

Лекція 1. Предмет, завдання і методи якісного аналізу. Катіони I аналітичної групи

1. Предмет аналітичної хімії. Її місце в системі наук, зв'язок з практикою.
2. Класифікація методів аналізу. Чутливість аналітичних реакцій.
3. Дробний і систематичний хід аналізу.
4. Аналітичні групи катіонів і періодична система Д.І.Менделєєва.
5. Катіони I аналітичної групи (загальна характеристика, характерні реакції та умови їх проведення).
6. Аналіз суміші катіонів першої аналітичної групи).

Аналітична хімія — це наука про методи визначення хімічного складу речовин та їх сумішей. Вона складається з двох основних розділів: якісного та кількісного аналізу.

Вона складається з двох основних розділів:

□ якісний аналіз; □ кількісний аналіз.

Завдання якісного аналізу - виявлення або ідентифікація елементів, груп атомів, йонів чи молекул у хімічних сполуках. З якісного аналізу починають дослідження будьякої невідомої або синтезованої речовини.

Завдання кількісного аналізу - встановлення співвідношення між складовими частинами речовини, тобто визначення масової частку кожного елемента в сполуці, а також окремих компонентів у сумішах.

Аналітична хімія тісно пов'язана з різними галузями хімічної науки і виробництва. Її методами користуються в сільському господарстві, геології, металургії, біохімії, медицині, фізиці тощо.

У фармацевтичному аналізі якісний та кількісні методи аналізу дають можливість встановити чистоту препарату, придатність його для лікувальних цілей, контролювати процес виготовлення ліків як в умовах аптечної установи, так і заводського виробництва.

Ліки, випущені фармацевтичною промисловістю, повинні підлягати контролю на всіх стадіях одержання лікарського препарату (сировина, напівфабрикати, готовий лікарський засіб).

Хімічні методи дослідження

ХІМІЧНІ

**Хімічне перетворення
аналізованої речовини в нову
сполуку, яка володіє
характерними
властивостями, що
дозволяють встановити
наявність цієї речовини або
визначити її кількість**

**(хімічну реакцію
спостерігають візуально)**

ФІЗИЧНІ

**Вимірюють фізичні
властивості речовин –
оптичні, електричні, ядерні й
ін.**

**(хімічна реакція не
проводиться)**

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ

**Зміна властивостей
(світлопоглинання,
електродного
потенціалу,
електропровідності та
ін.), що відбуваються в
ході хімічної реакції**

БІОЛОГІЧНІ

**Хімічні реакції, що
протікають в живих
організмах**

Фізико-хімічні методи засновані на вимірюванні певних фізичних властивостей речовин у процесі хімічної реакції.

- * ➤ спектрофотометрія,
- * ➤ полярографія,
- * ➤ хроматографія та ін.

* До них належать:

Хімічні методи засновані на проведенні хімічних реакцій осадження, комплексоутворення, окиснення-відновлення, тобто базуються на хімічних властивостях досліджуваних речовин.

Методи якісного аналізу поділяють на хімічні, фізичні та фізико-хімічні. Фізичні методи ґрунтуються на спостереженні різних фізичних властивостей досліджуваної речовини.

- Спектральні методи (засновані на дослідженні спектрів поглинання або випромінювання речовиною, яку аналізують).
- Люмінесцентні методи (речовини виявляють за здатністю світитись в ультрафіолетовому випромінюванні).
- Рентгеноспектральний, радіометричний та ін.

У хімічних методах якісного аналізу використовують реакції, що супроводжуються зовнішніми проявами:

- випадання або розчинення осаду;
- зміна забарвлення розчину;
- виділення газу.

Хімічне перетворення, що відбувається при цьому, називається аналітичною реакцією.

Аналітична реакція – це хімічна реакція, що супроводжується характерним зовнішнім ефектом.

Речовину, яку використовують для проведення якісної аналітичної реакції, називають реагентом.

Хімічні методи характеризуються високою селективністю, простотою виконання, надійністю, але чутливість їх невисока. У тих випадках, коли потрібна більша чутливість, використовують інструментальні методи аналізу.

Під час виконання якісного аналізу потрібна певна маса проби. У залежності від величини взятої для аналізу проби, методи поділяють на:

- макрометоди,
- напівмікрометоди,
- мікрометоди,
- ультрамікрометоди якісного аналізу.

Класифікація методів за масою проби

Макрометоди

0,1-1,0 г
речовини

Аналіз виконують у
звичайних пробірках,
хімічних стаканах,
колбах

Осади відокремлюють
фільтруванням через
паперові фільтри

Напівмікрометоди

0,01 - 0,10 г
речовини

Аналіз виконують у зви-
чайних або центрифуж-
них пробірках, викори-
стовуючи піпетки або
крапельниці

Осади відділяють
центрифугуванням

Мікрометоди

0,001 - 0,010 г
речовини

Краплинний
метод

Мікрокристало-
скопичний метод

Під мікроскопом
спостерігають утво-
рення кристалів пев-
ної форми та кольору

Способи виконання аналітичних реакцій

сухим способом

досліджувану пробу та аналітичний реагент беруть у твердому стані і піддають нагріванню до високої температури

реакції забарвлення полум'я

реакції спікання з сухими реагентами

реакції утворення перлів бури

носять допоміжний характер, їх використовують у попередніх випробуваннях

вологим способом

реакції відбуваються у водних розчинах

супроводжуються зовнішнім ефектом: зміною забарвлення розчину, утворенням або розчиненням осаду, виділенням газу

є основними в якісному аналізі

ПАРАМЕТРИ ЧУТЛИВОСТІ АНАЛІТИЧНИХ РЕАКЦІЙ

- ☐ граничне розведення;
- ☐ гранична концентрація;
- ☐ мінімальний об'єм гранично розведеного розчину;
- ☐ межа виявлення (відкриваний мінімум).

Чутливість – мінімальна кількість речовини, яка може бути відкрита за допомогою даної реакції.

актори чутливості реакцій:

- * концентрація застосованого реагенту
- * температура
- * рН розчину
- * присутність сторонніх речовин

Граничне розведення V_{lim} — це максимальний об'єм розчину, в якому може бути однозначно (більше ніж у 50 дослідах із 100) виявлений 1 г даної речовини за допомогою певної аналітичної реакції (вимірюється у мл/г).

Гранична (мінімальна) концентрація $C_{lim}(C_{min})$ найменша концентрація йонів або речовини, за якої дана реакція дозволяє ще відкривати їх у розчині (вимірюється в г/мл):

$$C_{min} = \frac{1}{V_{lim}}$$

V_{lim} — об'єм розчинника (мл), у якому міститься 1 г досліджуваних йонів або речовини.

Мінімальний об'єм гранично розведеного розчину $V_{\min}$ – найменший об'єм досліджуваного розчину, необхідний для визначення досліджуваної речовини певною аналітичною реакцією (мл).

Відкриваний мінімум m – найменша маса речовини, яка може бути визначена даною реакцією в мінімальному об'ємі гранично розведеного розчину.

$$m = \frac{V_{\min} \cdot 10^6}{V_{\lim}} = C_{\min} \cdot V_{\min} \cdot 10^6$$

Ця величина дуже мала, її виражають у мікрограмах (мкг), тобто у мільйонних частинах грама, 1 мкг позначають грецькою літерою γ ; $1 \gamma = 10^{-6}$ г.

Для експериментального визначення чутливості реакції її багаторазово виконують, поступово зменшуючи концентрацію досліджуваної речовини, до одержання невідтворюваних результатів.

Цю область концентрацій називають *областю ненадійної концентрації*.

Концентрація, найближча до області ненадійної, але яка ще дає позитивний результат характеризує чутливість реакції.

Для підвищення чутливості реакцій:

- збільшують концентрацію речовини у розчині (частіше випаровуванням);
- використовують хімічно чисті реактиви, що не містять сторонніх домішок;
- попередньо видаляють або маскують йони, що заважають.

Речовини, за допомогою яких виконується відкриття іонів, називаються реактивами на відповідні йони. Специфічні реактиви утворюють характерний осад або забарвлення тільки з певним іонам.

Наприклад, реактив $K_3[Fe(CN)_6]$ утворює темно-синій осад тільки з іонами Fe^{2+} .

Вибіркові, або селективні, реактиви реагують з декількома іонами, які можуть належати до однієї або до різних груп. Наприклад, реактив KI реагує з іонами Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} (I група), а також з іонами Hg^{2+} і Cu^{2+} (VI група).

Груповий реактив вступає в реакцію зі всіма іонами даної групи. За допомогою цього реактиву іони даної групи можна відокремити від іонів інших груп.

Наприклад, груповим реактивом II аналітичної групи є хлоридна кислота, яка з катіонами Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} утворює білі важкорозчинні осад хлоридів.

Групові реагенти повинні відповідати вимогам:

- кількісно розділяти йони за їх аналітичними групами;
- надлишок групового реагенту не повинен заважати визначенню йонів, що залишаються в досліджуваній пробі;
- одержаний осад повинен розчинятися у певних реагентах для проведення подальшого аналізу.

Дробний хід аналізу:

- усувають вплив компонентів, що заважають;
- відкривають йони, що визначаються, специфічними реакціями, які дозволяють відкрити досліджувані йони в присутності інших йонів.

Систематичний хід аналізу:

- суміш йонів розділяють за допомогою групових реагентів на декілька окремих груп;
- у межах кожної з цих груп виявляють окремі йони певними характерними реакціями.

* Сульфідна (сірководнева)

класифікація катіонів

Номер групи	Катіони	Груповий реагент	Продукти реакції та їх властивості
I	$\text{Li}^+, \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+, \text{Mg}^{2+}$	Відсутній	Відсутній
II	$\text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, (\text{Pb}^{2+})$	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$)	Осади ($\text{CaCO}_3, \text{SrCO}_3, \text{BaCO}_3$) розчиняються в кислотах, але нерозчинні в лугах і водному розчині NH_3
III	$\text{Zn}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}$	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$)	Осади ($\text{ZnS}, \text{MnS}, \text{NiS}, \text{CoS}, \text{FeS}, \text{Fe}_2\text{S}_3, \text{Al}(\text{OH})_3, \text{Cr}(\text{OH})_3$) розчиняються в кислотах
IV	$\text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Hg}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Sb}^{3+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Sn}^{4+}, \text{As}^{3+}$	H_2S (у присутності HCl)	Осади ($\text{CuS}, \text{CdS}, \text{HgS}, \text{Bi}_2\text{S}_3, \text{Sb}_2\text{S}_3, \text{SnS}, \text{SnS}_2, \text{As}_2\text{S}_3$) не розчиняються в кислотах. Сульфіди $\text{Sb}_2\text{S}_3, \text{SnS}_2, \text{As}_2\text{S}_3$ розчиняються в амоній полісульфіді $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$
V	$\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}$	HCl	Осади ($\text{AgCl}, \text{PbCl}_2, \text{Hg}_2\text{Cl}_2$) не розчиняються в розведених кислотах.

* Аміачно-фосфатна класифікація катіонів групи

Номер групи	Катіони	Груповий реагент	Продукти реакції, їх властивості
I	$\text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$	Відсутній	Відсутні
II	$\text{Li}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Bi}^{3+}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	Осади розчиняються в ацетатній кислоті (крім $\text{AlPO}_4, \text{CrPO}_4, \text{FePO}_4, \text{BiPO}_4$)
III	$\text{Zn}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Hg}^{2+}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (у присутності $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	В надлишку NH_3 осади фосфатів розчиняються з утворенням комплексних йонів $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}, [\text{Co}(\text{NH}_3)_4]^{2+}, [\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}, [\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
IV	$\text{Sb}^{3+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Sn}^{4+}, \text{As}^{3+}$	HNO_3 (при кип'ятінні)	Утворюються осади $\text{H}_2\text{SnO}_3, \text{H}_3\text{SbO}_4, \text{H}_3\text{AsO}_4$
V	$\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}, \text{Hg}_2^{2+}$	HCl	Осади ($\text{AgCl}, \text{PbCl}_2, \text{Hg}_2\text{Cl}_2$) не розчиняються в розведених кислотах

Кислотно-лужна класифікація катіонів та аніонів

Катіони

I група: K^+ , Na^+ , NH_4^+

II група: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}

III група: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}

IV група: Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+}
 As^{3+} , As^{5+}

V група: Mg^{2+} , Bi^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+}
 Sb^{3+} , Sb^{5+}

VI група: Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+}
 Hg^{2+}

Аніони

I група: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} ,
 PO_4^{3-}

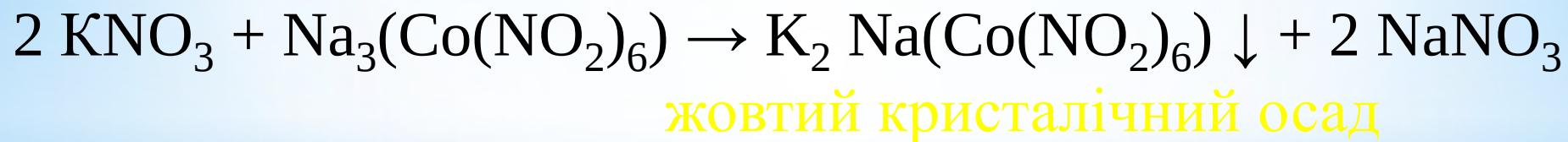
II група: Cl^- , I^- , Br^- , S^{2-}

III група: NO_3^- , NO_2^- ,
 CH_3COO^-

Перша група катіонів

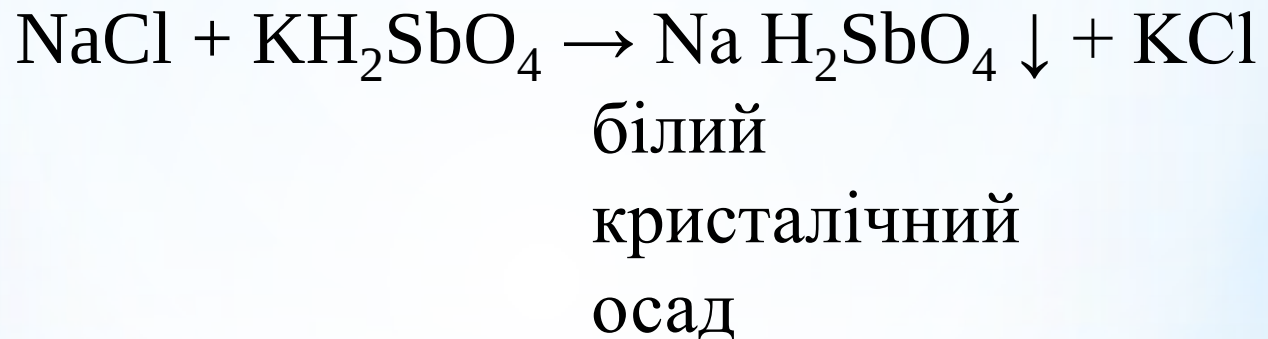
Реакції катіонів K^+ .

Кобальтинітрит натрію $Na_3(Co(NO_2)_6)$



Реакції катіонів Na^+ .

Дигідроантимонат калію KH_2SbO_4



Реакції катіонів NH_4^+

Їдкі луги при нагріванні

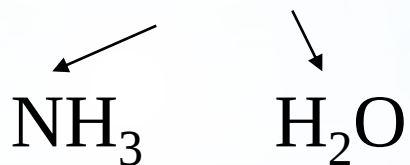
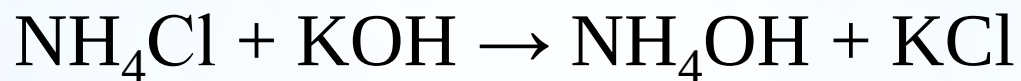
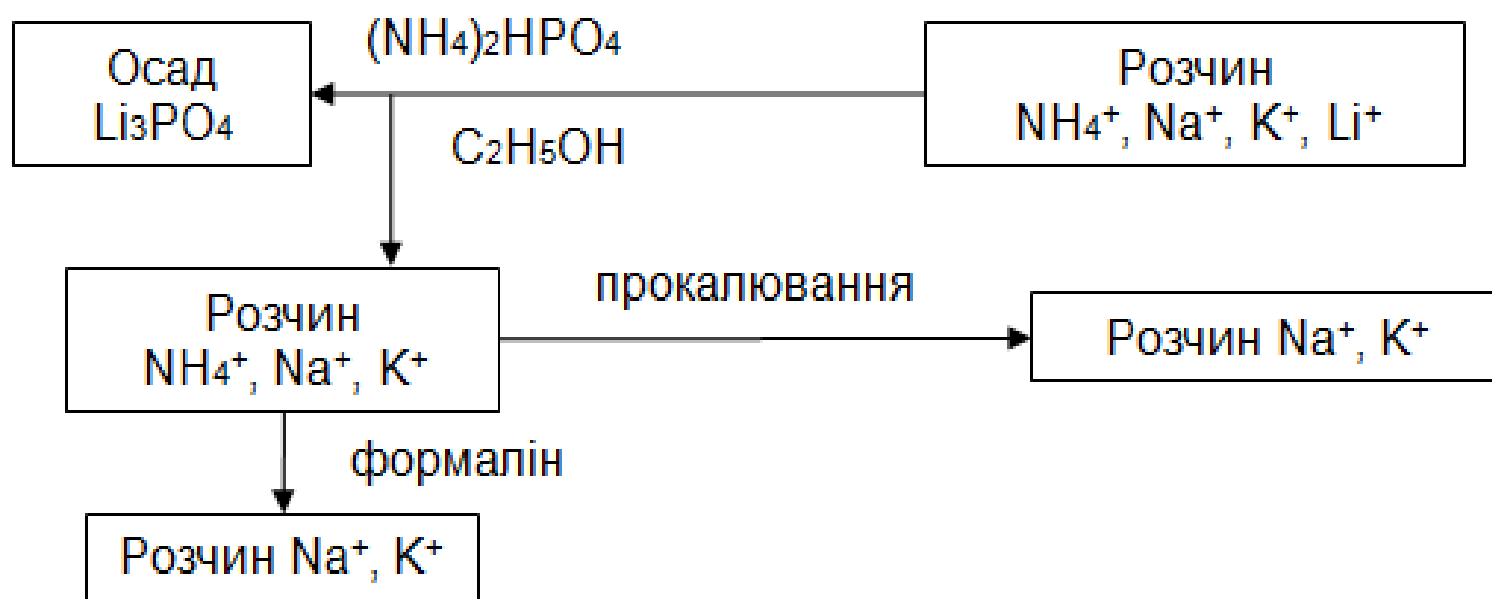


Схема систематичного аналізу суміші катіонів I аналітичної групи



Дякую за увагу!