text{H}_2\text{SO}_4$**  розкладає, особливо при нагріванні, усі хлориди; при цьому виділяється хлороводень:



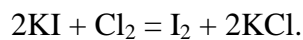
Хлороводень можна розпізнати за специфічним запахом; колір змоченого водою синього лакмусового папірця змінюється в парі хлороводню на червоний. Якщо в пари хлороводню внести скляну паличку, змочену амоніаком, то в присутності хлороводню з'явиться білий дим амоній хлориду:



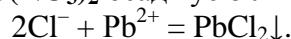
**3. Сильні окисники ( $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{PbO}_2$ ,  $\text{MnO}_2$ )** окиснюють хлорид-йони до вільного хлору. Порівняно легко окиснюються хлориди до  $\text{Cl}_2$  калій перманганатом:



Хлор розпізнають за зміною забарвлення смужки фільтрувального папірця, змоченої розчином калій йодиду:

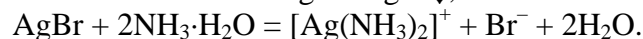
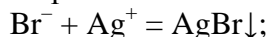


**4. Плюмбум(II) нітрат  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$**  осаджує білий осад:

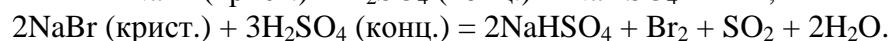
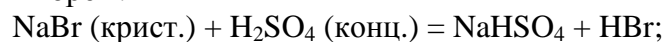


Розчинність плюмбум(II) хлориду різко зростає з підвищенням температури.

**5. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує жовтуватий осад аргентум бромідіду, який не розчиняється в нітратній кислоті, але розчиняється в концентрованому амоніаку:

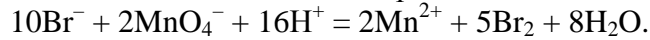


**6. Концентрована сульфатна кислота  $\text{H}_2\text{SO}_4$**  при нагріванні виділяє бромоводень і вільний бром:



**7. Хлорна вода  $\text{Cl}_2$**  виділяє з кислих розчинів бромідів вільний бром, який добре екстрагується органічними розчинниками (хлороформом, сірковуглецем тощо), забарвлюючи їх у бурий колір. При дії надлишку хлорної води розчин жовтіє внаслідок утворення бром хлориду  $\text{BrCl}$  (цим бром відрізняється від йоду).

**8. Калій перманганат  $\text{KMnO}_4$**  окиснює бромід до вільного броду:



**Йодид-іони**

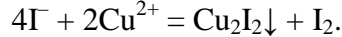
**1. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує жовтий осад аргентум йодиду  $\text{AgI}$ , який не розчиняється в амоніаку (*цим йодиди відрізняються від хлоридів і бромідів*).

**2. Концентрована сульфатна кислота  $\text{H}_2\text{SO}_4$**  окиснює йодиди до вільного йоду:

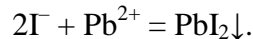


Вільний йод виявляють за посинінням розчину крохмалю.

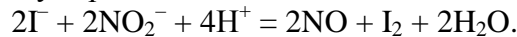
**3. Солі купрум (II)** окиснюють йодиди до вільного йоду. При цьому утворюється білий осад купрум (I) йодиду:



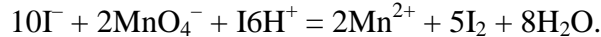
**4. Солі плюмбуму (II)** осаджують жовтий плюмбум йодид, який добре розчиняється в гарячій воді:



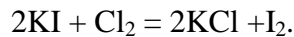
**5. Нітрити** в кислому середовищі легко окиснюють іодиди до вільного йоду:



**6. Калій перманганат  $\text{KMnO}_4$**  окиснює йодиди до вільного йоду в кислому середовищі:

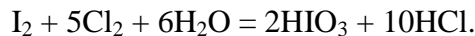


**7. Хлорна вода  $\text{Cl}_2$**  виділяє з йодидів йод:

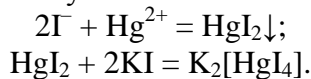


Вільний йод екстрагується органічними розчинниками, забарвлюючи їх у червоно-фіолетовий колір. Вільний йод можна також виявити крохмалем, який у присутності йоду синіє.

При додаванні надлишку хлорної води фіолетове забарвлення зникає внаслідок окиснення йоду:

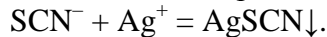


**8. Меркурій (II) хлорид  $\text{HgCl}_2$**  утворює яскраво-червоний осад меркурій (II) йодиду, який розчиняється в надлишку калій йодиду. При розчиненні утворюється безбарвний розчин комплексної сполуки:

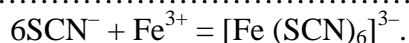
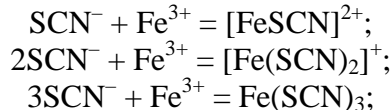


**Роданід-іони**

**1. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  осаджує осад аргентум роданіду, який не розчиняється в розведеній нітратній кислоті, але розчиняється в амоніаку:

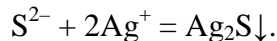


**2. Солі феруму (III)** утворюють розчинні комплексні сполуки червоного кольору:



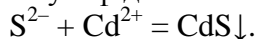
**Сульфід-іони**

**1. Аргентум нітрат  $\text{AgNO}_3$**  утворює чорний нерозчинний осад аргентум сульфіду:



Аргентум сульфід практично не розчиняється в розведеній нітратній кислоті на холоді, але розчиняється в ній при нагріванні. Добре розчиняється аргентум сульфід в концентрованих нітратній і сульфатній кислотах при нагріванні.

**2. Солі кадмію** утворюють із сульфід-йонами жовтий осад кадмій сульфід:

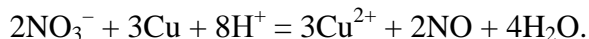


### 3.3. Аніони третьої аналітичної групи

Аніони третьої групи не осаджуються барій хлоридом і аргентум нітратом і, отже, не мають групового реагенту. Крім ацетат-йонів, усі аніони цієї групи є аніонами-окисниками. Тому їх можна виявити реакцією з дифеніламіном, який у сильноокислому середовищі утворює з окисниками сполуку синього кольору.

#### *Нітрат-йони*

**1. Металева мідь Cu** при дії на нітрати у сульфатнокислому середовищі виділяє оксиди нітрогену:



Безбарвний нітроген (II) оксид окиснюється киснем повітря до бурого нітроген (IV) оксиду:



**2. Дифеніламін** у сильноокислому середовищі взаємодіє з нітрат-йонами (та іншими окисниками), утворюючи сполуку синього кольору, яка при подальшому окисненні переходить у сполуку білого кольору. У пробірку (по стінках її) наливають кілька краплин досліджуваного розчину. Потім краплинами (по стінках пробірки) додають розчин дифеніламіну (0,5 г реактиву розчиняють у суміші з 20 см<sup>3</sup> дистильованої води і 100 см<sup>3</sup> концентрованої сульфатної кислоти). На стінках пробірки і в розчині утворюється сполука синього кольору, яка свідчить про наявність нітрат-йонів (або інших окисників). При перемішуванні розчину синє забарвлення зникає, оскільки відбувається подальше окиснення дифеніламіну.

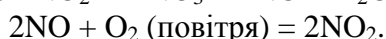
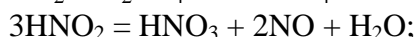
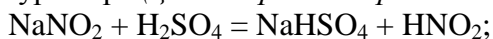
**3. Алюміній Al, магній Mg, цинк Zn** в лужному розчині відновлюють нітрат-йони до амоніаку:



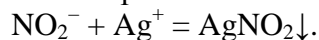
З цинком реакція відбувається при нагріванні. Амоніак виявляють за запахом або за допомогою змоченого водою червоного лакмусового папірця.

#### *Нітрит-йони*

**1. Розведена сульфатна кислота H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** при охолодженні розкладає всі нітрити. При розкладанні виділяється бура пара (*цим нітрити відрізняються від нітратів*):

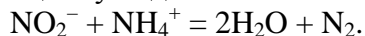


**2. Аргентум нітрат AgNO<sub>3</sub>** осаджує з помірно концентрованих розчинів аргентум нітрит у вигляді білих тонких кристалічних голок:



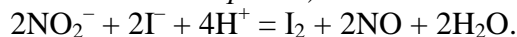
При нагріванні розчинність аргентум нітриту різко збільшується.

**3. Амоній хлорид NH<sub>4</sub>Cl** взаємодіє з нітритом при кип'ятінні суміші в розведеній оцтовій кислоті; при цьому виділяється азот:

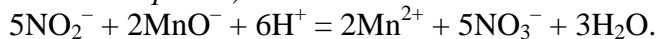


Ця реакція використовується для *видалення* нітриту в присутності нітрату.

**4. Калій йодид KI** в кислому середовищі окиснюється нітритами до вільного йоду (*цим нітрити відрізняються від нітратів*):



**5. Калій перманганат KMnO<sub>4</sub>** в кислому середовищі знебарвлюється (*цим нітрити відрізняються від нітратів*):



**6. Алюміній Al** у лужному середовищі відновлює нітритну кислоту до амоніаку (*аналогічно взаємодіють і нітрати*):

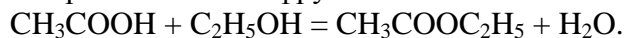




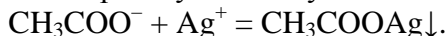
### *Ацетат-йони*

**1. Розведена сульфатна кислота  $H_2SO_4$**  виділяє оцтову кислоту, яку легко розпізнати за запахом.

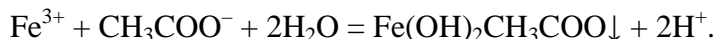
Концентрована сульфатна кислота також виділяє оцтову кислоту з її солей. Якщо до розчину додати невелику кількість спирту і суміш підігріти, то утворюється оцтово-етиловий естер, який розпізнають за фруктовим запахом:



**2. Аргентум нітрат  $AgNO_3$**  утворює в помірно концентрованих розчинах ацетатів білий кристалічний осад аргентум ацетату:



**3. Ферум (III) хлорид  $FeCl_3$**  з нейтральними розчинами ацетатів утворює основний ферум (II) ацетат, що має темно-червоне забарвлення і випадає в осад при нагріванні:



### 4. Експериментальна частина

**Обладнання і реактиви:**  $BaCl_2$ ,  $HCl$  (1M),  $CdSO_4$ ,  $Pb(NO_3)_2$ , дифеніламін,  $HNO_3$  (1M),  $CaCl_2$ ,  $CuSO_4$ ,  $KMnO_4$  в середовищі  $H_2SO_4$ ,  $CH_3COOH$ ,  $MgCl_2 + NH_4Cl + NH_3 \cdot H_2O$ ,  $FeCl_3$ ,  $CH_3COONH_4$ ,  $AgNO_3$ ,  $NH_3 \cdot H_2O$  (конц.),  $HCl$  (1M), розчин  $I_2$ ,  $KI$  в середовищі  $H_2SO_4$ ,  $H_2SO_4$  (1M).

#### Зміст роботи

#### 4.1. Характерні реакції аніонів I-III аналітичних груп

*Мета роботи:* ознайомитись з якісними реакціями на аніони I-III аналітичних груп та набути практичних навичок їх виконання.

В табл. 15 наведено варіанти експериментальних завдань, які передбачають проведення характерних реакцій на п'ять аніонів I-III аналітичних груп. Завдання виконується у такій послідовності:

- до розчину солі відповідного катіона додати реагент, наведений у рядку «Перший реагент»;
- до отриманого продукту реакції додати реагент, наведений у рядку «Другий реагент» (якщо наведено кілька реагентів, отриманий продукт першої реакції потрібно розділити на відповідне число частин; кожен реагент потрібно додавати до окремої частини);
- записати рівняння відповідних реакцій у молекулярному і йонному вигляді та спостереження.

При проведенні експериментальних досліджень та оформленні роботи слід використовувати матеріал розділу 3.

Таблиця 15

Варіанти експериментальних завдань

<b>Варіант 1</b>					
Аніон	$SO_4^{2-}$	$SiO_3^{2-}$	$S^{2-}$	$Cl^-$	$NO_2^-$
Перший реагент	$BaCl_2$	$HCl$ (1M)	$CdSO_4$	$Pb(NO_3)_2$	Дифеніламін
Другий реагент	$HNO_3$ (1M)			Нагрівання	
<b>Варіант 2</b>					
Аніон	$C_2O_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$I^-$	$NO_2^-$	$NO_3^-$

Перший реагент	$\text{CaCl}_2$	$\text{BaCl}_2$	$\text{CuSO}_4$	$\text{KMnO}_4$ в середовищі $\text{H}_2\text{SO}_4$	Дифеніламін
Другий реагент	1. $\text{HNO}_3$ (1M) 2. $\text{CH}_3\text{COOH}$	Нагрівання			
<b>Варіант 3</b>					
Аніон	$\text{PO}_4^{3-}$	$\text{SO}_3^{2-}$	$\text{SiO}_3^{2-}$	$\text{SCN}^-$	$\text{CH}_3\text{COO}^-$
Перший реагент	$\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$\text{BaCl}_2$	$\text{HCl}$ (1M)	$\text{FeCl}_3$	$\text{HCl}$ (1M)
Другий реагент	1. $\text{HNO}_3$ (1M) 2. $\text{CH}_3\text{COOH}$	$\text{HNO}_3$ (1M)			
<b>Варіант 4</b>					
Аніон	$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	$\text{Br}^-$	$\text{NO}_2^-$
Перший реагент	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	$\text{BaCl}_2$	$\text{HCl}$ (1M)	$\text{KMnO}_4$ в середовищі $\text{H}_2\text{SO}_4$	Дифеніламін
Другий реагент	1. $\text{HNO}_3$ (1M) 2. $\text{CH}_3\text{COONH}_4$	$\text{HNO}_3$ (1M)			
<b>Варіант 5</b>					
Аніон	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{S}^{2-}$	$\text{Br}^-$	$\text{NO}_3^-$
Перший реагент	$\text{AgNO}_3$	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	$\text{AgNO}_3$	$\text{KMnO}_4$ в середовищі $\text{H}_2\text{SO}_4$	Дифеніламін
Другий реагент	$\text{HNO}_3$ (1M)				
<b>Варіант 6</b>					
Аніон	$\text{PO}_4^{3-}$	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{F}^-$	$\text{Cl}^-$	$\text{CH}_3\text{COO}^-$
Перший реагент	$\text{AgNO}_3$	$\text{HCl}$ (1M)	$\text{CaCl}_2$	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	$\text{FeCl}_3$ при нагріванні
Другий реагент	1. $\text{HNO}_3$ (1M) 2. $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (конц.)			Нагрівання	
<b>Варіант 7</b>					
Аніон	$\text{F}^-$	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{Cl}^-$	$\text{NO}_2^-$
Перший реагент	$\text{AgNO}_3$	$\text{BaCl}_2$	$\text{HCl}$ (1M)	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	$\text{KMnO}_4$ в середовищі $\text{H}_2\text{SO}_4$
Другий реагент	1. $\text{HNO}_3$ (1M) 2. $\text{CH}_3\text{COONH}_4$	$\text{CH}_3\text{COOH}$ при нагріванні		Нагрівання	
<b>Варіант 8</b>					
Аніон	$\text{PO}_4^{3-}$	$\text{SCN}^-$	$\text{SO}_3^{2-}$	$\text{S}^{2-}$	$\text{NO}_2^-$
Перший реагент	$\text{AgNO}_3$	$\text{AgNO}_3$	Розчин $\text{I}_2$	$\text{CdSO}_4$	$\text{KI}$ в середовищі $\text{H}_2\text{SO}_4$
Другий реагент	1. $\text{HNO}_3$ (1M) 2. $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (конц.)	1. $\text{HNO}_3$ (1M) 2. $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (конц.)			
<b>Варіант 9</b>					
Аніон	$\text{PO}_4^{3-}$	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$\text{Cl}^-$	$\text{Br}^-$	$\text{CH}_3\text{COO}^-$

Перший реагент	BaCl <sub>2</sub>	KMnO <sub>4</sub> в середовищі H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	AgNO <sub>3</sub>	AgNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (1M)
Другий реагент	1. HNO <sub>3</sub> (1M) 2. CH <sub>3</sub> COOH		Нагрівання	1. HNO <sub>3</sub> (1M) 2. NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O (конц.)	
<b>Варіант 10</b>					
Аніон	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	I <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Перший реагент	KMnO <sub>4</sub> в середовищі H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	BaCl <sub>2</sub>	HCl (1M)	AgNO <sub>3</sub>	Al в середовищі NaOH
Другий реагент		HNO <sub>3</sub> (1M)		1. HNO <sub>3</sub> (1M) 2. NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O (конц.)	
<b>Варіант 11</b>					
Аніон	SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Cl <sup>-</sup>	I <sup>-</sup>	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>
Перший реагент	AgNO <sub>3</sub>	BaCl <sub>2</sub>	Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Al в середовищі NaOH
Другий реагент	1. HNO <sub>3</sub> (1M) 2. NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O (конц.)	HNO <sub>3</sub> (1M)	Нагрівання	Нагрівання з наступним охолодженням	
<b>Варіант 12</b>					
Аніон	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	I <sup>-</sup>	S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Cl <sup>-</sup>	CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup>
Перший реагент	BaCl <sub>2</sub>	AgNO <sub>3</sub>	Розчин I <sub>2</sub>	AgNO <sub>3</sub>	FeCl <sub>3</sub> при нагріванні
Другий реагент	HNO <sub>3</sub> (1M)	1. HNO <sub>3</sub> (1M) 2. NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O (конц.)		1. HNO <sub>3</sub> (1M) 2. NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O (конц.)	

#### 4.2. Аналіз суміші аніонів I - III аналітичних груп

*Мета роботи:* за допомогою характерних реакцій виявити наявні у суміші аніони.

Аналіз суміші аніонів відрізняється від аналізу суміші катіонів. Для аніонів, як правило, використовують не систематичний хід аналізу, а розділення на групи з тим, щоб можна було, після проведення попередніх досліджень, переконатись у відсутності чи наявності тієї або іншої групи аніонів. Далі за допомогою окремих реакцій виявляють усі йони.

Описаний хід аналізу аніонів передбачає аналіз розчину на аніони при відсутності катіонів металів, які заважають аналізу аніонів, тобто у вигляді натрієвих, калієвих або амонієвих солей відповідних кислот. Усі досліди необхідно проводити з окремими частинами досліджуваного розчину.

**1. Визначення реакції (рН) досліджуваного розчину.** В залежності від реакції розчину можна зробити висновки про відсутність або наявність багатьох йонів. Якщо реакція досліджуваного розчину кисла, то в ньому не можуть бути легкі й малостійкі аніони або їх кількість у розчині незначна. Крім того, в кислому розчині не можуть бути одночасно окисники та відновники, бо за таких умов між ними відбувається взаємодія і в розчині залишаються продукти цієї взаємодії, а також ті йони, які були в надлишку відносно другого компонента (аніони-окисники чи відновники).

Отже, якщо реакція розчину кисла, то в розчині немає аніонів, солі яких розкладаються кислотами: CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>. Якщо ж реакція

досліджуваного розчину лужна, то в розчині можуть бути всі ці та інші аніони. Тоді проводять наступні попередні досліді.

**2. Виявлення аніонів летких кислот.** Якщо реакція досліджуваного розчину лужна, у пробірку вносять кілька краплин досліджуваного розчину, 0,5 см 1 М розчину сульфатної кислоти і суміш старанно перемішують. Якщо при цьому не спостерігається ніяких змін, то розчин нагрівають. При цьому можливі три випадки:

а) виділення газу свідчить про наявність одного або кількох аніонів:  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  і  $\text{NO}_2^-$ . За запахом і кольором газів, які виділяються, виявляють наявність окремих аніонів:

- запах тухлих яєць ( $\text{H}_2\text{S}$ ) свідчить про наявність сульфід-іонів;
- запах сірчастого газу ( $\text{SO}_2$ ) як при запалюванні сірників свідчить про наявність сульфит- і тиосульфат-іонів або одного з них;
- бурий колір газу ( $\text{NO}_2$ ) вказує на присутність нітрит-іонів;

б) у разі відсутності аніонів летких кислот з різким запахом при дії сульфатної кислоти може з'явитися запах оцту, що свідчить про наявність ацетат-іонів;

в) якщо при додаванні сульфатної кислоти газу не виділяються, усі вищезазначені у пункті а) аніони відсутні.

**3. Виявлення аніонів-окисників.** До 1-2 краплин досліджуваного розчину додають 2М розчин хлоридної кислоти до кислої реакції, 2-3 краплини 1%-го розчину крохмалю і 3-4 краплини розчину калій йодиду. Посиніння розчину свідчить про наявність у розчині аніонів-окисників ( $\text{NO}_3^-$ ).

**4. Виявлення аніонів-відновників.** До кількох краплин досліджуваного розчину додають 1М розчин сульфатної кислоти до нейтральної реакції і 0,5 см<sup>3</sup> надлишку. Потім додають краплинами ~ 0,02М розчин калій перманганату. Знебарвлення розчину перманганату свідчить про наявність аніонів-відновників ( $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ). Якщо розчин знебарвлюється лише при нагріванні, то це означає, що в ньому є оксалат-іони.

**5. Виявлення аніонів I групи.** До 2-3 краплин нейтрального або слабколужного досліджуваного розчину додають розчин барій хлориду. Якщо досліджуваний розчин має кислу реакцію, то його спочатку нейтралізують (найкраще – розчином барій гідроксиду).

Утворення осаду після додавання барій хлориду свідчить про присутність аніонів I групи. Якщо осад не утворюється, це означає, що аніони I групи відсутні. Слід пам'ятати, що тиосульфат-іони осаджуються у вигляді барієвих солей лише з досить концентрованих розчинів. Отже, якщо після додавання хлориду барію осад не з'явиться, треба проробити окремі реакції на тиосульфат-іони.

Осад, що утворився при дії барій хлориду, перемішують і частину суміші відливають у чисту пробірку. До цієї проби додають 2М розчин хлоридної кислоти до кислої реакції і 1 см<sup>3</sup> надлишку кислоти. Повне розчинення осаду свідчить про відсутність сульфат-іонів.

Якщо осад не розчиняється в хлоридній кислоті, то в досліджуваному розчині є сульфат-іони (зокрема і ті, що утворились внаслідок окиснення сульфит-іонів – див. реакцію виявлення сульфит-іонів дією  $\text{BaCl}_2$ ). Отже, якщо після додавання хлоридної кислоти осад не розчиняється, треба проробити окремі реакції на сульфит-іони.

До другої проби з осадом барієвих солей додають оцтову кислоту. Якщо осад повністю розчиняється, то у досліджуваному розчині, крім  $\text{SO}_4^{2-}$ , відсутні також аніони  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$  і  $\text{F}^-$ .

Після такого попереднього дослідження проробляють окремі реакції на кожний аніон, відсутність якого не доведено.

**6. Виявлення аніонів II групи.** До 3-5 краплин досліджуваного розчину додають розчин аргентум нітрату і спостерігають за утворенням осаду. Утворення чорного осаду свідчить про наявність сульфід-іонів. Якщо спочатку утворюється білий

осад, який поступово жовтіє і чорніє, то у розчині наявні аніони тіосульфату. В цю саму пробірку додають 2М розчин нітратної кислоти. Якщо осад не розчиняється, в досліджуваному розчині є аніони II групи; повне розчинення осаду в нітратній кислоті свідчить про їх відсутність.

Якщо в розчині є сульфід-йони, визначення проводять так: 3-5 краплин досліджуваного розчину підкислюють нітратною кислотою і нагрівають, щоб виділився сірководень. Потім додають надлишок розчину аргентум нітрату до повного осадження аніонів II групи. Утворений осад відфільтровують і обробляють розчином амоній карбонату. Фільтрують частину розчину, додають калій бромід і підкислюють нітратною кислотою. Утворення осаду свідчить про наявність хлорид-іонів.

Після цього проводять реакції на окремі йони. Усі інші аніони, відсутність яких не доведено попередніми дослідженнями, виявляють за допомогою окремих реакцій. При проведенні досліджень та оформленні роботи слід використовувати матеріал розділу 3.

### Контрольні запитання

1. Загальна характеристика аніонів і аналітичні класифікації аніонів за групами.
2. Аніони та реакції для визначення в сухій пробі (твердому зразку).
3. Поділ аніонів на групи за розчинністю солей барію та аргентуму.
4. Поділ аніонів за окисно-відновними властивостями.
5. Аніони, які викликають знебарвлення розчину йоду.

### Завдання для самоконтролю

1. Чому пробу на аніони I аналітичної групи з  $\text{BaCl}_2$  виконують у нейтральному або слабколужному середовищі; на аніони II групи з  $\text{AgNO}_3$  – в середовищі нітратної кислоти?
2. Чи свідчить негативна проба з  $\text{BaCl}_2$  про відсутність усіх аніонів I групи?
3. Які висновки можна зробити на підставі розчинності барієвих солей аніонів I групи?
4. Як застосовують окисно-відновні властивості аніонів в аналізі суміші аніонів? Які аніони можна визначити за знебарвленням розчину калій перманганату в кислому та нейтральному середовищах?
5. Які реакції, в якій послідовності та з якими зовнішніми ефектами перебігають при додаванні хлорної води краплями до підкисленого розчину, що містить  $\Gamma$  і  $\text{Br}^-$ -йони, в присутності бензену або хлороформу? Чи можна цією реакцією визначити  $\Gamma$  і  $\text{Br}^-$ -йони при спільній присутності? Чому хлорну воду необхідно додавати краплями?
6. Які аніони можна визначити за виділенням йоду з розчину калій йодиду в кислому середовищі?

### Інформаційні джерела

1. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму «Фармація» і «Біотехнологія» вищих навчальних закладів / Н.К. Федущак, Ю.І. Бідниченко, С.Ю. Крамаренко, В.О. Калібабчук [та ін.]. – Вінниця: Нова Книга, 2012. – 640 с.: іл. – ISBN 978-966-382-372-0.
2. Аналітична хімія: Якісний та кількісний аналіз. Навчальний конспект лекцій / В.В. Болотов, О.М. Свечнікова, М.Ю. Голік та ін.; за ред. Проф. В.В. Болотова. – Вінниця: Нова Книга, 2011. – 424 с. – ISBN 978-966-382-354-6.
3. Аналітична хімія: підручник / Д.Д. Луцевич, А.С. Мороз, О.В. Грибальська. – 2-е вид., перероб. і доп. – К.: Медицина, 2009. – 416 с.: іл. – ISBN 978-966-10-0035-2.
4. Шляніна А.В. Практикум з аналітичної хімії: навч. посібник. – К.: ВСВ «Медицина», 2010. – 144 с. – ISBN 978-617-505-006-4.