

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ №4

Тема: СИСТЕМАТИЧНИЙ ХІД АНАЛІЗУ СУМІШІ КАТІОНІВ III ТА СУМІШІ КАТІОНІВ I-III АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

Основні теоретичні питання:

1. Загальна характеристика катіонів I аналітичної групи. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів I аналітичної групи.
2. Загальна характеристика катіонів II аналітичної групи. Груповий реагент на катіони II аналітичної групи. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів I аналітичної групи.
3. Загальна характеристика катіонів III аналітичної групи. Груповий реагент на катіони III аналітичної групи. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів I аналітичної групи.
4. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів I-III аналітичних груп без осаду та з осадом.

Тези теми:

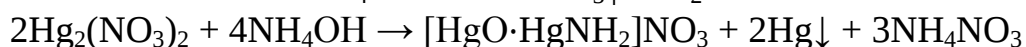
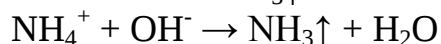
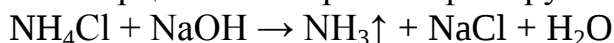
1. Загальна характеристика катіонів I аналітичної групи. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів I аналітичної групи.

Катіони першої аналітичної групи (NH_4^+ , Na^+ , K^+ , Li^+)

Реакції йонів NH_4^+

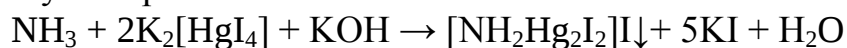
NaOH (KOH) – натрію чи калію гідроксид (фармакопейна).

У пробірку поміщають 4-5 краплин розчину солі амонію (NH_4Cl), додають 56 краплин розчину їдкого натру. Над пробіркою зверху тримають змочений водою лакмусовий папірець або змочену розчином димеркурію нітрату смужку фільтрувального паперу і нагрівають пробірку. Спостерігають посиніння лакмусового папірця або почорніння фільтрувального паперу:



$\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ –тетрайодомеркурат (II) калію (реактив Неслера).

У пробірку поміщають 1-3 краплини розчину солі амонію (NH_4Cl), додають 2-3 краплі реактиву Неслера. Фіксують появу червоно-бурого осаду йодиду дийодиддимеркурамонію $[\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_2]\text{I}$. Реакцію можна проводити на фільтрувальному папері.

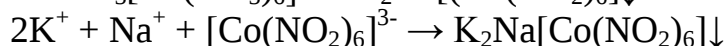
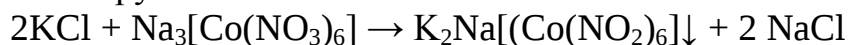


Дана реакція є чутливою (0,25 мкг), тому її використовують, зокрема, для контролю міри видалення аміаку із реакційної суміші. Проведенню реакції заважають Hg^{2+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} .

Реакції йонів K⁺

Na₃[Co(NO₂)₆] – гексанітрокобальтат (III) натрію (фармакопейна).

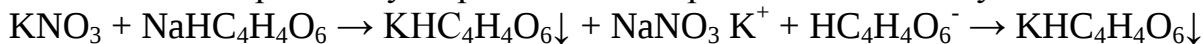
У пробірку поміщають 4-5 краплин розчину солі калію (KCl), додають кілька краплин розчину Na₃[Co(NO₂)₆]. Спостерігають утворення кристалічного осаду жовтого кольору:



Дана реакція використовується для дробного визначення K⁺ після видалення мішаючи іонів дією NaOH чи Na₂CO₃ (осадження у формі гідрооксидів чи карбонатів).

NaHC₄H₄O₆ – натрію гідрогентартрат (фармакопейна).

У пробірку поміщають 4-6 краплин розчину солі калію (KCl), додають таку ж кількість розчину NaHC₄H₄O₆ (чи винну кислоту в присутності ацетату натрія). Пробірку охолоджують, потирають внутрішні стінки скляною паличкою і спостерігають утворення білого кристалічного осаду:



Проведенню реакції заважають NH₄⁺ та катіони другої аналітичної групи та d-елементи, тому попередньо їх відділяють. Чутливість реакції становить 50 мкг.

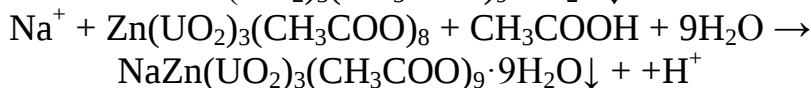
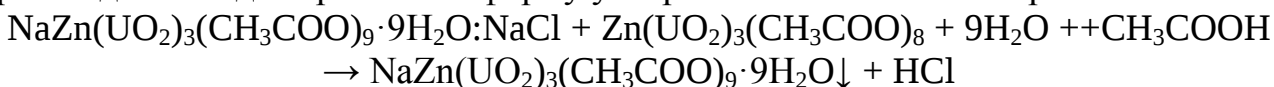
Забарвлення полум'я (фармакопейна).

Кілька кристалів солі калію вносять в аналітичну частину полум'я спиртівки і фіксують зміну кольору (появу фіолетового відтінку). У присутності солей натрію фіолетовий відтінок полум'я маскується жовтим кольором, тому полум'я розглядають через синє скло (світлофільтр).

Реакції йонів Na⁺

Zn(UO₂)₃(CH₃COO)₈ – цинку-триуранілу октаацетат (фармакопейна).

На предметне скло поміщають 1 краплину розчину солі натрію (NaNO₃) і поряд – 1 краплину розчину Zn(UO₂)₃(CH₃COO)₈. Обережно змішують краплини скляною паличкою із загостреним кінцем і через 2-3 хвилини розглядають під мікроскопом форму утворених зелено-жовтих кристалів:



Осад володіє флуоресценцією і в УФ-світлі має жовто-зелений колір.

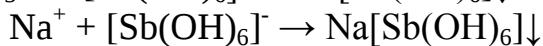
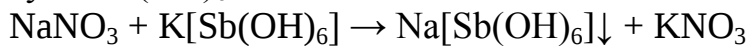
Забарвлення полум'я (фармакопейна).

Кілька кристалів солі натрію вносять за допомогою платинової дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки і фіксують зміну кольору (появу жовтого відтінку) полум'я.

KSb(OH)₆ – гексагідроксостибат (V) калію.

У пробірку поміщають 4-5 краплин розчину солі натрію (NaNO₃) і 2-3 краплини розчину KSb(OH)₆. Для прискорення реакції суміш охолоджують (можна під струменем води) і потирають внутрішні стінки пробірки скляною паличкою. Спостерігають випадання білого дрібнокристалічного (не

аморфного!) осадку $\text{NaSb}(\text{OH})_6$:

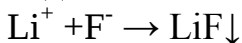


Відкриваємий мінімум – 0,8 мкг. Проведенню реакції заважають NH_4^+ , Na^+ , Mg^{2+} . Реакція більш чутливіша по відношенню до Na^+ , ніж до Li^+ і Mg^{2+} (50 мкг).

Реакції йонів Li^+

NH₄F – амонію фторид.

У пробірку поміщають 2-3 краплі розчину солі LiCl , 1 краплю концентрованого розчину $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ і 3-4 краплі розчину NH_4F . Спостерігають виділення білого осаду LiF :



Чутливість реакції складає 50 мкг. Проведенню реакції заважають Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , утворюючи осад фторидів.

NaHPO_4 – натрій гідрогенфосфат.

Натрій гідроген фосфат у нейтральному або слабо кислому розчині утворює з йонами Літію білий осад літію фосфату:

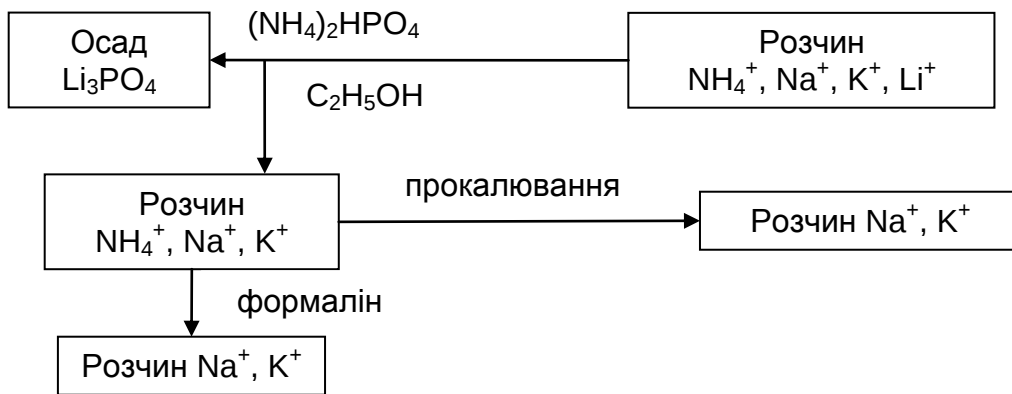


Літію фосфат легко розчинний у розчинах кислот, не розчинний у спирті і розчинний у солях амонію. Йони Калію та Натрію цієї реакції не заважають.

Забарвлення полум'я.

Кілька кристалів солі літію вносять за допомогою платинової дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки і фіксують зміну кольору через синє скло.

Схема систематичного аналізу суміші катіонів 1 аналітичної групи



2. Загальна характеристика катіонів II аналітичної групи. Груповий реагент на катіони II аналітичної групи. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів II аналітичної групи.

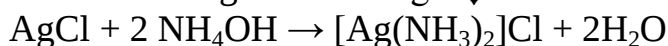
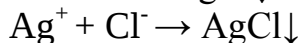
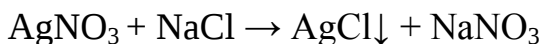
Катіони другої аналітичної групи (Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+})

Важливі реакції виявлення

Реакції іонів Ag^+

Хлоридна кислота чи розчинні хлориди – HCl , ($NaCl$, KCl).

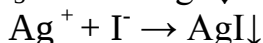
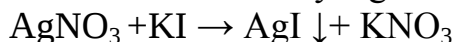
У 4 пробірки поміщають по 3-4 краплі розчину солі Ag^+ і стільки ж 3М розчину HCl . Визначають розчинність отриманого осаду $AgCl$ у HCl , HNO_3 і концентрованому розчині амоніаку NH_4OH . Одну пробірку з осадом залишають, спостерігаючи розклад осаду під дією світла. $AgCl$ у розведених кислотах не розчиняється, проте легко розчиняється в розчинах амоній карбонату, калій ціаніду, натрій тіосульфату з утворенням комплексних йонів. Якщо до утвореного аміачного розчину долити кислоти, то знову випадає осад $AgCl$.



Йодид калію або Бромід калію – KI або KBr .

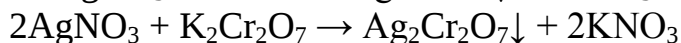
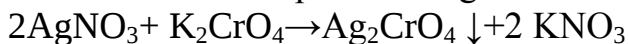
У пробірку помішають 3-4 краплі розчину солі $AgNO_3$ і 2-3 краплі розчину KI або KBr .

Спостерігають випадання жовтого осаду AgI або блідо-жовтого $AgBr$.



Хромат калію – K_2CrO_4 або дихромат калію – $K_2Cr_2O_7$.

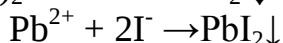
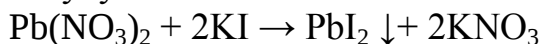
У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі $AgNO_3$ і 2-3 краплі розчину K_2CrO_4 або $K_2Cr_2O_7$. Спостерігають утворення відповідно цегляно-червоного осаду Ag_2CrO_4 або темно-червоного $Ag_2Cr_2O_7$.



Реакції іонів Pb^{2+}

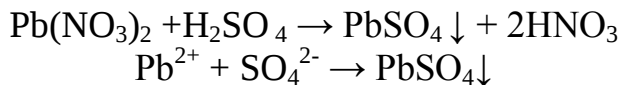
Йодид калію – KI .

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі Pb^{2+} додають стільки ж крапель 2М розчину KI . Спостерігають утворення жовтого осаду PbI_2 . Одержаний осад ділять на дві частини. До однієї частини доливають невелику кількість води, 2М розчину оцтової кислоти і нагрівають до повного розчинення осаду. Безбарвний гарячий розчин PbI_2 різко охолоджують в струмені води. При цьому виділяється осад PbI_2 у вигляді блискучих золотисто-жовтих кристалів. Ця реакція відома під назвою «золотого дощу». До другої частини осаду PbI_2 додають надлишок KI . Осад PbI_2 розчиняється, утворюючи розчинну комплексну сполуку.



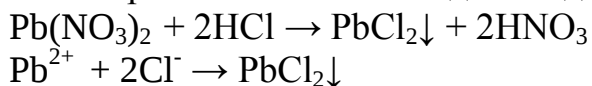
Сульфатна кислота – H_2SO_4 та розчинні сульфати лужних металів.

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину Pb^{2+} і додають стільки ж крапель 2М розчину H_2SO_4 . Спостерігають утворення осаду PbSO_4 , який не розчиняється в розведений HCl і H_2SO_4



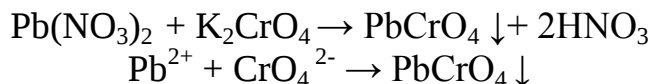
Хлоридна кислота – HCl та розчинні хлориди (NaCl , KCl).

У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину солі Pb^{2+} , додають стільки ж крапель 2М розчину NaCl . Спостерігають утворення білого осаду PbCl_2 , який погано розчиняється в холодній воді і добре – в гарячій.



Хромат калію – K_2CrO_4 .

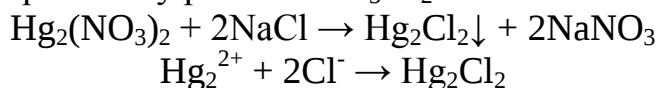
У пробірку поміщають 3-4 краплі розчину Pb^{2+} і додають стільки ж крапель розчину K_2CrO_4 . Спостерігають утворення жовтого осаду PbCrO_4 , який добре розчиняється в лугах (з утворенням плюмбїтів), погано – в розведений нітратній кислоті. Виявленню іонів Pb^{2+} заважають йони Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ag^+ , Hg^{2+} .



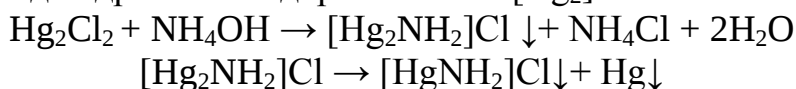
Реакції іонів Hg_2^{2+}

HCl – хлоридна кислота чи розчинні хлориди (NaCl , KCl).

У чотири пробірки поміщають по 3-4 краплі розчину солі $\text{Hg}_2[\text{NO}_3]_2$ і стільки ж розчину 2М HCl . Визначають розчинність отриманого осаду Hg_2Cl_2 у HCl , HNO_3 і концентрованому розчині $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$:

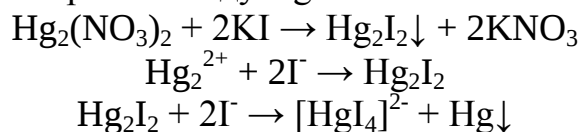


Меркурію хлорид у розведених кислотах не розчиняється, зате специфічно розчиняється в розчинах амоній гідроксиду з утворенням осаду димеркурію амід хлориду, який розкладається на малорозчинний меркурію амід хлорид білого кольору і металеву ртуть чорного кольору. Цю властивість використовують для дробного відкриття іонів $[\text{Hg}_2]^{2+}$:



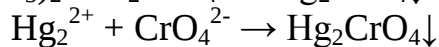
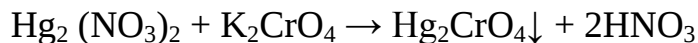
Йодид калію – KI .

У пробірку поміщають 3-4 краплини розчину солі меркурію (I), додають одну краплю 2М розчину KI . Спостерігають утворення зеленого осаду Hg_2I_2 , який розчиняється в надлишку KI з утворенням розчинної комплексної сполуки $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ та виділенням чорного осаду Hg :



K₂CrO₄ – дикалію хромат.

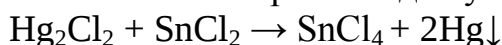
У пробірку поміщають 3-4 краплини розчину солі меркурію (I), додають 1-2 краплі розчину K₂CrO₄. Спостерігають утворення осаду Hg₂CrO₄ цегляно-червоного кольору:



Виявленню йонів Hg₂²⁺ заважають йони Ba²⁺, Sr²⁺, Ag⁺.

SnCl₂ – хлорид олова(II).

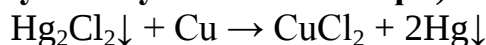
У пробірку поміщають 2-3 краплини розчину солі меркурію (I), додають 3-4 краплі розчину SnCl₂. Спостерігають утворення осаду Hg₂Cl₂, який швидко змінює свій колір внаслідок утворення осаду чорного кольору металевої ртуті:



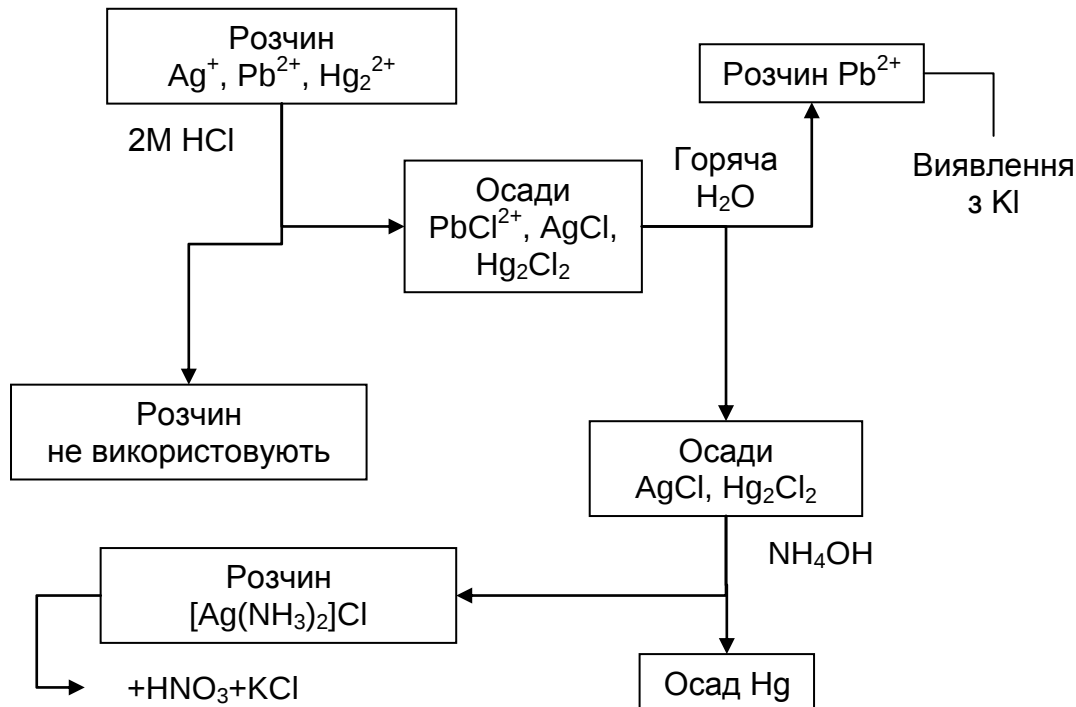
Реакції заважають йони Hg²⁺.

Металева мідь.

На мідну пластинку наносять 1-2 краплі розчину солі меркурію (I) і краплю розчину HNO₃. Через 2-3 хвилини пластинку протирають фільтрувальним папером і фіксують колір плями на мідній пластинці. (Дослід виконується у витяжній шафі!):



Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів II аналітичної групи.



3. Загальна характеристика катіонів III аналітичної групи.
Груповий реагент на катіони III аналітичної групи. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів III аналітичної групи.

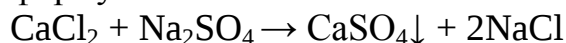
Катіони третьої аналітичної групи (Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+})

Важливі реакції виявлення

Реакції йонів Ca^{2+}

H_2SO_4 – сульфатна кислота чи розчинні сульфати (Na_2SO_4) (фармакопейна).

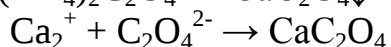
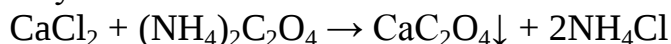
У пробірку поміщають 3-4 краплини розчину солі кальцію. Додають 2-3 краплі 2 М розчину Na_2SO_4 та 3-4 краплі розчину $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Спостерігають утворення осаду CaSO_4 . Реакцію можна провести мікрокристалоскопічним способом, спостерігаючи під мікроскопом утворення кристалів гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, які мають форму голок:



Для збільшення повноти осадження до реакційної суміші додавають рівну кількість етилового спирту.

$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ – оксалат амонію (фармакопейна).

У пробірку поміщають 3-4 краплини розчину солі CaCl_2 , додають стільки ж краплин розчину $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Спостерігають утворення білого кристалічного осаду кальцію оксалату:



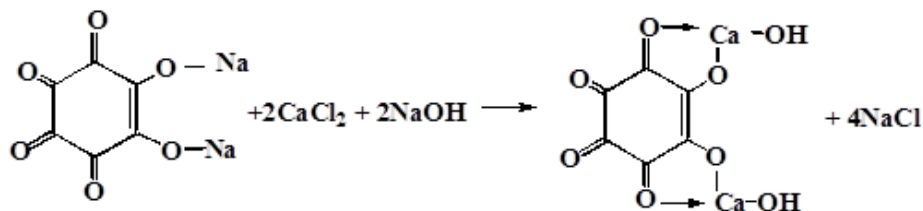
Проведенню реакції заважають Sr^{2+} , Ba^{2+} та сильні окисники (типу KMnO_4).

Забарвлення полум'я (фармакопейна).

Кілька кристалів солі кальцію вносять за допомогою платинової дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки і фіксують зміну кольору (поява цегляно-червоного кольору).

$\text{C}_6\text{O}_6\text{Na}_2$ – родизонат Натрію.

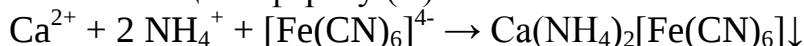
У пробірку поміщають 3-4 краплини розчину солі CaCl_2 , додають декілька крапель NaOH і стільки ж краплин розчину натрію родизанату. Спостерігають утворення фіалкового осаду кальцію родизанату:



Чутливість реакції 1 мкг. Даною реакцією Ca^{2+} може бути визначеним у присутності Sr^{2+} , Ba^{2+} , які не вступають в реакцію з натрій родизанатом в кислому середовищі.

K₄[Fe(CN)₆] – гексаціаноферат (II) калію.

Калію гексаціаноферат (II) осаджує в присутності амоній гідроксиду та NH₄Cl з концентрованих розчинів або в присутності етилового спирту білий осад кальцій-амоній гексаціаноферату (II):

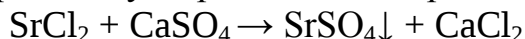


Реакцію проводять при кип'ятінні. Чутливість реакції складає 25 мкг.

Реакції йонів Sr²⁺

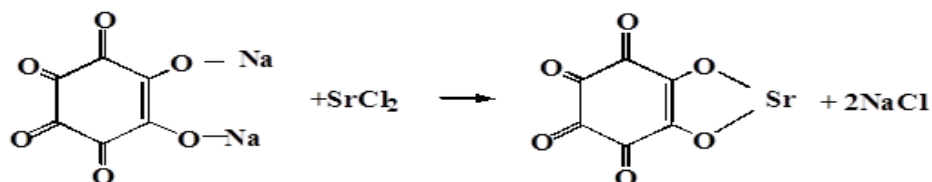
CaSO₄ – сульфат кальцію.

До 4-5 краплин розчину солі стронцію додають стільки ж насиченого розчину CaSO₄. Спостерігають утворення білого кристалічного осаду:



C₆O₆Na₂ – родизонат натрію.

На фільтрувальний папір наносять 1 краплю солі стронцію й краплю розчину натрій родизонату. З'являється червоно-буре забарвлення стронцію родизонату, яке зникає при додаванні 1 краплі 2 М розчину HCl:



Чутливість реакції складає 7 мкг.

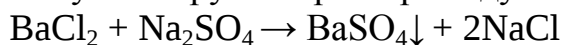
Забарвлення полум'я.

Кілька кристалів солі стронцію вносять за допомогою платинової дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки і фіксують зміну кольору (поява карміново-червоного кольору).

Реакції йонів Ba²⁺

H₂SO₄ – сульфатна кислота чи розчинні сульфати (фармакопейна).

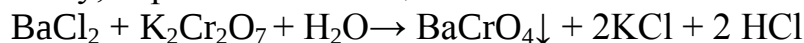
До 4-5 краплин розчину солі барію додають 1 краплю розчину KMnO₄, 4-5 краплин розчину Na₂SO₄ і прибавляють H₂O₂ і HCl до знебарвлення розчину над осадом. Фіксують зміну кольору та характер осаду:



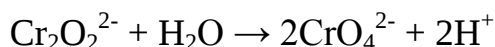
Чутливість реакції складає 5 мкг.

K₂Cr₂O₇ – калію дихромат.

До 4-5 краплин розчину солі барію додають 3-4 краплини розчину CH₃COONa і 3-4 краплі розчину K₂Cr₂O₇. Спостерігають утворення жовтого осаду барію хромату, нерозчинного в ацетатній кислоті:



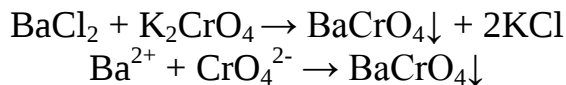
Утворення осаду BaCrO₄ пояснюється існуванням рівноваги між дихромат- та хромат-іонами:



Реакція з K₂Cr₂O₇ в присутності ацетатної кислоти специфічна для Ba²⁺ і дозволяє визначати Ba²⁺ в присутності Sr²⁺, Ca²⁺.

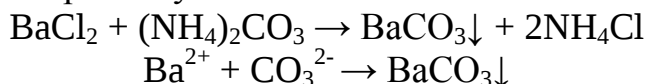
K₂CrO₄ – калію хромат.

До 4-5 краплин розчину солі барію додають 3-4 краплини розчину CH₃COONa і 3-4 краплі розчину K₂CrO₄. Спостерігають утворення жовтого осаду барію хромату.



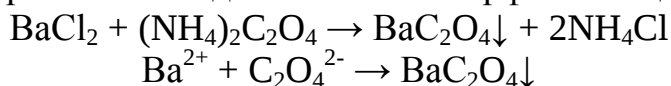
(NH₄)₂CO₃ – амонію (натрію) карбонат.

До 4-5 краплин розчину солі барію додають 3-4 краплини розчину (NH₄)₂CO₃. З нейтральних або лужних розчинів солей барію випадає білий аморфний осад барій карбонату:



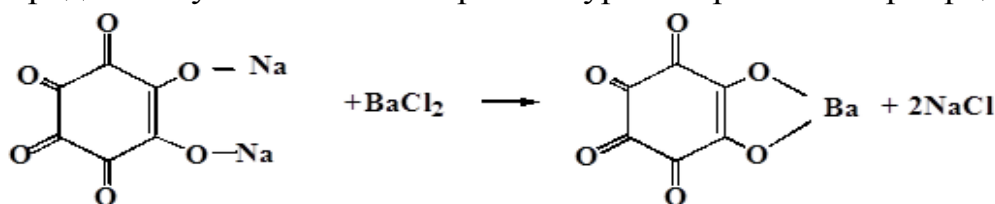
(NH₄)₂C₂O₄ – оксалат амонію.

До 4-5 краплин розчину солі барію додають 3-4 краплини розчину (NH₄)₂C₂O₄. Спостерігають випадання білого аморфного осаду барію оксалату:

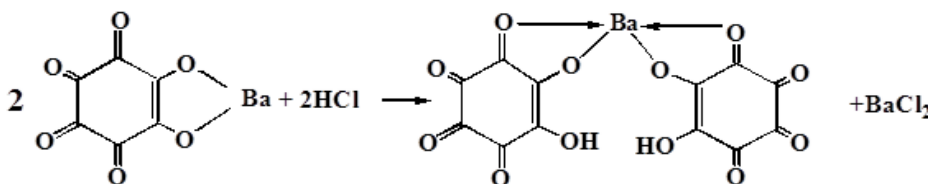


C₆O₆Na₂ – натрію родизонат.

На фільтрувальний папір наносять 1 краплю солі барію й краплю розчину натрій родизонату. З'являється червоно-буре забарвлення барій родизонату:



При додаванні краплі HCl пляма червоніє внаслідок переходу родизонату барію в гідрородизонат барію:

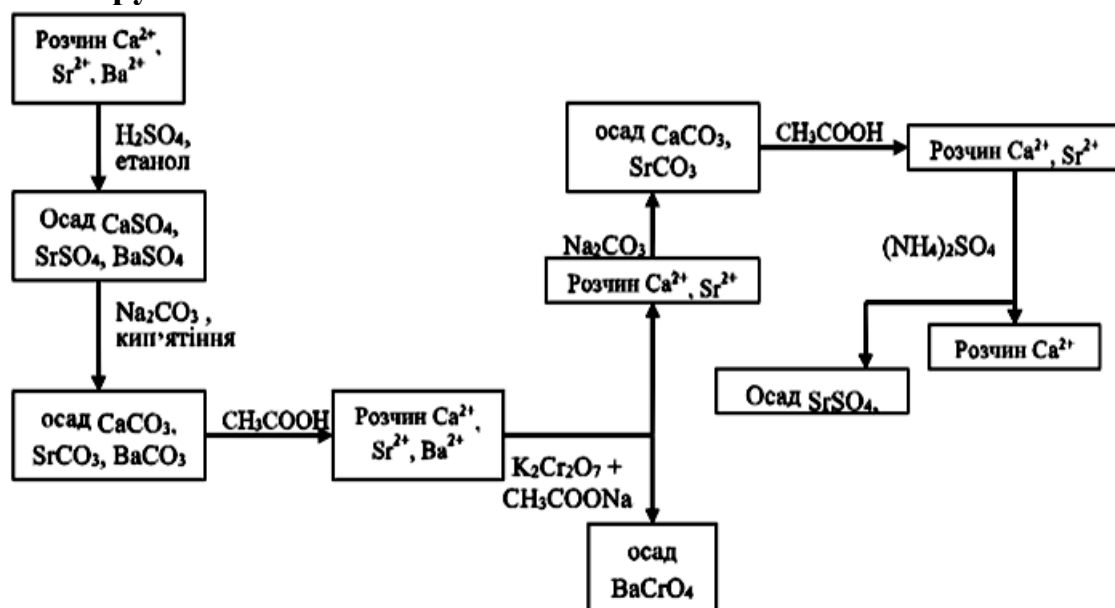


Чутливість реакції складає 0,25 мкг.

Забарвлення полум'я.

Кілька кристалів солі барію вносять за допомогою платинової дротини в аналітичну частину полум'я спиртівки. Леткі солі барію забарвлюють безбарвне полум'я в жовто-зелений колір.

Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів III аналітичної групи



4. Алгоритм систематичного ходу аналізу суміші катіонів I-III аналітичних груп без осаду та з осадом.

Аналіз розчину без осаду

1. Виявлення катіонів NH_4^+ та їх видалення.

Проводять дробним методом. До 5–6 крапель розчину, що аналізується, долийте 4-5 крапель 2М розчину лугу, нагрійте пробірку на водяній бані і піднесіть до отвору вологий лакмусовий папірець червоного кольору. Зміна кольору папірця на синій свідчить про наявність йонів амонію.

Якщо йони амонію виявлено, їх необхідно видалити. Для цього налийте в фарфорову чашку 1 -2 мл розчину, що аналізується. Випарте і прожарте осад до припинення виділення білого диму. Долийте дистильованої води, перемішайте і повторіть цю операцію до повного видалення йонів амонію (проба на лакмусовий папірець). Сухий залишок розчиніть у дистильованій воді, розлийте на дві пробірки і в одній пробірці перевірте наявність йонів натрію, а в іншій – йонів калію.

2. Виявлення катіонів калію.

До першої порції розчину, який одержали за п.1, додайте 4-5 крапель 2М розчину натрій карбонату. Суміш нагрійте на водяній бані. Утворений осад оксидів, карбонатів, основних солей катіонів II і III аналітичних груп відділіть центрифугуванням і не аналізуйте. Центрифугат нейтралізуйте ацетатною кислотою до нейтрального середовища (проба на лакмус), упарте розчин до половини об'єму, охолодіть та виявіть йони калію реакцією з $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ або $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

3. Виявлення катіонів натрію.

До другої порції розчину, який одержали за п.1, додайте 4-5 крапель 2М розчину калій карбонату. Суміш нагрійте на водяній бані, потім охолодіть. Утворений осад оксидів, карбонатів, основних солей катіонів II і III

аналітичних груп відділіть центрифугуванням і не аналізуйте. Центрифугат нейтралізуйте ацетатною кислотою до нейтрального середовища (проба на лакмус), упарте розчин до половини об'єму, охолодіть та виявіть йони натрію реакцією з $K[Sb(OH)_6]$.

4. Проба на наявність у розчині катіонів II аналітичної групи та їх відокремлення.

До 3-5 крапель розчину, що аналізується, додайте краплями (5-6 крапель) 2М розчину хлоридної кислоти. Поява білого осаду або помутніння розчину свідчить про наявність катіонів II аналітичної групи.

Для їх відокремлення в цю ж пробірку долийте 1,5-2 мл розчину, що аналізується, додайте 2-3 мл 2М розчину хлоридної кислоти, перемішайте скляною паличкою і центрифугуйте. Перевірте повноту осадження. Осад промийте дистильованою водою, підкисленою 2М розчином хлоридної кислоти. В осаді (I) хлориди катіонів II аналітичної групи, в центрифугаті (I) катіони I і III аналітичних груп та плюмбум (II) – катіони, які не повністю осадилися.

5. Виявлення катіонів II аналітичної групи.

Осад (I) хлоридів катіонів II аналітичної групи аналізують у відповідності з систематичним ходом аналізу.

6. Проба на наявність у розчині катіонів III аналітичної групи та їх відокремлення.

До 3-4 крапель центрифугату (I), одержаного за п.4, додайте по 3-5 крапель етилового спирту і 1М розчину сульфатної кислоти. Суміш перемішайте і нагрійте на водяній бані. Поява білого осаду свідчить про наявність катіонів III аналітичної групи. Для їх відокремлення в цю ж пробірку долийте увесь Центрифугат (I), який одержано за п.4, додайте по 20-25 крапель етилового спирту та 1М розчину H_2SO_4 , перемішайте. Суміш нагрійте на водяній бані (5 хв.), центрифугуйте і перевірте повноту осадження. В осаді (II) сульфати катіонів III аналітичної групи, в центрифугаті (II) катіони I аналітичної групи та йони кальцію. Центрифугат (II) не аналізуйте.

7. Відокремлення плюмбум (II) сульфату.

Осад (II), який одержали в за п.6, обробіть 30% розчином амоній ацетату при нагріванні до повного відокремлення плюмбум (II) сульфату. Після кожної порції розчину амоній ацетату осад центрифугуйте, промивайте дистильованою водою, перевіряйте наявність плюмбум (II) - катіонів в промивній рідині.

8. Переведення сульфатів III аналітичної групи в карбонати.

Осад (III) сульфатів катіонів III групи, який одержано за п.7, помістіть у фарфорову чашку. Додайте 15-20 крапель насиченого розчину натрій карбонату та нагривайте протягом 10-15 хв. при перемішуванні. Охолоджену суміш перенесіть у конічну пробірку та центрифугуйте. Центрифугат відкиньте. Цю операцію повторіть не менш трьох разів. Для контролю перетворення сульфатів у карбонати до невеликої частини осаду додайте декілька крапель 2М розчину хлоридної кислоти. Осад повинен повністю розчинитися. Осад карбонатів промийте холодною дистильованою водою та центрифугуйте. Центрифугат відкиньте. Осад (IV) досліджуйте далі.

9. Розчинення осаду карбонатів та виявлення катіонів III аналітичної групи.

До осаду (IV), що одержали за п.8, додайте 15-20 крапель 2М розчину ацетатної кислоти, нагрійте на водяній бані. Якщо осад не повністю розчинився, то додайте ще декілька крапель ацетатної кислоти. Після охолодження цього розчину в ньому виявіть йони барію, стронцію, кальцію за систематичним ходом аналізу суміші катіонів III аналітичної групи.

Аналіз розчину з осадом

Розчин з осадом перемішайте, розділіть на дві частини. Першу частину використайте для аналізу, другу – залиште для перевірочних визначень.

1. Виявлення катіонів NH_4^+ . В окремій порції суміші, що аналізується, виявіть йон амонію, нагріваючи цю суміш з лугом (див. аналіз розчину без осаду, п.1).

2. Відокремлення катіонів II і III аналітичних груп.

Суміш, що аналізують, перемішайте, відберіть 1-2мл у конічну пробірку, нагрійте до кипіння, додайте 5-6 крапель концентрованої хлоридної кислоти, перемішайте скляною паличкою і знову нагрійте. Охолоджену суміш центрифугуйте і перевірте повноту осадження катіонів II аналітичної групи. В цю ж пробірку додайте по 20-25 крапель етилового спирту та 1М розчину H_2SO_4 , перемішайте. Суміш нагрійте на водяній бані (15 хв.), охолодіть і центрифугуйте. Перевірте повноту осадження катіонів III аналітичної групи. В осаді (I) хлориди катіонів II аналітичної групи, сульфати катіонів III аналітичної групи та плюмбум (II) сульфат. У центрифугаті (I) катіони I аналітичної групи і плюмбум (II) катіони.

3. Виявлення і відокремлення плюмбум (II)-катіонів.

Осад (I), який одержано за п.2, обробіть дистильованою водою і нагрійте на водяній бані при перемішуванні, центрифугуйте. Розчин злийте і у центрифугаті (II) виявіть плюмбум (II)-катіони дією розчину калій іодиду.

Якщо плюмбум (II)-катіони виявлено, то продовжуйте промивати осад (I) порціями гарячої води до повного видалення плюмбум (II)-катіонів (негативна реакція з калій іодидом). Центрифугат відкиньте, а осад (II) аналізуйте.

4. Виявлення димеркурій (I)-катіонів.

До осаду (II) додайте 10-15 крапель концентрованого розчину амоніаку і ретельно перемішайте. Почорніння осаду свідчить про наявність димеркурій(I)-катіонів. Осад відділіть центрифугуванням. У центрифугаті (III) йони аргентуму. В осаді (III) - катіони III аналітичної групи.

5. Виявлення аргентум (I)-катіонів.

До 2-3 крапель центрифугату (III) додайте по краплях концентровану нітратну кислоту (до кислої реакції). Утворення білого осаду або помутніння розчину свідчить про наявність аргентум(I)-катіонів.

6. Відокремлення аргентум (I)-, димеркурій (I)-катіонів.

Якщо катіони аргентуму (I) виявлено, то їх необхідно повністю відділити від осаду (III) катіонів III аналітичної групи. Для цього осад (III), що одержали за п.4, обробіть розчином амоніаку до повного відокремлення йонів Ag^+ (негативна реакція на аргентум-іони в центрифугаті). Осад промийте

водою, додайте близько 1 мл 30% розчину амоній ацетату, перемішайте і нагрійте на водяній бані (3-4 хв.). При цьому осад $[\text{HgNH}_2]\text{Cl}$ розчиняється. Обробку осаду розчином амоній ацетату повторіть декілька разів (до негативної реакції на йони $[\text{Hg}_2]^{2+}$). Осад (IV) аналізуйте далі.

7. Виявлення катіонів III аналітичної групи.

Осад (IV), що одержали за п.6, промийте дистильованою водою, перенесіть у фарфорову чашку, долейте насичений розчин натрій карбонату і переведіть сульфати катіонів III аналітичної групи в карбонати, а потім виявіть ці катіони.

8. Виявлення натрій- і калій-катіонів.

У центрифугаті (I), який одержано за п.2, можуть бути амоній-, калій-, натрій- катіони та кальцій-катіони. До 4-5 крапель центрифугату (I) додайте декілька крапель етанолу. Утворення осаду свідчить про присутність йонів кальцію. Йони кальцію та амонію (якщо вони присутні), необхідно видалити. Для цього нову порцію центрифугату (I) випарте у фарфоровій чашці до повного видалення йонів амонію (див. п.1, аналіз розчину без осаду). Після розчинення осаду, розчин перенесіть у дві пробірки. Виявіть йони натрію і калію, попередньо видаливши із цих окремих порцій розчинів йони кальцію, як це описано в ході аналізу розчину без осаду .

