

ПРИДНЕСТРОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ им. Т.Г. ШЕВЧЕНКО

Естественно-географический факультет

Кафедра химии и методики преподавания химии

**КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ КАТИОНОВ И АНИОНОВ
ВСЕХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ
ПО КИСЛОТНО-ЩЕЛОЧНОМУ МЕТОДУ**

Рабочая тетрадь по аналитической химии

Тирасполь

2016

УДК 54.061:543(072)(076.5)

ББК Г4р30я73+Г44р30я73

К30

Составители:

А.И. Шульман, старший преподаватель кафедры химии и МПХ

И.В. Добрянская, преподаватель II кв. кат. Тираспольского медицинского колледжа

Рецензенты:

О.А. Белошкура, преподаватель химии первой квалификационной категории

Т.В. Щука, доцент кафедры химии и МПХ к.н.х.

К30 Качественный анализ катионов и анионов всех аналитических групп химических элементов по кислотно-щелочному методу: Рабочая тетрадь по аналитической химии / Сост.: А.И. Шульман, И.В. Добрянская. – Тирасполь, 2016. – 76 с.

Данный комплекс практических занятий соответствует программным требованиям и предназначен для овладения практическими знаниями и умениями (с учетом имеющегося технического оснащения) студентами специальности «Фармация» по ОП.10 «Аналитическая химия».

УДК 54.061:543(072)(076.5)

ББК Г4р30я73+Г44р30я73

Рекомендовано Научно-методическим советом ПГУ им. Т.Г. Шевченко

© А.И. Шульман, И.В. Добрянская,
составление, 2016

Введение

Аналитическая химия – одна из фундаментальных химических дисциплин, которая закладывает основы для дальнейшего изучения будущими специалистами – фармацевтами профильных дисциплин: фармацевтической химии, фармакогнозии, фармацевтической технологии, и других.

Целью изучения аналитической химии является формирование у студентов теоретических основ химического анализа, а также практических умений и навыков его выполнения.

В целях успешного освоения курса аналитической химии и дальнейшей работы в химических лабораториях студент фармацевт должен приобрести практические навыки и глубоко освоить теоретические основы методов анализа, понимать химизм протекающих процессов уметь правильно выбрать метод анализа. Контрольные задачи предполагают самостоятельное решение задач, самоконтроль своих знаний.

Данная тетрадь предназначена для определения элементов, ионов, химических соединений обращается внимание на реакции, которые используют для обнаружения катионов и анионов, входящих в состав лекарственных субстанций, а также реакции, с помощью которых контролируют чистоту и допустимые пределы примесей в лекарственных субстанциях и препаратах.

Практические занятия по **качественному** химическому анализу считаются успешно выполненными, если студент верно идентифицировал все компоненты пробы. Студенты, полностью выполнившие программу лабораторного практикума, допускаются к сдаче зачета по курсу. При выставлении зачета учитывается вся работа студента на протяжении семестра: выполнение практических и расчетных заданий, знание теоретического и практического материала, ведение рабочей тетради.

Список сокращений

ПМУ – полное молекулярное уравнение

СИУ – сокращенное ионное уравнение

ПР – произведение растворимости

О.И. – определяемый ион

п/з – практическое занятие

Практическое занятие № 1

Тема: ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ.

СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ pH РАСТВОРОВ. БУФЕРНЫЕ РАСТВОРЫ

Цель:

Приобрести навыки расчета по следующим тема:

- а) расчет массовой доли растворения вещества, молярной концентрации;
- б) протолитические равновесия в растворах кислот и оснований;
- в) расчет равновесия в буферных растворах.

Ход работы:

Сколько граммов соли $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и сколько воды нужно взять для приготовления 200 г 8% раствора сульфата меди. (Приготовить раствор)

Дано:

Решение:

Сколько миллилитров концентрированной серной кислоты (плотность - 1,84 г/см³, массовая доля – 96%) и сколько миллилитров воды требуется для приготовления 500 г 15% раствора. Проведите эти расчеты самостоятельно и с использованием таблиц.

Вычислите грамм – эквиваленты ($M_{\text{э}}$) следующих веществ H_2SO_4 , KOH , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Дано:	Решение:

Сколько граммов кристаллической соды $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ надо взять для приготовления 500 мл 0,5 н и 0,5 М раствор. (Приготовить растворы).

Дано:	Решение:

Какова молярная и нормальная концентрация 10% раствора едкого натрия (плотность – 1,110 г/см ³).	
Дано:	Решение:
Вычислить [ОН ⁻], рОН, рН в 0,05 М растворе циановодородной кислоты.	
Дано:	Решение:
Вычислить молярную концентрацию раствора уксусной кислоты с рН = 3,54.	
Дано:	Решение:

Вычислить pH, степень диссоциации и долю (%) недиссоциированных молекул в 0,3 М растворе азотистой кислоты.	
Дано:	Решение:
Вычислить $[\text{OH}^-]$, $[\text{H}^+]$, pH и pOH в 0,8 %-ном растворе пиридина.	
Дано:	Решение:
Вычислить pH ацетатной буферной смеси, содержащей в 1 дм ³ раствора 0,2 моль CH_3COONa , 0,2 моль CH_3COOH . Как изменится pH этого раствора при добавлении 0,01 моля HCl ?	
Дано:	Решение:

Бензоатная буферная смесь содержит 0,35 моля $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ и 0,35 моля $\text{C}_6\text{H}_5\text{COONa}$ в 1 дм³ раствора. Вычислить pH буферного раствора.

Дано:	Решение:

Напишите уравнение реакции гидролиза натрия фторида. Рассчитайте константу и степень гидролиза, а также pH раствора, содержащего 32,5 мг натрия фторида в 500 см³ раствора.

Дано:	Решение:

Напишите уравнение реакции гидролиза натрия нитрита. Вычислите константу и степень гидролиза, а также pH раствора, содержащего 24,5 г этой соли в 500 см ³ раствора	
Дано:	Решение:

Самостоятельная работа

Вариант ____

Выводы: _____

Практическое занятие № 2

Тема: ГИДРОЛИЗ. РАСТВОРЫ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ. ПРОИЗВЕДЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ

Цель:

Приобрести навыки расчета по следующим тема:

- а) равновесие в растворах гидролизующихся солей;
- б) равновесие в растворах комплексных соединений;
- в) равновесия в гетерогенных системах.

Ход работы:

Напишите уравнение реакции гидролиза натрия фторида. Рассчитайте константу и степень гидролиза, а также рН раствора, содержащего 32,5 мг натрия фторида в 500 см³ раствора.

Дано:

Решение:

Напишите уравнение реакции гидролиза натрия нитрита. Вычислите константу и степень гидролиза, а также рН раствора, содержащего 24 5 г этой соли в 500 см³ раствора.	
Дано:	Решение:
Вычислите $[\text{Cu}^{2+}]$ и $[\text{NH}_3]$ в 1 М растворе $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$.	
Дано:	Решение:
Вычислите $[\text{Hg}^{2+}]$, $[\text{I}^-]$, $[\text{K}^+]$ в 0,05М растворе $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$	
Дано:	Решение:

Вычислите ПР железа (II) сульфида, если в 100 см^3 его насыщенного раствора содержится $1,97 \cdot 10^{-8} \text{ г}$ соли.

Дано:

Решение:

Вычислите ПР марганца сульфида, если концентрация его насыщенного раствора равна $1,38 \cdot 10^{-3} \text{ г/дм}^3$.

Дано:

Решение:

Вычислите ПР свинца фосфата, если концентрация его насыщенного раствора равна $1,04 \cdot 10^{-8}$ г/дм ³ .	
Дано:	Решение:

Самостоятельная работа

Вариант ____

Выводы: _____

Практическое занятие №3

Тема: КАТИОНЫ I И II АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I И II АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ

Цель:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на катионы I и II аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов I и II аналитической групп.
3. Применение в медицине I и II аналитической группы катионов.

Ход работы:

КАТИОНЫ I АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ: K^+ , Na^+ , NH_4^+

Реактивы и оборудование:

Натрий гидротартрат, гексонитрокобальтат (III), гексанитрокупрата (II) натрия, гексагидроксостибата (V), $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_5$, NaOH, реактива Несслера ($K_2[HgI_4] + KOH$), соли калия, серная кислота, вода дистиллированная, соли натрия, соли аммония, лакмусовая бумага растворов солей серебра, свинца, ртути (I), хлороводородная кислота, калия йодида, HNO_3 , калия хромата, уксусная кислота. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

РЕАКЦИИ КАТИОНОВ КАЛИЯ

1. Действие раствора натрия гидротартрата $NaHC_4H_4O_6$ (фармакопейная)

К 3–4 каплям раствора соли калия прибавляют 3–4 капли раствора $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ и потирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой. Укажите цвет осадка. Образовавшийся осадок взбалтывают и с помощью пипетки переносят в три пробирки. Исследуют отношение осадка к минеральным кислотам, щелочам и горячей дистиллированной воде.

2. Действие раствора натрия гексанитрокобальтата (III) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора соли калия прибавляют 2 капли раствора $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$,

Укажите цвет образовавшегося осадка.

3. Микрокристаллоскопическая реакция

На предметное стекло наносят 1 каплю раствора соли калия и выпаривают досуха на водяной бане. После охлаждения к сухому остатку прибавляют 1 каплю раствора $\text{Na}_3\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_3)_6]$ и образовавшиеся кристаллы рассматривают под микроскопом.

Отметьте цвет и форму кристаллов.

4. Реакция окрашивания пламени солями калия (фармакопейная)

Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают летучую соль калия и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки.

Окраску пламени солей калия в присутствии солей натрия рассматривают через синее стекло.

Укажите цвет пламени.

РЕАКЦИИ КАТИОНОВ НАТРИЯ

1. Действие раствора калия гексагидроксостибата (V) $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$

К 3–4 каплям раствора соли натрия прибавляют 3–4 капли раствора $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ и потирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой. Укажите цвет образовавшегося осадка. Осадок взбалтывают и с помощью пипетки переносят в две пробирки. Исследуют отношение осадка к раствору натрия гидроксида и горячей дистиллированной воде.

Испытывают отношение реагента $K[Sb(OH)]$ к 2М раствору HCl .

К 2–3 каплям раствора $K[Sb(OH)_6]$ прибавляют 2 капли 2М раствора HCl . Укажите цвет и структуру образовавшегося осадка, сделайте вывод об условиях обнаружения катионов Na^+ с $K[Sb(OH)_6]$.

2. Микрорентгенофлуоресцентная реакция (фармакопейная)

На предметное стекло наносят 1 каплю раствора соли натрия и осторожно выпаривают почти досуха на водяной бане. После охлаждения рядом с сухим остатком наносят 1 каплю раствора $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_6$ и соединяют их стеклянной палочкой. Образовавшиеся кристаллы рассматривают под микроскопом. Укажите цвет и форму кристаллов.

3. Реакция окрашивания пламени солями натрия (фармакопейная)

Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают летучую соль натрия и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки.

Укажите цвет пламени.

РЕАКЦИИ ИОНОВ АММОНИЯ

1. Действие щелочей (фармакопейная)

К 3–4 каплям раствора соли аммония прибавляют 3–4 капли 2М раствора $NaOH$ или KOH , нагревают на водяной бане. К отверстию пробирки подносят влажную красную лакмусовую бумажку, не касаясь стенки пробирки. Укажите изменение цвета бумажки.

2. Действие реактива Несслера ($K_2[HgI_4] + KOH$) (фармакопейная)

К 2–3 каплям разбавленного раствора соли аммония прибавляют 2–3 капли реактива Несслера. Укажите цвет осадка или раствора.

3. Отношение солей аммония к нагреванию

В фарфоровую лодочку помещают несколько кристаллов аммония хлорида и нагревают в пламени газовой горелки. Укажите аналитический эффект.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
K ⁺	NaHC ₄ H ₄ O ₆			
	Na ₃ [Co(NO ₂) ₆]			
	Na ₃ Pb[Cu(NO ₃) ₆]			
Na ⁺	K[Sb(OH) ₆]			
	Zn(UO ₂) ₃ (CH ₃ COO) _s			
	окраска пламени			
NH ₄ ⁺	NaOH или KOH			
	(K ₂ [HgI ₄] + KOH)			
	отношение к нагреву			

Систематический ход анализа смеси катионов I аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания

Анализируемая проба может быть сухой (в виде оснований, солей и смеси солей) или в виде раствора. Ее внимательно рассматривают и описывают внешний вид (цвет, форму кристаллов, запах и др.). При анализе сухой пробы испытывают ее растворимость в воде. В полученном или в исходном растворе определяют pH среды с помощью индикаторной бумажки. Если проба хорошо растворима в воде и имеет кислую реакцию среды, то в ней, возможно, присутствуют катионы аммония (объясните).

Выполняют реакцию окрашивания пламени. Очищенной и раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы и вносят в бесцветную часть пламени газовой горелки. Если проба в виде раствора, его предварительно выпаривают досуха.

2. Определение катионов аммония

Действие реактива Несслера ($K_2[HgI_4] + KOH$)

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 3–5 капель реактива Несслера.

3. Определение катионов калия

3.1. Подготовка раствора

К 5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5 капель 2М раствора Na_2CO_3 или NaOH. Пробирку с раствором нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (влажная красная лакмусовая бумажка не должна синеть). После удаления ионов аммония к раствору прибавляют по каплям 2М раствор уксусной кислоты до нейтральной реакции (проба с индикатором), упаривают на водяной бане и охлаждают.

3.2. Обнаружение катионов калия действием раствора натрия гидротартрата $NaHC_4H_4O_6$

К 2 каплям раствора, полученного по п. 3.1, прибавляют 3–4 капли раствора $NaHC_4H_4O_6$, потирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой.

3.3. Обнаружение катионов калия действием раствора натрия гексанитрокобальтата (III) $Na_3[Co(NO_2)_6]$

К 3–4 каплям раствора, полученного по п. 3.1, прибавляют 2 капли раствора $Na_3[Co(NO_2)_6]$.

4. Определение катионов натрия

4.1. Подготовка раствора

К 5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5 капель 2 М раствора K_2CO_3 или KOH. Пробирку с раствором нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (влажная красная лакмусовая бумажка не должна синеть). После удаления ионов аммония к полученному раствору прибавляют каплями 2М раствор уксусной кислоты до нейтральной реакции (проба с индикатором), упаривают на водяной бане и охлаждают.

4.2. Обнаружение катионов натрия действием раствора калия гексагидроксостибата (V) $K[Sb(OH)_6]$

К 3–4 каплям раствора, полученного по п. 4.1, прибавляют 3–4 капли раствора $K[Sb(OH)_6]$ и потирают стенки пробирки стеклянной палочкой.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	NH_4^+	$(\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH})$				
2.	K^+	$\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$				
		$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$				
3.	Na^+	$\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$				
4.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Применение в медицине и фармации катионов I аналитической группы _____

КАТИОНЫ II АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}

1. Действие 2М раствора хлороводородной кислоты (фармакопейная)

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) добавляют по 2–3 капли 2М раствора хлороводородной кислоты.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Исследуют отношение образовавшихся осадков к раствору аммиака и избытку хлороводородной кислоты.

2. Действие растворов щелочей

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2–3 капли раствора натрия или калия гидроксидов.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Образовавшиеся осадки делят на три части и исследуют их отношение к раствору аммиака, разведенной азотной кислоте и избытку растворов натрия или калия гидроксидов.

3. Действие раствора калия йодида (фармакопейная)

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2–3 капли раствора калия йодида.

Укажите цвет образовавшихся осадков.

Осадок свинца йодида делят на две части. К первой прибавляют 3–4 капли разведенной уксусной кислоты, ко второй – 10 капель дистиллированной воды. Пробирки нагревают, а потом охлаждают. Укажите наблюдаемые эффекты.

4. Действие раствора калия хромата

К 2–3 каплям растворов солей серебра, свинца, ртути (I) прибавляют по 2–3 капли калия хромата.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Осадок свинца хромата делят на две части и исследуют его отношение к 2*M* растворам HNO_3 и NaOH .

5. Действие сульфатов на катион свинца

К 2–3 каплям раствора соли свинца прибавляют 2–3 капли 1*M* раствора серной кислоты. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Осадок делят на две части и исследуют его отношение к 2*M* раствору NaOH и 30%-ному раствору $\text{CH}_3\text{COONH}_4$.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
групповой реактив	HCl			
Ag ⁺	NaOH или KOH			
	KI			
	K ₂ CrO ₄			
Pb ²⁺	NaOH или KOH			
	KI			
	K ₂ CrO ₄			
	H ₂ SO ₄			
Hg ₂ ²⁺	NaOH или KOH			
	KI			
	K ₂ CrO ₄			

Систематический ход анализа смеси катионов II аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з №3)

2. Осаждение хлоридов катионов II аналитической группы

К 8–10 каплям исследуемого раствора прибавляют 8–10 капель 2 М раствора хлороводородной кислоты и перемешивают. В центрифугате проверяют полноту осаждения. Если при добавлении к центрифугату

хлороводородной кислоты выпадает осадок, то осаждение повторяют (при этом полное осаждение катионов свинца не достигается). Осадок промывают 10 каплями холодной воды, содержащей 2 капли **2M** раствора хлороводородной кислоты. Осадок отделяют центрифугированием. Центрифугат не исследуют.

3. Отделение и обнаружение катионов свинца

Осадок обрабатывают 8–10 каплями дистиллированной воды, нагревают на водяной бане и быстро центрифугируют. В центрифугате обнаруживают ионы свинца действием растворов калия хромата или калия йодида.

Если ионы свинца обнаружены, их отделяют промыванием осадка порциями горячей воды до полного удаления ионов свинца (отрицательная реакция с хромат-ионами).

4. Отделение катионов серебра и обнаружение катионов ртути (I)

Осадок, полученный по п. 3, обрабатывают концентрированным раствором аммиака (6–9 капель). Почернение осадка указывает на присутствие катионов ртути (I). Осадок отделяют центрифугированием и переносят в стакан для отходов солей ртути, центрифугат анализируют на присутствие катионов Ag^+ .

5. Обнаружение катионов серебра

К центрифугату, полученному по п. 4, прибавляют концентрированную азотную кислоту до кислой реакции среды. Образование белого осадка или мути указывает на присутствие катионов серебра.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	катионы II группы	HCl				
2.	Pb^{2+}	KI				
		K_2CrO_4				

Окончание таблицы

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
3.	Hg_2^{2+}	NH_4OH				
4.	Ag^+	HNO_3				
5.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Применение в медицине и фармации катионов II аналитической группы. _____

Самостоятельная работа

Вариант _____

Выводы: _____

Практическое занятие №4

ТЕМА: КАТИОНЫ III АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ III ГРУППЫ

Цель:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на катионы III аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов III аналитической группы.
3. Применение в медицине III аналитической группы катионов.

Ход работы:

КАТИОНЫ III АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ: Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}

Реактивы и оборудование:

Соли бария, стронция, кальция, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствор CaSO_4), вода дистиллированная, калия хромата, уксусная кислота, оксалат аммония. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

1. Действие 1 М раствора серной кислоты

К 2–3 каплям растворов солей кальция, бария, стронция прибавляют последовательно по 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты и по 3–5 капель этилового спирта. Укажите цвет образовавшихся осадков

и объясните, почему сульфаты катионов III аналитической группы осаждаются по разному. Испытывают отношение осадков к действию растворов минеральной и уксусной кислот.

2. Действие гипсовой воды (насыщенного раствора CaSO_4)

К 2–3 каплям раствора соли стронция прибавляют 3–4 капли гипсовой воды. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Испытывают отношение осадка к действию растворов минеральной и уксусной кислот.

3. Действие раствора калия хромата

К 2–3 каплям растворов соли бария и кальция прибавляют 2–3 капли раствора калия хромата. Укажите цвет образовавшихся осадков.

Испытывают отношение осадков к действию растворов минеральной и уксусной кислот.

4. Действие оксалата аммония на соли кальция(фармакопейная)

В пробирку вносят 3 капли раствора хлорида кальция прибавляют каплю уксусной кислоты и 3 капли раствора оксалата аммония. Укажите цвет образовавшегося осадка.

5. Реакция окрашивания пламени солями бария, стронция, кальция(фармакопейная)

Очищенной раскаленной нихромовой петлей захватывают летучую соль соответствующего катиона и вносят в бесцветное пламя газовой горелки. Отмечают цвет пламени.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
групповой реактив	H_2SO_4			
Ba^{2+}	K_2CrO_4			
	окрас пламени			

Окончание таблицы

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
Sr^{2+}	CaSO_4			
	окрас пламени			
Ca^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$			
	K_2CrO_4			

Систематический ход анализа катионов III аналитической группы

1. Предварительные испытания и наблюдения (см. п/з №3)

2. Действие группового реагента

К 30–40 каплям исследуемого раствора прибавляют последовательно по 10–15 капель 1М раствора серной кислоты и этилового спирта, перемешивают. Смесь нагревают на водяной бане, охлаждают и центрифугируют. Проверяют полноту осаждения. После достижения полноты осаждение центрифугат отбрасывают, осадок промывают дистиллированной водой, к которой прибавляют несколько капель серной кислоты.

3. Перевод сульфатов катионов III аналитической группы в карбонаты

Осадок сульфатов катионов III аналитической группы, полученный по п. 2, помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 15–20 капель насыщенного раствора карбоната натрия и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10–15 минут при постоянном перемешивании.

Охлажденную смесь переносят в пробирку и центрифугируют. Центрифугат отбрасывают. Эту операцию повторяют не менее трех раз.

Для контроля полноты перевода сульфатов в карбонаты к небольшой части осадка прибавляют несколько капель 2 *М* раствора хлороводородной кислоты. Растворение осадка указывает на полное переведение сульфатов в карбонаты. Осадок карбонатов промывают холодной дистиллированной водой и центрифугируют. Центрифугат отбрасывают.

4. Растворение осадка карбонатов

Осадок, полученный по п. 3, растворяют в 15–20 каплях 2*М* раствора уксусной кислоты при нагревании на водяной бане.

5. Обнаружение и отделение катионов бария

К 2–3 каплям раствора, полученного по п. 4, прибавляют 2 капли раствора калия хромата. Образование желтого осадка указывает на присутствие ионов бария. Если они присутствуют, то ко всему раствору прибавляют раствор калия хромата в таком количестве, чтобы жидкость над осадком была окрашена в желтый цвет. Проверяют полноту осаждения BaCrO_4 . Осадок отделяют центрифугированием и отбрасывают.

6. Обнаружение и отделение катионов стронция

К 3–4 каплям центрифугата, полученного по п. 5, прибавляют 3–4 капли гипсовой воды, нагревают на водяной бане в течение 1–2 минут и оставляют на несколько минут. Появление белой мути указывает на присутствие ионов стронция.

Если ионы стронция присутствуют, то к центрифугату прибавляют 1,5 объема насыщенного раствора аммония сульфата и нагревают на водяной бане 10–15 минут. Смесь центрифугируют и осадок не анализируют.

7. Обнаружение катионов кальция

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 6, прибавляют 2–3 капли 2 *М* раствора уксусной кислоты и 4–5 капель раствора аммония оксалата. Образование белого осадка указывает на присутствие катионов Ca^{2+} .

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	катионы III группы	H_2SO_4, C_2H_5OH				
2.	сульфаты в карбонаты	Na_2CO_3	записать уравнения реакции			
3.	Ba^{2+}	K_2CrO_4				
4.	Sr^{2+}	$CaSO_4, (NH_4)_2SO_4$				
5.	Ca^{2+}	$(NH_4)_2C_2O_4$				
6.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Применение в медицине и фармации катионов III аналитической группы. _____

Самостоятельная работа

Вариант _____

Выводы: _____

Практическое занятие № 5

ТЕМА: КАТИОНЫ IV АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ IV ГРУППЫ КАТИОНОВ

Цель:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на катионы IV аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов IV аналитической группы.
3. Применение в медицине IV аналитической группы катионов.

Ход работы:

КАТИОНЫ IV АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ: Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn(IV) , As(III) , As(V)

Реактивы и оборудование:

Растворы солей Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn(IV) , As(III) , As(V) , серная кислота, натрия арсенита, пероксида водорода, амиловый спирт, $\text{Co(NO}_3)_2$, натрия ацетата, ализарин, дитизон, гексацианоферрата (II), вода дистиллированная, хлороводородная кислота, калия хромата, уксусная кислота. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга, фильтровальная бумага.

1. Действие раствора NaOH

К 3–4 каплям растворов солей Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn(IV) , As(III) , As(V) прибавляют по 3–4 капли раствора натрия гидроксида.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Исследуют отношение осадков к действию избытка растворов натрия гидроксида и минеральной кислоты.

2. Восстановление As (III) и As (V) до AsH_3 (Соединения мышьяка – сильный яд!)

В пробирку помещают гранулу металлического цинка, прибавляют 10-15 капель раствора хлороводородной кислоты 5 капель раствора натрия арсенита. Пробирку закрывают сухой полоской фильтровальной бумаги, предварительно пропитанной ртуты (II) хлоридом.

Укажите аналитический эффект.

3. Окисление солей Sn^{2+} солями Hg^{2+}

К 2–3 каплям раствора соли олова (II) прибавляют 2–3 капли раствора соли ртуты (II). Укажите аналитический эффект.

4. Окисление ионов Cr^{3+} пероксидом водорода

К 2–3 каплям раствора соли хрома (III) прибавляют 5–6 капель 2М раствора натрия гидроксида, 2–3 капли 3 %-ного раствора пероксида водорода и нагревают несколько минут на водяной бане до перехода зеленой окраски раствора в желтую.

5. Образование надхромовой кислоты

К 2–3 каплям раствора калия хромата подкисляют 2 каплями минеральной кислоты, прибавляют 4–5 капель амилового спирта и 1 каплю пероксида водорода. Укажите аналитический эффект.

6. Действие раствора калия гексацианоферрата (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ на раствор соли цинка(фармакопейная)

К 2–3 каплям соли цинка прибавляют 2 капли раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Укажите аналитический эффект. Исследуют растворимость полученного осадка в разведенной HCl .

7. Действие дитизона на раствор соли цинка

К 8 каплям раствора соли цинка прибавляют 5 капель аммиачного буферного раствора и 5 капель раствора дитизона.

Укажите аналитический эффект.

8. Действие ализарина на раствор соли алюминия.

К 2–3 каплям раствора соли алюминия прибавляют 10 капель раствора аммиака, 2 капли ализарина. После появления фиолетовой окраски в исследуемый раствор прибавляют по каплям CH_3COOH до пере-
хода фиолетовой окраски в красную.

9. Действие раствора натрия ацетата на раствор соли алюминия

К 2–3 каплям раствора соли алюминия прибавляют 2–3 капли раствора натрия ацетата и нагревают на водяной бане.

Укажите аналитический эффект.

10. Образование кобальта алюмината (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора соли алюминия прибавляют 2 капли раствора аммиака. Осадок $\text{Al}(\text{OH})_3$ отфильтровывают, осторожно высушивают, смачивают разведенным раствором $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, высушивают и прокаливают в пламени газовой горелки. Укажите цвет осадка.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
групповой реактив	NaOH			

Окончание таблицы

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
As (III) As (V)	Zn, HCl, HgCl ₂			
Sn ²⁺	HgCl ₂			
Cr ²⁺	NaOH, H ₂ O ₂			
	C ₅ H ₁₁ OH, H ₂ O ₂			
Zn ²⁺	K ₄ [Fe(CN) ₆]			
	дитизон			
Al ³⁺	ализарин			
	CH ₃ COONa			
	NH ₄ OH, Co(NO ₃) ₂			

Систематический ход анализа смеси катионов IV аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з №3)
2. Обнаружение мышьяка (III) и мышьяка (V) в отдельной пробе.
3. Действие группового реагента

В пробирку отбирают 20–25 капель исходного раствора, прибавляют по каплям 6 М раствор натрия гидроксида до образования осадка, а затем – до полного его растворения. К этому раствору прибавляют

5 капель 3 %-ного раствора пероксида водорода, перемешивают и нагревают на водяной бане до полного разрушения пероксида водорода (прекращение выделения пузырьков кислорода из раствора).

4. Выделение ионов алюминия и олова (IV) в виде гидроксидов

К раствору, полученному по п. 3, прибавляют несколько кристаллов аммония хлорида и нагревают. Осадок, содержащий $Al(OH)_3$ и $Sn(OH)_4$, отделяют центрифугированием и промывают дистиллированной водой.

5. Растворение осадков $Al(OH)_3$, $Sn(OH)_4$ в хлороводородной кислоте

Осадок, полученный по п. 4, растворяют в 2М растворе хлороводородной кислоты.

6. Обнаружение катионов алюминия

В отдельных порциях раствора, полученного по п. 5, обнаруживают ионы алюминия действием растворов ализарина или натрия ацетата.

7. Обнаружение катионов олова

К части раствора, полученного по п. 5, прибавляют 3–4 капли 2М раствора хлороводородной кислоты, железные стружки, кипятят 3 минуты, центрифугируют. В центрифугате определяют ионы олова (II) действием солей ртути (II).

8. Обнаружение катионов цинка

В центрифугате, полученном по п. 4, обнаруживают ионы цинка реакцией с растворами $K_4[Fe(CN)_6]$ или дитизона.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	катионы IV группы	NaOH				
2.	As (III) As (V)	Zn, HCl, HgCl ₂				
3.	Al ³⁺	ализарин				
4.		CH ₃ COONa				
5.	Sn ²⁺	Fe, HCl, HgCl ₂				
6.	Zn ²⁺	K ₄ [Fe(CN) ₆]				
		дитизон				
7.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Применение в медицине и фармации катионов IV аналитической группы. _____

Самостоятельная работа

Вариант _____

Выводы: _____

Практическое занятие №6

Тема: КАТИОНЫ V АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ V ГРУППЫ КАТИОНОВ

Цель:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на катионы V аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов V аналитической группы.
3. Применение в медицине V аналитической группы катионов.

Ход работы:

КАТИОНЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ: Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb (V), Sb (III), Bi^{3+}

Реактивы и оборудование:

Растворы солей Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb (V), Sb (III), Bi^{3+} гранула цинка, аммония персульфата, натрия гексагидроксостаннита (II) аммония тиоцианата, калия гексацианоферрата (I I), калия гексацианоферрата (I I I), NH_4Cl , натрия гидрофосфата. вода дистиллированная, хлороводородная кислота, HNO_3 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, нихромовая петля, фарфоровая лодочка.

1. Действие раствора натрия гидроксида NaOH

К 6–8 каплям растворов солей Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Sb (V), Sb (III), Bi^{3+} прибавляют по 5–6 капель 2M раствора натрия гидроксида.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Каждый осадок разделяют на три части и исследуют его отношение к избытку щелочи, минеральной кислоты, насыщенного раствора аммония хлорида.

РЕАКЦИИ КАТИОНОВ МАГНИЯ

1. Действие раствора натрия гидрофосфата Na_2HPO_4 (фармакопейная)

К 1–2 каплям раствора магния хлорида прибавляют по 2 капли раствора NH_4Cl , 2 М раствора аммиака и 1 каплю раствора Na_2HPO_4 .

Укажите цвет образовавшегося осадка.

РЕАКЦИЯ КАТИОНОВ ЖЕЛЕЗА (II)

1. Действие раствора калия гексацианоферрата (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

К 2–3 каплям раствора соли железа (II) прибавляют 2 капли раствора $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Испытывают отношение осадка к действию минеральной кислоты и щелочи.

РЕАКЦИИ КАТИОНОВ ЖЕЛЕЗА (III)

1. Действие раствора калия гексацианоферрата (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора соли железа (III) прибавляют раствор $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Укажите цвет образовавшегося осадка.

Испытывают отношение осадка к действию минеральной кислоты и щелочи.

2. Действие раствора аммония тиоцианата NH_4NCS (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора солей железа (III) прибавляют 1 каплю раствора NH_4NCS . Укажите аналитический эффект.

К окрашенному раствору прибавляют несколько кристаллов NaF . Укажите наблюдаемый эффект.

РЕАКЦИЯ КАТИОНОВ МАРГАНЦА

Окисление Mn^{2+} до MnO^- с помощью раствора аммония персульфата

К 4–5 каплям 2 М раствора азотной кислоты прибавляют 2 капли серебра нитрата, несколько кристаллов аммония персульфата и нагревают до (50–60) °С. В нагретую смесь прибавляют с помощью стеклянной палочки 1 каплю разбавленного раствора соли марганца (II) и перемешивают. Укажите аналитический эффект.

РЕАКЦИИ КАТИОНОВ ВИСМУТА

Действие свежеприготовленного натрия гексагидроксостаннита (II) $\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$

К 3 каплям раствора соли раствора олова (II) прибавляют раствор натрия гидроксида до образования осадка и его растворения. К полученному раствору прибавляют 1–2 капли раствора соли висмута. Укажите цвет образовавшегося осадка.

РЕАКЦИЯ КАТИОНОВ СУРЬМЫ (III), (V)

Восстановление ионов сурьмы

На никелевую пластинку наносят 1–2 капли раствора соли сурьмы (III) или (V) и прибавляют гранулу цинка. Образовавшееся черное пятно промывают дистиллированной водой и исследуют его отношение к концентрированной хлороводородной кислоте.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
групповой реактив	NaOH			
Mg²⁺	NH ₄ Cl, Na ₂ HPO ₄			
Fe²⁺	K ₃ [Fe(CN) ₆]			
Fe³⁺	K ₄ [Fe(CN) ₆]			
	NH ₄ NCS			
Mn²⁺	AgNO ₃ , (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈			
Bi²⁺	Na ₄ [Sn(OH) ₆]			
Sb (III), Sb (V)	Zn, H ₂ SO ₄ , HCl			

Систематический ход анализа катионов V аналитической группы

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з №3)

2. Обнаружение катионов дробным методом

2.1. Обнаружение катионов железа (II)

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 2M раствора хлороводородной кислоты и 1–2 капли раствора K₃[Fe(CN)₆].

2.2. Обнаружение катионов железа (III)

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 2М раствора хлороводородной кислоты и 1–2 капли раствора $K_4[Fe(CN)_6]$.

3. Отделение и обнаружение катионов сурьмы

К 20–25 каплям исследуемой смеси (с осадком или без осадка) прибавляют 15–20 капель 2 М раствора азотной кислоты 10 капель 3 %-ного раствора пероксида водорода и нагревают на водяной бане до полного разложения H_2O_2 . Смесь центрифугируют В центрифугате – катионы V аналитической группы, в осадке – $HSbO_3$. Осадок, полученный по п. 3, растворяют в 8–10 каплях концентрированной хлороводородной кислоты. На никелевую пластинку наносят 1–2 капли полученного раствора и прибавляют к нему гранулу цинка.

4. Осаждение гидроксидов катионов V аналитической группы

К центрифугату, полученному по п. 3, прибавляют 20–25 капель концентрированного раствора аммиака, перемешивают и осторожно нагревают. Осадок, содержащий гидроксиды и основные соли катионов V аналитической группы, отделяют центрифугированием. Центрифугат отбрасывают.

5. Отделение и обнаружение катионов магния

К осадку, полученному по п. 4, прибавляют насыщенный раствор аммония хлорида, 5 капель 3 %-ного раствора H_2O_2 и нагревают. Смесь центрифугируют. В центрифугате – ионы магния, в осадке оксиды, гидроксиды и основные соли катионов V аналитической группы (кроме катионов магния и сурьмы).

5.1. Обнаружение катионов магния.

К 3 каплям центрифугата, полученного по п. 5, прибавляют 2 капли раствора натрия гидрофосфата, по 2 капли растворов аммония хлорида и 2М раствора аммиака, смесь перемешивают.

5.2. Обнаружение катионов магния микрокристаллоскопической реакцией.

На предметное стекло наносят 1 каплю центрифугата, полученного по п. 5, а рядом помещают по I капле растворов натрия гидрофосфата, аммония хлорида и 2 М раствора аммиака. Осторожно соединяют капли стеклянной палочкой и рассматривают образовавшийся осадок под микроскопом.

6. Отделение и обнаружение катионов марганца

К осадку, полученному по п. 5, прибавляют 10–15 капель 2М раствора азотной кислоты. Смесь центрифугируют. В центрифугате – Fe^{3+} , Bi^{3+} , в осадке – H_2MnO_3 ($\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$).

6.1. Растворение осадка $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

Небольшую часть осадка, полученного по п. 6, несколько раз промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции за хлорид-ионы. Потом к нему прибавляют 2–3 капли 2М раствора азотной кислоты и 2–3 капли 3 %-ного раствора H_2O_2 , нагревают на водяной бане до полного разложения H_2O_2 .

6.2. Определение катионов марганца

Готовят окислительную смесь: к 3–4 каплям 2М раствора азотной кислоты прибавляют 2 капли раствора AgNO_3 и несколько кристаллов $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$. Смесь перемешивают, нагревают приблизительно до 50 °С и вносят стеклянной палочкой 1 каплю раствора, полученного по п. 6.1.

7. Определение катионов висмута

В центрифугате, полученном по п. 6, определяют катионы висмута действием свежеприготовленного натрия гексагидроксостаннита (II) $\text{Na}_4[\text{Sn}(\text{OH})_6]$.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	Fe^{2+}	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$				
2.	Fe^{3+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.				
3.	Sb (III), Sb (V)	Zn, HCl				

Окончание таблицы

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
4.	Mg²⁺	NH ₄ Cl, Na ₂ HPO ₄				
5.	Mn²⁺	AgNO ₃ , (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈				
6.	Bi²⁺	Na ₄ [Sn(OH) ₆]				
7.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Применение в медицине и фармации катионов V аналитической группы _____

Самостоятельная работа

Вариант _____

Выводы: _____

Практическое занятие № 7

Тема: АНАЛИЗ КАТИОНОВ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I–VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ

Цель:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на катионы VI аналитической группы.
2. Анализировать смесь катионов VI аналитической группы.
3. Применение в медицине VI аналитической группы катионов.
4. Уметь анализировать смеси катионов I–VI аналитической группы

Ход работы:

КАТИОНЫ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ: Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}

Реактивы и оборудование:

Растворы солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , серная кислота, вода дистиллированная, натрия фторид, амиловый спирт, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, SnCl_2 , калия йодида, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, раствора аммиака. хлороводородная кислота натрий карбонат, уксусная кислота, лакмусовая бумага, натрий гидротартрат, гесанитрокобальтат натрия, карбонат калия, цинкуранилацетат, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствора CaSO_4), калия хромата, оксалат аммония, этиловый спирт, натрия арсенита, пероксида водорода, амиловый спирт, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, натрия ацетата, ализарин, дитизон, гексацианоферрата (II),

(V), гранула цинка, аммония персульфата, натрия гексагидроксостаннита (II) аммония тиоцианата, калия гексацианоферрата (II), калия гексацианоферрата (III), NH_4Cl , натрия гидрофосфата. HNO_3 натрия фторид, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, SnCl_2 , калия йодида, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, раствора аммиака. Пробирки, пипетки, химические стаканы, пробиркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, фарфоровая лодочка, фильтровальная бумага, центрифуга, микроскоп.

Смеси, содержащие соединения ртути (II), полученные при выполнении реакций, сливают в специальные склянки.

1. Действие растворов щелочей

К 2–3 каплям растворов солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} прибавляют по 2–3 капли раствора NaOH . Укажите цвет образовавшихся осадков.

Испытывают отношение полученных осадков к избытку растворов NaOH и HCl .

2. Действие раствора аммиака (фармакопейная)

К 2–3 каплям растворов солей Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} прибавляют по 2–3 капли концентрированного раствора аммиака, а потом его избыток. Укажите аналитический эффект.

РЕАКЦИЯ КАТИОНОВ МЕДИ

1. Действие натрия тиосульфата

К 2–3 каплям растворов солей Cu^{2+} прибавляют несколько кристаллов $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и нагревают до $(60\text{--}80)^\circ\text{C}$. Укажите цвет образовавшегося осадка.

2. Реакция окрашивания пламени

Внести в пламя горелки несколько кристаллов соли меди. Сделать вывод об окраске пламени.

РЕАКЦИИ КАТИОНОВ РТУТИ (II)

1. Действие раствора калия йодида Соли ртути ядовиты! (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора соли ртути (II) прибавляют 1–2 капли раствора калия йодида, а потом его избыток. Укажите аналитический эффект.

2. Действие раствора олова (II) хлорида (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора соли ртути (II) прибавляют по каплям раствор SnCl_2 , наблюдая за изменениями, которые происходят при добавлении каждой капли.

РЕАКЦИЯ КАТИОНОВ КОБАЛЬТА

Действие роданида аммония

На фильтровальную бумагу нанести каплю роданида аммония и каплю раствора сульфата кобальта. Бумагу подержать над парами аммиака и подсушить. Укажите аналитический эффект.

РЕАКЦИЯ КАТИОНОВ НИКЕЛЯ

Действие реактива Чугаева (диметилглиоксима)

К 2–3 каплям раствора соли никеля прибавляют 5 капель аммиачного буферного раствора и 2–3 капли реактива Чугаева.

Укажите аналитический эффект.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы. Условия
групповой реактив	NH_4OH			
Cu^{2+} Hg^{2+} Co^{2+} Ni^{2+}	NaOH			
Cu^{2+}	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$			
	Окрас пламени			
Hg^{2+}	KI			
	SnCl_2			
Co^{2+}	NH_4NCS			
Ni^{2+}	Реактив Чугаева			

Систематический ход анализа смеси катионов VI аналитической группы

1. Предварительные испытания и наблюдения (см. п/з №3)
2. Действие группового реагента

К 10 каплям исследуемой смеси прибавляют полуторакратный объем концентрированного раствора аммиака.

3. Разрушение аммиачных комплексных соединений

К раствору, полученному по п. 2, прибавляют 6М раствор серной кислоты до кислой реакции (проба с лакмусовой бумажкой).

4. Отделение катионов меди и ртути (II)

К раствору, полученному по п. 3, прибавляют несколько кристаллов натрия тиосульфата, перемешивают, нагревая на водяной бане, и центрифугируют. В осадке – S, Cu₂S и HgS, в центрифугате – ионы кобальта и никеля.

5. Отделение Cu₂S↓ от HgS↓

Осадок, полученный по п. 4, обрабатывают 5–7 каплями 2М раствора азотной кислоты при нагревании и центрифугируют. В осадке – HgS и S, в центрифугате – ионы меди (II).

6. Растворение HgS↓ и определение катионов ртути (II)

6.1. Растворение HgS ↓

К осадку, полученному по п. 5, прибавляют по 2–3 капли бромной воды, нагревают и центрифугируют. В осадке – S, в центрифугате Hg²⁺-ионы.

6.2. Определение катионов ртути (II)

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 6.1, прибавляют 3–4 капли воды и 3–4 капли раствора SnCl₂.

7. Определение катионов меди

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 5, прибавляют избыток концентрированного раствора аммиака (8–10 капель).

8. Анализ центрифугата, содержащего катионы кобальта и никеля

8.1. Определение катионов кобальта (II)

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 4, прибавляют несколько кристаллов аммония тиоцианата, 5–6 капель амилового спирта и взбалтывают. При появлении красного окрашивания (ионы Fe³⁺)

прибавляют раствор натрия фторида и встряхивают. Если органический слой окрашивается в синий цвет, в растворе присутствуют ионы Co^{2+} .

8.2. Определение катионов никеля

К 2–3 каплям центрифугата, полученного по п. 4, прибавляют 5–6 капель концентрированного раствора аммиака и 2–3 капли реактива Чугаева.

Контрольная задача

Внешний вид, окрашивание пламени						
№п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	Hg^{2+}	SnCl_2				
2.	Cu^{2+}	NH_4OH				
3.	Co^{2+}	NH_4NCS , $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$				
4.	Ni^{2+}	Реактив Чугаева				
5.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Применение в медицине и фармации катионов VI аналитической группы _____

СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ ХОД АНАЛИЗА СМЕСИ КАТИОНОВ I-VI АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

АНАЛИЗ РАСТВОРА БЕЗ ОСАДКА

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з №3).

2. Определение катионов дробным методом в исследуемом растворе

В отдельных порциях исследуемого раствора специфическими реакциями определяют ионы NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+} .

3. Обнаружение катионов калия

К 5–6 каплям анализируемого раствора прибавляют 4–5 капель 2*M* раствора натрия карбоната. Смесь нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (если присутствуют ионы аммония). Образовавшиеся осадки оксидов, основных солей, карбонатов и гидроксидов катионов II–VI аналитических групп отделяют центрифугированием и в дальнейшем анализе не используют. Центрифугат нейтрализуют уксусной кислотой до нейтральной среды (проба на лакмус), концентрируют выпариванием, охлаждают и обнаруживают ионы калия реакциями с $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ и $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

4. Обнаружение катионов натрия

К 5–6 каплям анализируемого раствора прибавляют 4–5 капель 2*M* раствора калия карбоната. Смесь нагревают на водяной бане до полного удаления аммиака (если присутствуют ионы аммония). Образовавшиеся осадки оксидов, основных солей, карбонатов и гидроксидов катионов II–VI аналитических групп отделяют центрифугированием и в дальнейшем анализе не используют. Центрифугат нейтрализуют уксусной кислотой до нейтральной среды (проба с лакмусовой бумажкой), концентрируют выпариванием, охлаждают и определяют ионы натрия реакциями с $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ и $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_s$.

5. Проба на присутствие в растворе катионов II аналитической группы

К 3–5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5–6 капель 2*M* раствора HCl . Образование белого осадка или мути свидетельствует о присутствии в растворе катионов II аналитической группы.

6. Отделение катионов II аналитической группы

К 30–35 каплям анализируемого раствора прибавляют 3–4 капли концентрированного раствора HCl , перемешивают стеклянной палочкой и центрифугируют. Проверяют полноту осаждения. Осадок промывают дистиллированной водой, подкисленной 2 М раствором HCl . В осадке – хлориды катионов II аналитической группы, в центрифугате – катионы I, III–VI аналитических групп и примесь катионов Pb^{2+} . Осадок хлоридов катионов II аналитической группы анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов этой группы.

7. Проба на присутствие в растворе катионов III аналитической группы.

К 3–4 каплям центрифугата, полученного по п. 6, прибавляют по 3–5 капель этилового спирта и 1 М раствора серной кислоты, перемешивают. Смесь нагревают на водяной бане. Образование осадка указывает на присутствие катионов III аналитической группы.

8. Отделение катионов III аналитической группы

К центрифугату, полученному по п. 6, прибавляют по 20–25 капель этилового спирта и 1 М раствора H_2SO_4 , перемешивают. Смесь нагревают на водяной бане в течение 5 минут, центрифугируют и проверяют полноту осаждения. В осадке сульфаты катионов III аналитической группы и PbSO_4 , в центрифугате – катионы I, IV–VI аналитических групп.

9. Отделение PbSO_4

Осадок, полученный по п. 8, обрабатывают при нагревании на водяной бане 15–20 каплями 30% раствора $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COO}$ центрифугируют и промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ионы свинца. Осадок сульфатов катионов III аналитической группы анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов этой группы.

10. Отделение катионов IV аналитической группы от катионов V и VI аналитических групп

Центрифугат, полученный по п. 8, упаривают на 1/3. К нему прибавляют 6 М раствор NaOH или KOH (1,5 избытка от объема этого раствора), 5 капель 3 %-ного раствора пероксида водорода, перемешивают и нагрева-

ют на водяной бане до полного разрушения пероксида водорода (прекращение выделения пузырьков кислорода из раствора), охлаждают и центрифугируют. Центрифугат содержит гидроксо- и оксоанионы IV и катионы I аналитических групп, а осадок – оксиды, гидроксиды и основные соли катионов V и VI аналитических групп.

11. Анализ катионов IV аналитической группы

Центрифугат, полученный по п. 10, анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов IV аналитической группы.

12. Отделение сурьмы

Осадок, полученный по п. 10, обрабатывают 2 М раствором HNO_3 (20–30 капель) и 10–15 каплями раствора H_2O_2 , нагревают на водяной бане до полного разложения H_2O_2 . Смесь центрифугируют. В центрифугате – катионы V и VI аналитических групп, в осадке – HSbO_3 .

13. Определение катионов Sb (V)

Осадок, полученный по п. 12, растворяют в 10–15 каплях концентрированной хлороводородной кислоты. В растворе определяют Sb (V) реакцией с металлическим Zn.

14. Разделение катионов V и VI аналитических групп

К центрифугату, полученному по п. 12, прибавляют 1,5-кратный объем концентрированного раствора аммиака, перемешивают и осторожно нагревают. Смесь центрифугируют. В центрифугате – катионы VI аналитической группы в виде аммиачных комплексов, в осадке – оксиды, гидроксиды и основные соли катионов V аналитической группы.

15. Анализ катионов V аналитической группы

Осадок, полученный по п. 14, анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов V аналитической группы.

16. Анализ катионов VI аналитической группы

Центрифугат, полученный по п. 14, анализируют в соответствии с систематическим ходом анализа смеси катионов VI аналитической группы.

Контрольная задача

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	Внешний вид					
2.	Обнаружены отдельных катионов NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+}					
3.	I группа					
	K^+					
4.	Na^+					
5.	II группа					
6.	Ag^+					
	Pb^{2+}					
	Hg_2^{2+}					
7.	III группа					
8.	Отделение III группы					
9.	Обнаружение отдельных катионов					
	Pb^{2+}					

Продолжение таблицы

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
10.	Ba²⁺					
	Sr²⁺					
	Ca²⁺					
11.	IV группа					
	Al³⁺					
	Sn²⁺					
	Sn(IV)					
	As (III) As (V)					
	Cr³⁺					
	Zn²⁺					
12.	Отделение Sb(V)					
13.	Обнаружение Sb(V)					
14.	Разделение V и VI групп					

Окончание таблицы

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
15.	Обнаружение отдельных катионов					
	Mg^{2+}					
	Bi^{3+}					
	Mn^{2+}					
16.	Hg^{2+}					
	Cu^{2+}					
	Co^{2+}					
	Ni^{2+}					
17.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

Вариант ____

Выводы: _____

Практическое занятие №8

Тема: АНАЛИЗ АНИОНОВ I, II И III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Цель:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на анионы I, II и III аналитических групп.
2. Применение в медицине I, II и III аналитической группы анионов.

Ход работы:

Реакции анионов I аналитической группы: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-}

Реактивы и оборудование:

Соли SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , азотная кислота, вода дистиллированная, хлорид бария, серебра нитрат, раствор аммиака, раствор йода, хлорная вода, хлороформ, аммония карбонат, растворов солей хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, HNO_3 , этиловый спирт, натрия ацетат, аммония хлорид, калия перманганат, NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ионы, FeSO_4 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, водяная баня.

ДЕЙСТВИЕ РАСТВОРА БАРИЯ ХЛОРИДА

К 2–3 каплям раствора солей, содержащих анионы I аналитической группы, прибавляют по 2–3 капли 0,5 М раствора BaCl_2 .

Укажите цвет образовавшихся осадков.

1. Действие раствора серебра нитрата

К 2–3 каплям раствора солей, содержащих анионы I аналитической группы, прибавляют 2–3 капли раствора серебра нитрата.

Укажите цвет образовавшихся осадков. Испытывают отношение серебра арсената и серебра арсенита к 2M раствору HNO_3 и избытку 2M раствора аммиака.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
SO_4^{2-}	BaCl_2			
SO_3^{2-}				
CO_3^{2-}				
PO_4^{3-}				
CrO_4^{2-}				
SO_4^{2-}	AgNO_3			
SO_3^{2-}				
CO_3^{2-}				
PO_4^{3-}				
CrO_4^{2-}				

Реакции анионов II аналитической группы: Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}

РЕАКЦИИ С ГРУППОВЫМ РЕАГЕНТОМ

Действие раствора серебра нитрата (*фармакопейная*)

К 2–3 каплям растворов солей, содержащих хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, прибавляют по 2–3 капли раствора AgNO_3 , подкисленного 2М раствором HNO_3 . Укажите аналитический эффект. Испытывают отношение образовавшихся осадков к 12 %-ному раствору аммония карбоната и 2М раствору аммиака.

РЕАКЦИЯ БРОМИД-ИОНОВ

Действие хлорной воды (фармакопейная)

К 2–3 каплям раствора натрия бромида прибавляют 2–3 капли 1М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и приливают по каплям при постоянном встряхивании свежеприготовленную хлорную воду. Укажите аналитический эффект.

РЕАКЦИИ ЙОДИД-ИОНОВ

1. Действие хлорной воды

К 2–3 каплям раствора калия йодида прибавляют 2–3 капли 1М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и приливают по каплям при постоянном встряхивании свежеприготовленную хлорную воду. Укажите аналитический эффект (окрашивание хлороформного слоя).

2. Действие нитрит-ионов

К 2–3 каплям раствора калия йодида прибавляют 2 капли 1М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и 3–4 капли раствора натрия нитрита. Укажите аналитический эффект.

РЕАКЦИИ СУЛЬФИД-ИОНОВ

1. Действие раствора йода

К 2–3 каплям раствора йода прибавляют 5–6 капель раствора аммония сульфида. Укажите аналитический эффект.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
Cl^-	AgNO_3			
Br^-				
I^-				
S^{2-}				
Br^-	H_2SO_4 , CHCl_3 , хлорная вода			
I^-	H_2SO_4 , CHCl_3 , хлорная вода			
	H_2SO_4 , CHCl_3 , NaNO_2			
S^{2-}	NH_4S			

Реакции анионов III аналитической группы: NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-

РЕАКЦИЯ НИТРАТ-ИОНОВ

Действие раствора железа (II) сульфата

К 3–5 каплям натрия нитрата прибавляют 3–4 кристаллика FeSO_4 , перемешивают и осторожно по стенке пробирки прибавляют 2–3 капли концентрированной серной кислоты. Укажите аналитический эффект.

РЕАКЦИИ НИТРИТ-ИОНОВ

1. Действие кислот (фармакопейная)

К 5–6 каплям раствора натрия нитрита прибавляют 3–4 капли 1M раствора серной кислоты. Укажите аналитический эффект.

2. Действие калия перманганата (фармакопейная)

К 2–3 каплям разбавленного раствора калия перманганата, подкисленного 2–3 каплями 1М раствора серной кислоты, прибавляют при встряхивании 2–5 капель раствора натрия нитрита. Укажите аналитический эффект.

3. Действие аммония хлорида

К 3–5 каплям натрия нитрита прибавляют несколько кристаллов аммония хлорида и нагревают на водяной бане. Укажите аналитический эффект.

РЕАКЦИИ АЦЕТАТ-ИОНОВ

1. Реакция образования этилацетата (фармакопейная)

В пробирке смешивают несколько кристаллов натрия ацетата с 3–4 каплями концентрированной серной кислоты и 5–8 каплями этилового спирта. Смесь нагревают в течение 1–2 минут на водяной бане и выливают в стакан с холодной водой.

Укажите аналитический эффект.

2. Реакция с хлоридом железа (фармакопейная)

Смешать 10 капель ацетата натрия с 4 каплями хлорида железа и 10 капель воды, смесь подогреть. Укажите аналитический эффект.

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
NO_3^-	FeSO_4			
NO_2^-	H_2SO_4			
	KMnO_4			
	NH_4Cl			

Окончание таблицы

О.И.	Реагент	Уравнение реакции в ПМУ и СИУ	Наблюдения	Выводы Условия
CH_3COO^-	$\text{H}_2\text{SO}_4, \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$			
	FeCl_3			

Самостоятельная работа

Вариант ____

Выводы: _____

Практическое занятие №9

Тема: АНАЛИЗ СМЕСИ АНИОНОВ I-III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП. АНАЛИЗ НЕИЗВЕСТНОГО ВЕЩЕСТВА

Цель:

1. Приобрести навыки в проведении специфических реакции на анионы I – III аналитической группы.
2. Выполнять анализ неизвестного вещества, используя специфические реакции.
3. Ситуационные задачи по обнаружению анионов и катионов в исследуем растворе.

Ход работы:

Реактивы и оборудование:

Натрий карбонат, уксусная кислота, лакмусовая бумага, натрий гидротартрат, гесанитрокобальтат натрия, карбонат калия, цинкуранилацетат, серная кислота, этанол, гипсовая вода (насыщенный раствора CaSO_4), калия хромата, оксалат аммония, этиловый спирт, натрия арсенита, пероксида водорода, амиловый спирт, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, натрия ацетата, ализарин, дитизон, гексацианоферрата (II), (V), гранула цинка, аммония персульфата, натрия гексагидроксостаннита (II) аммония тиоцианата, калия гексацианоферрата (II), калия гексацианоферрата (III), NH_4Cl , натрия гидрофосфата. HNO_3 , натрия фторид, реактив Чугаева, сульфат кобальта, роданид аммония, SnCl_2 , калия йодида, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, раствора аммиака. Соли SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , хлорид бария, серебра нитрат, раствор аммиака, раствор йода, хлорная вода, хлороформ, аммония карбонат, растворов солей хлорид-, бромид-, йодид- и сульфид-ионы, HNO_3 , натрия ацетат, аммония хлорид, калия перманганат, NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- ионы, FeSO_4 . Пробирки, пипетки, химические стаканы, про-

биркодержатели, газовая горелка, водяная баня, стеклянные палочки, предметное стекло, микроскоп, нихромовая петля, фарфоровая лодочка, центрифуга.

Ход анализа смеси анионов I–III аналитических групп

1. Предварительные наблюдения и испытания (см. п/з №3)

2. Проба на анионы I аналитической группы

К 5–10 каплям предварительно нейтрализованного раствора ($\text{pH} \sim 7$) прибавляют 2–3 капли раствора BaCl_2 . Образование осадка свидетельствует о присутствии анионов I аналитической группы. Его отделяют центрифугированием и прибавляют 5–10 капель 2 М раствора HCl . Если осадок полностью не растворяется, то присутствуют сульфат-ионы и, возможно, тиосульфат-ионы (осадок серы).

3. Проба на анионы II аналитической группы

К 2 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли серебра нитрата, подкисленного разведенной HNO_3 . Образование осадка свидетельствует о присутствии анионов II аналитической группы.

4. Пробы на анионы-восстановители

4.1. Действие раствора йода в слабокислой среде

К 3 каплям исследуемого раствора, подкисленного 1 М раствором серной кислоты, прибавляют по каплям разбавленный раствор йода.

Обесцвечивание раствора свидетельствует о возможном присутствии сульфит- и сульфид-ионов.

5. Пробы на анионы-окислители

5.1. Действие калия йодида в слабокислой среде

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли 1 М раствора серной кислоты, 5 капель хлороформа и 2–3 капли раствора калия йодида. Красно-фиолетовая окраска хлороформного слоя свидетельствует о присутствии анионов-окислителей.

6. Проба на анионы нестойких кислот

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2–3 капли 1М раствора серной кислоты. Пробирку встряхивают. Выделение газов CO_2 , NO_2 , SO_2 свидетельствует о возможном присутствии карбонат-, нитрит-, сульфит, тиосульфат-ионов.

7. Анализ хлорид-, бромид-, йодид-ионов при их совместном присутствии

К 3–4 каплям исследуемого раствора, подкисленного 2М раствором азотной кислоты, прибавляют 3–4 капли раствора серебра нитрата. Смесь центрифугируют, проверяют полноту осаждения. Осадки AgCl , AgBr , AgI отделяют, промывают дистиллированной водой, обрабатывают 12 %-ным раствором аммония карбоната. Смесь центрифугируют. В пробирку отбирают по 3–5 капель центрифугата и прибавляют 3–4 капли разведенной азотной кислоты. Образование творожистого осадка свидетельствует о присутствии Cl^- -ионов.

8. Обнаружение йодид- и бромид-ионов.

К 3–5 каплям исследуемого раствора прибавляют 2-3 капли 1М раствора серной кислоты, 10 капель хлороформа и приливают по каплям при постоянном встряхивании свежеприготовленную хлорную воду. Окраска хлороформного слоя в красно-фиолетовый цвет свидетельствует о присутствии йодид-ионов. Для обнаружения бромид-ионов к раствору продолжают приливать хлорную воду. Если Br^- -ионы присутствуют, то хлороформный слой окрашивается в желтый цвет.

9. Анализ нитрит- и нитрат-ионов

9.1. Обнаружение нитрит-ионов

К 5–6 каплям раствора натрия нитрита прибавляют 3–4 капли 1 М раствора серной кислоты.

9.2. Удаление ионов, мешающих обнаружению нитрат-ионов

9.2.1. Удаление нитрит-ионов

К 8–10 каплям исследуемого раствора прибавляют несколько кристаллов аммония хлорида. Смесь нагревают на водяной бане до полного прекращения выделения пузырьков азота. Если нитрит- ионы полностью удалены, действие раствора К1 в кислой среде не приводит к окрашиванию раствора.

9.2.2. Удаление бромид- и йодид-ионов

К 2–4 каплям раствора, полученного по п. 9.2.1, если он содержит бромид- и йодид-ионы, прибавляют 2–3 капли 2М раствора HCl и по каплям хлорную воду. Смесь нагревают на водяной бане до прекращения выделения паров йода и брома.

9.3. Обнаружение нитрат-ионов

К 3–4 каплям раствора, полученного по п. 9.2.2, прибавляют 4–5 кристалликов железа (II) сульфата и осторожно, по стенке пробирки, 3–4 капли концентрированной серной кислоты. Образование бурого кольца свидетельствует о присутствии нитрат-ионов.

10. Анализ сульфид-, сульфит-, сульфат-ионов.

10.1. Обнаружение сульфид-ионов

К 2–3 каплям исследуемого раствора прибавляют 2 капли 0,5М раствора натрия гидрокарбоната и 1–2 капли натрия нитропруссиды. Красно-фиолетовая окраска свидетельствует о присутствии S^{2-} -ионов.

10.2. Удаление сульфид-ионов

Если сульфид-ионы обнаружены, то к 5 каплям исследуемого раствора прибавляют 5 капель раствора кадмия карбоната, смесь взбалтывают, центрифугируют и проверяют полноту осаждения, осадок отбрасывают.

10.3. Обнаружение сульфит- и сульфат-ионов

К осадку, полученному по п. 10.2, прибавляют 3–5 капель 2М раствора HCl, а потом 2–3 капли раствора йода. Неполная растворимость осадка $BaSO_4$ в растворе HCl свидетельствует о присутствии SO_4^{2-} -ионов, а обесцвечивание раствора – о наличии SO_3^{2-} -ионов.

11. Обнаружение ацетат-ионов сухим способом

К 15–20 каплям исследуемого раствора прибавляют 3–5 капель 2 М раствора натрия гидроксида и упаривают на водяной бане. Сухой остаток используют для обнаружения ацетат-ионов характерными реакциями.

Контрольная задача

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	Внешний вид					
2.	I группа					
3.	II группа					
4.	Анионы-восстановители					
5.	Анионы окислители					
6.	CO_3^{2-}					
	SO_4^{2-}					
7.	II группа					
8.	Br^-					
	I^-					
9.	Удаление нитрит-ионов					
	Удаление бромид- и йодид-ионов					
	NO_3^-					
10.	Обнаружение сульфид-ионов					
	Удаление сульфид-ионов					
	SO_4^{2-}					
	SO_3^{2-}					

Окончание таблицы

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
11.	CH_3COO^-					
12.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

АНАЛИЗ НЕИЗВЕСТНОГО ВЕЩЕСТВА

1. Предварительные наблюдения и приготовление средней пробы

Перед проведением химического анализа объект анализа внимательно рассматривают с помощью лупы. Определяют однородность смеси, цвет, форму и величину частиц. Готовят среднюю пробу. Для этого смесь тщательно перемешивают, растирают в ступке, просеивают сквозь сито, перемешивают и отбирают пробу массой $\sim 0,5$ г. Ее разделяют на четыре части; для проведения предварительных испытаний, для анализа катионов, для анализа анионов, для проверки результатов анализа.

2. Предварительные испытания

2.1. Проба на присутствие взрывоопасных соединений

Небольшую часть сухой пробы размером приблизительно с зернышко проса помещают в тигель и нагревают в пламени горелки в вытяжном шкафу. Если вспышки не возникают, то взрывоопасные соединения в пробе отсутствуют.

2.2. Проба окрашивания пламени

Очищенной раскаленной нихромовой петлей захватывают часть пробы, вносят в бесцветную часть пламени и отмечают его цвет.

2.3. Нагревание в тугоплавкой пробирке

Пробу массой $\sim 0,1$ г помещают в пробирку, медленно нагревают в пламени газовой горелки, внимательно наблюдая за изменениями образца. Укажите аналитический эффект.

2.4. Проба на окислители

Небольшую часть пробы размером с зернышко проса смешивают с углем и на шпателе вносят в пламя горелки. Укажите аналитический эффект.

2.5. Получение перлов

Прокаливают петлю платиновой или нихромовой проволоочки до красного цвета, касаются ею твердого натрия тетрабората и прокалывают в пламени газовой горелки, пока масса не перестанет пениться. Охлаждают полученную стекловидную массу, на нее кладут исследуемую смесь и снова прокалывают. После охлаждения отмечают цвет перла в проходящем свете.

2.6. Проба с концентрированной H_2SO_4

Небольшую часть пробы размером с зернышко проса помещают в пробирку, прибавляют 4–5 капель концентрированной H_2SO_4 .

Укажите аналитический эффект.

3. Переведение смеси в раствор

Отдельные небольшие порции измельченной смеси стараются растворить последовательно:

- в воде при (20–25) °С;
- в горячей воде;
- в 2 *M* растворе HCl;
- в концентрированной HCl;
- в 2*M* растворе HNO_3 .

В первом растворе определяют рН среды. Если смесь не растворяется в первом растворителе, последовательно переходят к следующему. Если исследуемая смесь не полностью растворяется в кислотах, то это могут быть хлориды катионов II, сульфаты катионов III аналитических групп, $PbSO_4$, некоторые оксиды (SiO_2 , $nMnO_2 \cdot mH_2O$ и т. д.). В этом случае применяют специальные методы, например, сплавление остатка с Na_2CO_3 .

После переведения смеси в раствор его делят на три части: для анализа катионов, для анализа анионов, резервный.

4. Анализ катионов

Анализ катионов выполняют согласно схеме систематического хода анализа смеси катионов I–VI аналитических групп.

5. Анализ анионов

Различают два случая:

- исследуемая смесь содержит катионы только I аналитической группы;
- в смеси присутствуют также катионы II–VI аналитических групп.

В первом случае смесь непосредственно анализируют по схеме анализа смеси анионов, во втором – необходимо вначале отделить катионы II–VI аналитических групп. Для этого готовят специальный раствор – содовую вытяжку, но вначале выполняют определение карбонат-ионов дробным методом.

5.1. Приготовление содовой вытяжки

В тигле смешивают 0,1 г исследуемого вещества с 0,4 г Na_2CO_3 и прибавляют 2,5–3 см³ дистиллированной воды. Смесь кипятят 5 минут, прибавляют по мере упаривания воду, далее содержимое тигля переносят в коническую пробирку и центрифугируют. Объем центрифугата должен быть приблизительно 3 см³. При этом в осадок переходят катионы II, III, V, VI аналитических групп (в виде оксидов, гидроксидов, карбонатов, основных солей), в растворе – анионы, которые входят в состав анализируемой смеси, а также гидроксоанионы, оксоанионы IV и катионы I аналитических групп.

5.2. Обнаружение анионов

В отдельных порциях полученного центрифугата определяют NO_2^- и NO_3^- -ионы. Вторую порцию центрифугата нейтрализуют разведенной HNO_3 . Нейтрализацию проводят очень осторожно, кислоту прибавляют по каплям при постоянном перемешивании. Избытка кислоты не следует допускать, так как при этом некоторые анионы могут быть утеряны, кроме того, амфотерные гидроксиды, образованные вначале, будут

растворяться и переходить в раствор в виде соответствующих катионов. Если при этом образуется осадок, его отделяют центрифугированием и отбрасывают.

В центрифугате определяют анионы в соответствии со схемой анализа смеси анионов.

Контрольная задача

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
1.	Внешний вид					
2.	Проба на присутствие взрывоопасных соединений					
3.	Проба окрашивания пламени					
4.	Нагревание в тиглоплавкой пробирке					
5.	Проба на окислители					
6.	Получение перлов					
7.	Проба с концентрированной H_2SO_4					
8.	Обнаружение отдельно катионов: NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+}					
9.	I группа катионов					
	K^+					

Продолжение таблицы

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
10.	Na⁺					
11.	II группа катионов					
12.	Ag⁺					
	Pb²⁺					
	Hg₂²⁺					
13.	III группа катионов					
14.	Отделение III группы					
15.	Обнаружение отдельных катионов					
	Pb²⁺					
16.	Ba²⁺					
	Sr²⁺					
	Ca²⁺					

Продолжение таблицы

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
17.	IV группа катионов					
	Al ³⁺					
	Sn ²⁺					
	Sn(IV)					
	As (III) As (V)					
	Cr ³⁺					
	Zn ²⁺					
18.	Отделение Sb(V)					
19.	Обнаружение Sb(V)					
20.	Разделение V и VI групп					
21.	Обнаружение отдельных катионов					
	Mg ²⁺					
	Bi ³⁺					
	Mn ²⁺					

Продолжение таблицы

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
22.	Hg^{2+}					
	Cu^{2+}					
	Co^{2+}					
	Ni^{2+}					
23.	I группа анионов					
24.	II группа анионов					
25.	Анионы-восстановители					
26.	Анионы окислители					
27.	CO_3^{2-}					
	SO_4^{2-}					
28.	III группа анионов					
29.	Br^-					
	I^-					
30.	Удаление нитрит-ионов					
	Удаление бромид- и йодид-ионов					
	Обнаружение NO_3^-					

Окончание таблицы

№ п/п	Исследуемое вещ-во	Реагент	Наблюдения	Выводы	Состав осадка	Состав раствора
31.	Обнаружение сульфид-ионов					
	Удаление сульфид-ионов					
	Обнаружение отдельных анионов					
	SO_4^{2-}					
	SO_3^{2-}					
32.	CH_3COO^-					
33.	Присутствуют следующие катионы в смеси:					

Самостоятельная работа

Вариант ____

Выводы: _____

Список литературы

1. Болотов В.В. Аналитическая химия. – Харьков: Издательство НФАУ «Золотые страницы», 2001.
2. Васильев В.П. Сборник вопросов и задач по аналитической химии. – М.: «Высшая школа», 1976.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия практикум. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009.

Оглавление

Введение	3
Список сокращений	5
Практическое занятие № 1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ.	5
Практическое занятие № 2. ГИДРОЛИЗ. РАСТВОРЫ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ. ПРОИЗВЕДЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ.....	11
Практическое занятие №3. КАТИОНЫ I И II АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I И II АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ	15
Практическое занятие №4. КАТИОНЫ III АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ III ГРУППЫ.....	25
Практическое занятие № 5. КАТИОНЫ IV АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ IV ГРУППЫ КАТИОНОВ.....	30
Практическое занятие №6. КАТИОНЫ V АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ V ГРУППЫ КАТИОНОВ.....	36
Практическое занятие № 7. АНАЛИЗ КАТИОНОВ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ. АНАЛИЗ СМЕСИ КАТИОНОВ I–VI АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ.....	43

Практическое занятие №8. АНАЛИЗ АНИОНОВ I, II И III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП.....	55
Практическое занятие №9 . АНАЛИЗ СМЕСИ АНИОНОВ I-III АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП. АНАЛИЗ НЕИЗВЕСТНОГО ВЕЩЕСТВА	61
Список литературы	74

Учебное издание

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ КАТИОНОВ И АНИОНОВ ВСЕХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП
ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ ПО КИСЛОТНО-ЩЕЛОЧНОМУ МЕТОДУ
Рабочая тетрадь по аналитической химии

Анна Иосифовна Шульман
Ирина Викторовна Добрянская

*Методические указания
к проведению практических занятий для студентов I курса
специальности «фармация» Тираспольского медицинского колледжа*

Издается в авторской редакции

Подписано в печать 15.02.2016.
Формат 60×90/16. Усл. печ. л. 4,75.