

**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”

АНАЛІЗ РОЗЧИННОЇ У ВОДІ СОЛІ

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

м. Івано-Франківськ
2015

1. Тема: Аналіз розчинної у воді солі.

2. Мета: за допомогою характерних реакцій встановити якісний склад солі.

Знати:

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

Вміти:

- виконувати характерні реакції катіонів I-III аналітичних груп;
- виконувати характерні реакції катіонів IV-IV аналітичних груп;
- проводити систематичний аналіз суміші катіонів I-III аналітичних груп;
- проводити систематичний аналіз суміші катіонів IV-IV аналітичних груп;
- проводити систематичний аналіз суміші катіонів I-VI аналітичних груп;
- 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

4. Експериментальна частина

Обладнання і реактиви: $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, NaOH (2M), HCl (1M), H_2SO_4 (1M), HNO_3 (1M), етанол, $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$, CH_3COOH , $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ + KOH (реактив Неслера), K_2CrO_4 , Na_2CO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (конц.), $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (гіпсова вода), Na_2HPO_4 , NH_4Cl , NH_4SCN , алізарин, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (2M), диметилгліоксим в середовищі $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (конц.), H_2O_2 в середовищі NaOH , BaCl_2 , CdSO_4 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, дифеніламін, HNO_3 (1M), CaCl_2 , CuSO_4 , KMnO_4 в середовищі H_2SO_4 , $\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, FeCl_3 , $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, AgNO_3 , розчин I_2 , KI в середовищі H_2SO_4 .

Зміст роботи

0,05-0,1 г отриманої для аналізу солі розчиняють в 4-5 см³ дистильованої води.

Попередні дослідження. За забарвленням розчину роблять попередній висновок про наявність забарвлених йонів: Cu^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} тощо.

Визначають реакцію середовища (рН) в розчині. Лужна реакція свідчить про наявність в розчині солей сильних основ і слабких кислот (Na_2S , K_2CO_3 , CH_3COONa тощо). Кисла реакція вказує на присутність в розчині солей сильних кислот і слабких основ (ZnCl_2 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ тощо). Нейтральна реакція вказує на те, що в розчині можуть бути солі сильних кислот і сильних основ (KCl , N_2SO_4 тощо) або солі слабких кислот і слабких основ (подібних до $\text{CH}_3\text{COONH}_4$). Перед тим, як зробити висновок про

характер досліджуваної солі, визначають рН дистильованої води, взятої для розчинення.

Після попереднього дослідження розчину солі переходять до відкриття катіонів і аніонів.

Виявлення катіону солі. Аналіз слід починати з виявлення катіона, оскільки визначений катіон виключає деякі аніони, а іноді і цілі їх групи. Наприклад, виявлені йони Ba^{2+} або Pb^{2+} в кислому розчині виключають присутність SO_4^{2-} -йонів. Якщо ж йони Ba^{2+} виявлені в розчині, що має нейтральну або лужну реакцію, в ньому не можуть міститися і всі інші аніони I аналітичної групи. За наявності йонів Ag^+ в розчині можна зробити висновок про відсутність аніонів II аналітичної групи.

В окремих частинах розчину за допомогою групових реагентів визначають належність катіону до певної аналітичної групи.

Виявлення катіонів I групи. До 1-5 краплин досліджуваного розчину додають кілька краплин розчину натрій карбонату. Якщо осад не утворюється, в розчині можуть бути присутні тільки катіони I групи. В окремих частинах досліджуваного розчину виявляють катіон, починаючи з NH_4^+ -йонів.

Виявлення катіонів II групи. До 4-5 краплин досліджуваного розчину додають кілька краплин 2М розчину хлоридної кислоти. Утворення білого осаду свідчить про наявність катіонів II групи, які виявляють характерними для них реакціями.

Виявлення катіонів III групи. До 4-5 краплин досліджуваного розчину додають кілька краплин 1 М розчину сульфатної кислоти і етилового спирту. Утворення осаду вказує на присутність у розчині катіонів III групи, які відкривають характерними для них реакціями.

Виявлення катіонів IV групи. Якщо при дії хлоридної та сульфатної кислоти осад не утворюється, то до 3-4 краплин досліджуваного розчину додають краплинами надлишок розчину натрій гідроксиду. Розчинення осаду, що утворюється, свідчить про наявність катіонів IV групи. Далі виявляють катіон характерними реакціями.

Виявлення катіонів V групи. Якщо при дії на досліджуваний розчин надлишку концентрованого розчину амоніаку осад не розчиняється, в досліджуваному розчині містяться катіони V групи. Катіон виявляють характерними реакціями.

Виявлення катіонів VI групи. Розчинення осаду, що утворюється при дії на досліджуваний розчин надлишку концентрованого розчину амоніаку, свідчить про присутність у розчині катіонів VI групи, які виявляють характерними реакціями.

Виявлення аніону солі. Після виявлення катіону за таблицею розчинності (додаток Г) роблять висновок про відсутність у досліджуваному розчині певних аніонів.

Виявлення аніонів I групи. До 3-4 краплин нейтрального або слабколужного розчину додають 2-3 краплини розчину барій хлориду. Якщо утворюється осад, то присутні аніони I групи, які виявляють характерними для них реакціями.

Виявлення аніонів II групи. До 3-4 краплин розчину додають 3-4 краплини 1М розчину нітратної кислоти і додають 2 краплини розчину аргентум нітрату. Утворення осаду свідчить про наявність аніонів II групи. Далі виявляють аніон характерними реакціями.

Виявлення аніонів III групи. Якщо при дослідженні на аніони I та II груп осади не утворились, то в розчині присутні аніони III групи, які виявляють характерними реакціями.

Деякі катіони важких металів заважають виявленню окремих аніонів, оскільки взаємодіють з реактивами на аніони. У такому випадку потрібно виявити аніон іншою якісною реакцією або видалити катіони важких металів насиченим розчином натрій карбонату. Для цього до 15-20 краплин досліджуваного розчину додають 7-8 краплин насиченого розчину натрій карбонату і кип'ятять 3-5 хв. Осад відділяють центрифугуванням, у центрифугаті виявляють аніони.

Якщо аніони належать до I аналітичної групи, то до центрифугату додають розчин нітратної або оцтової кислоти до нейтральної реакції; розчин кип'ятять для видалення CO_2 і використовують для виявлення аніонів I групи.

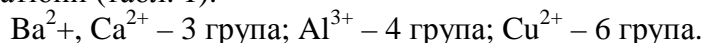
Якщо аніони належать до II аналітичної групи, то до центрифугату додають розчин HNO_3 до кислої реакції та використовують для виявлення аніонів II групи.

Якщо аніони належать до III аналітичної групи, то до центрифугату додають розчин сульфатної кислоти до нейтральної реакції; розчин кип'ятять для видалення CO_2 і використовують для виявлення аніонів III групи.

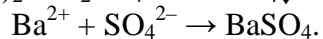
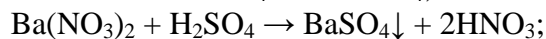
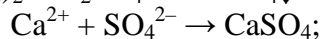
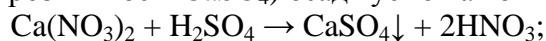
Приклад 1. Запропонувати схему розділення та виявлення йонів, що містяться у розчині (Al^{3+} , Cu^{2+} , Ba^{2+} , Ca^{2+}). Записати рівняння реакцій в молекулярному і йонному вигляді та спостереження (катіони містяться в розчині у вигляді нітратів).

Для відповіді рекомендуємо скористатись таблицями 1-7, 9, 11, 12. Наводимо одну з можливих схем розділення і виявлення катіонів.

1. Визначаємо, до яких аналітичних груп за кислотно-лужною класифікацією відносяться дані катіони (табл. 1):



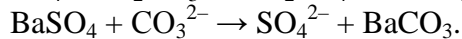
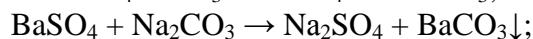
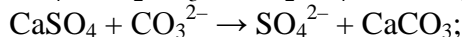
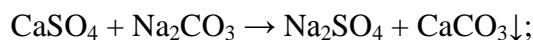
2. Дією групового реагента на катіони 3-ї групи (H_2SO_4 в присутності етанолу $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ для пониження розчинності CaSO_4) осаджуємо катіони Ca^{2+} і Ba^{2+} :



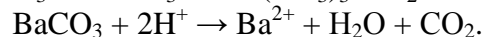
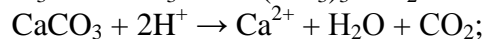
Спостерігаємо утворення білого осаду.

3. Для розділення Ca^{2+} і Ba^{2+} :

а) переводимо сульфати у карбонати дією насиченого розчину натрій карбонату Na_2CO_3 при нагріванні:



б) розчиняємо карбонати кальцію і барію в нітратній кислоті, спостерігаємо розчинення білого осаду:

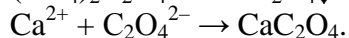
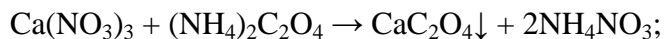


в) до отриманого розчину додаємо розчин калій дихромату в присутності натрій ацетату CH_3COONa :



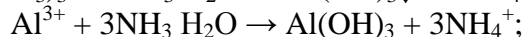
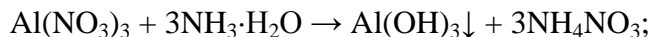
Утворення жовтого осаду BaCrO_4 підтверджує наявність йонів Ba^{2+} у вихідному розчині. Осад відокремлюємо центрифугуванням. Йони Ca^{2+} залишаються у розчині.

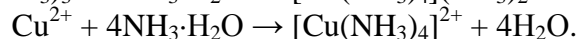
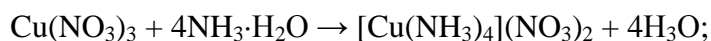
4. В центрифугаті виявляємо йони Ca^{2+} дією розчину амоній оксалату $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$:



Спостерігаємо утворення білого осаду.

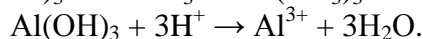
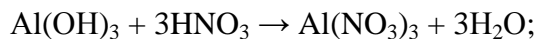
5. До розчину, що містить катіони Al^{3+} , Cu^{2+} , додаємо концентрований розчин амоніаку:



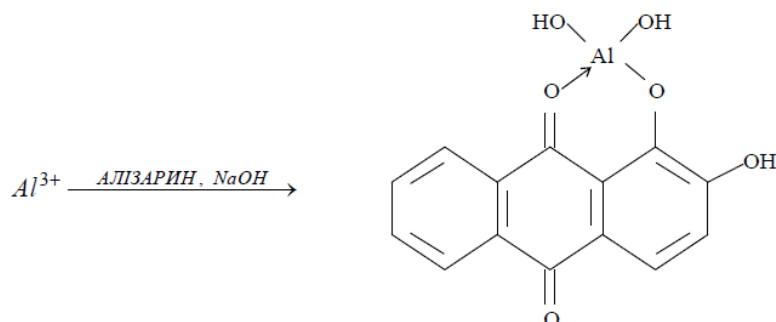


Йони Al^{3+} осаджуються у вигляді гідроксиду, йони Cu у вигляді розчинного аміачного комплексу залишаються у розчині. Осад відділяємо центрифугуванням. Забарвлення центрифугату – яскраво-синє, що підтверджує наявність йонів Cu^{2+} у вихідному розчині.

6. Для підтвердження наявності йонів Al^{3+} осад $\text{Al}(\text{OH})_3$ розчиняємо в нітратній кислоті:



Спостерігаємо розчинення білого осаду. До отриманого розчину додаємо розчин алізарину в лужному середовищі:



Спостерігаємо рожеве забарвлення розчину.

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.

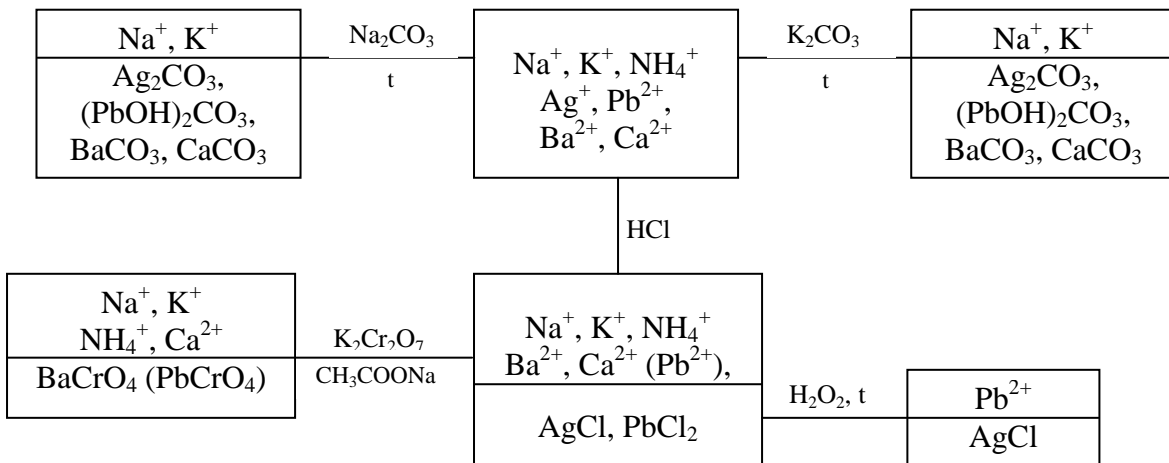
Завдання для самоконтролю

1. Чому пробу на аніони I аналітичної групи з BaCl_2 виконують у нейтральному або слабколужному середовищі; на аніони II групи з AgNO_3 – в середовищі нітратної кислоти?
2. Чи свідчить негативна проба з 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 Γ^- і Br^- -йони, в присутності бензену або хлороформу? Чи можна цією реакцією визначити Γ^- і 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.

Додаток Б
Схема розділення суміші катіонів I-III аналітичних груп



Додаток В
Схема розділення суміші катіонів IV-IV аналітичних груп

