

**НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ О.О. БОГОМОЛЬЦЯ**  
*КАФЕДРА АНАЛІТИЧНОЇ, ФІЗИЧНОЇ  
ТА КОЛОЇДНОЇ ХІМІЇ*

**МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК  
ДЛЯ ПРАКТИЧНИХ ЗАНЯТЬ**

Навчальна дисципліна  
**АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ**

**ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ  
та  
ГРАВІМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ**

---

П І Б

**КИЇВ**  
2022

<b>Укладачі</b>	Рева Т.Д.	професорка
	Зайцева Г.М.	зав. кафедри
	Гождзінський С.М.	доцент
	Чхало О.М.	доцентка
	Пушкарьова Я.М.	доцентка

«ЗАТВЕРДЖЕНО»

на засіданні ЦМК

зі спеціальності 226”Фармація, промислова фармація“

## Якісний аналіз катіонів

У даному посібнику наведені назви неорганічних сполук, відповідні до сучасних правил номенклатури IUPAC (натрій хлорид, калій фосфат, сульфатна кислота тощо), а також міжнародні непатентовані назви лікарських засобів і фармакопейних препаратів (натрій хлорид, калій ацетат, кислота соляна та ін.).

Основним завданням якісного хімічного аналізу катіонів і аніонів є ідентифікація (відкриття) йонів, тобто достовірне підтвердження їх присутності або відсутності в аналізованому об'єкті.

Це завдання можна було б легко виконати, якби для кожного йона була відома специфічна характерна реакція, що дозволяє відкрити цей йон у присутності інших йонів. Однак, таких специфічних реакцій відомо небагато. Більшість аналітичних реакцій є селективними, дають аналітичний ефект з декількома різними йонами.

В якісному аналізі селективні реакції, що використовуються для виділення з аналізованого розчину певних груп йонів, називають груповими реакціями, а відповідні реагенти — груповими реагентами.

Отже, груповий реагент дає подібні аналітичні ефекти з цілою групою йонів. Використання різних групових реагентів дозволило провести класифікацію йонів на певні групи і розробити різні хімічні методи якісного аналізу, які систематизують та істотно спрощують проведення якісного аналізу різноманітних об'єктів невідомого складу.

У сучасній аналітичній хімії створено декілька хімічних методів якісного аналізу катіонів, які використовують певний набір групових реагентів. Вони одержали такі назви: сірководневий (сульфідний) метод, аміачно-фосфатний метод, кислотно-основний метод, карбонатний метод, біфталатний метод, сульфідно-основний метод, тіоацетамідний метод.

Реагент, за допомогою якого можна відділити певну групу йонів від інших, називається *груповим реагентом*.

За сульфідним методом до *першої аналітичної групи* відносяться йони  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$  і  $\text{Mg}^{2+}$ . Ця група катіонів не має групового реагенту. Кожен катіон цієї групи виявляється своїми характерними реакціями, які виконуються в певній послідовності.

До *другої аналітичної групи* за сульфідним методом відносяться йони  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ . Вони осаджуються груповим реагентом – амоній карбонатом  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  в амоніачному буферному розчині у вигляді нерозчинних у воді карбонатів. Йони цієї аналітичної групи не осаджуються  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  і  $\text{H}_2\text{S}$ .

До *третьої аналітичної групи* відносяться йони  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  та інші. Вони осаджуються з нейтральних чи лужних розчинів ( $\text{pH}=7-9$ ) груповим реагентом  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  у вигляді нерозчинних у воді сульфідів і гідроксидів. Катіони цієї групи не осаджуються в кислих розчинах  $\text{H}_2\text{S}$ .

До *четвертої аналітичної групи* відносяться йони  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{As}^{3+}$ ,  $\text{As(V)}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Sb(V)}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Sn(IV)}$  і інші. Всі катіони четвертої групи осаджуються  $\text{H}_2\text{S}$  в кислому середовищі при  $\text{pH}=0,5$  у вигляді сульфідів, які практично нерозчинні у воді і в розведених мінеральних кислотах. Груповим реагентом є  $\text{H}_2\text{S}$  у середовищі хлоридної кислоти.

До *п'ятої аналітичної групи* катіонів відносяться йони  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  та інші. Груповим реагентом є розчин 2 М.  $\text{HCl}$ . Відповідні хлориди

малорозчинні у воді і в розведених кислотах.

Сульфідна система аналізу катіонів є класичною, але, разом з тим, має суттєві недоліки, а саме:

розчинність сульфідів деяких катіонів третьої і четвертої аналітичних груп має близькі значення, тому розділення катіонів не повне;

осадження катіонів четвертої аналітичної групи у вигляді сульфідів часто супроводжується співосадженням катіонів третьої групи;

для проведення повного аналізу за цією системою витрачається багато часу (до 25-30 годин);

для аналізу застосовується дуже токсичний  $H_2S$ . Для роботи з ним треба спеціально обладнане приміщення.

У фармацевтичному аналізі використовують кислотно-основний метод, в якому груповими реагентами є водні розчин кислот і основ, а саме:

розчин хлоридної кислоти,

розчин сульфатної кислоти,

розчин натрій гідроксиду або калій гідроксиду (у присутності пероксиду водню),

розчин амоніаку.

Йони, що відкривають за кислотно-основним методом, поділяють на шість аналітичних груп (табл. 1.1)

Таблиця 1.1

### КЛАСИФІКАЦІЯ КАТІОНІВ ЗА КИСЛОТНО-ОСНОВНИМ МЕТОДОМ

№ групи	Груповий реагент	Катіони
1	Немає. Хлориди, сульфати та гідроксиди розчинні у воді	$Li^+Na^+; K^+; NH_4^+$
2	<b>HCl</b> . Хлориди не розчиняються у воді та кислотах.	$Ag^+; Pb^{2+}; Hg_2^{2+}$
3	<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b> . Сульфати не розчиняються у воді, кислотах і лугах.	$Ca^{2+}; Sr^{2+}; Ba^{2+}$
4	<b>NaOH</b> . Гідроксиди не розчиняються у воді, розчиняються і в кислотах, і в лугах.	$Zn^{2+}; Al^{3+}; Cr^{3+}; Sn^{2+}; Sn(IV); As(III); As(V);$
5	<b>NaOH</b> . Гідроксиди не розчиняються у воді, в аміаку і лугах.	$Mn^{2+}; Mg^{2+}; Fe^{2+}; Fe^{3+}; Bi^{3+}; Sb(III); Sb(V)$
6	<b>NH<sub>3</sub></b> . Гідроксиди не розчиняються у воді, у надлишку лугу, розчиняються в аміаку, утворюють аміакати.	$Cu^{2+}; Cd^{2+}; Ni^{2+}; Co^{2+}; Hg^{2+}$

Повна схема систематичного аналізу катіонів по цій класифікації (як і по будь-якій іншій) практично ніколи не застосовується при аналізі лікарських засобів і лікарської сировини. Окремі елементи її іноді використовують у фармацевтичному аналізі.

#### Катіони I аналітичної групи

Хіміко-аналітична характеристика катіонів I аналітичної групи ( $Li^+, K^+, Na^+, NH_4^+$ ). Зв'язок аналітичних властивостей катіонів з електронною будовою та положенням у періодичній системі Д.І. Менделєєва відповідних

елементів. Якісні реакції визначення катіонів I аналітичної групи та умови їх проведення.

Катіони першої аналітичної групи мають постійний заряд (1+), порівняно великий радіусом (0,098 - 0,143 нм), невисокий йонізаційним потенціал і найменшу серед катіонів поляризууючу здатність. Тому ці близькі за хімічними властивостями катіони утворюють незабарвлені й добре розчинні у воді сполуки. Усі катіони I аналітичної групи не мають загального групового реагенту, що відрізняє I групу катіонів від усіх інших груп.

Малорозчинні лише деякі сполуки катіонів даної групи з великими аніонами, що легко поляризуються: перхлоратом, гексанітрокобальтатом (III), гексагідроксостибатом (V).

Солі Натрію й Калію, утворені сильними кислотами, не гідролізуються, а водні розчини солей, утворених слабкими кислотами, мають лужну реакцію середовища.

Малий заряд і слабка поляризууюча здатність катіонів першої аналітичної групи обумовлюють відсутність здатності виступати в ролі комплексоутворювача в координаційних сполуках. Катіони в розчинах, маючи єдиний стійкий ступінь окиснення, не вступають в окисно-відновні реакції.

Катіони I групи безбарвні, забарвлення деяких сполук Калію, Натрію чи амонію забезпечують відповідні аніони, наприклад: хромат-аніони – жовте, дихромат-аніони – жовтогаряче, манганат-аніони – зелене.

Йони амонію мають ряд особливих властивостей:

а) ці йони нестійкі у лужному середовищі  $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- = \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ ;

б) під дією сильних окисників (хлору, хлорного вапна) окиснюються до молекулярного азоту;

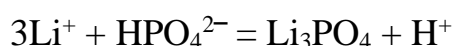
в) солі амонію при нагріванні розкладанню з утворенням амоніаку або оксидів Нітрогену, залежно від характеру аніона.

Вказані особливості використовуються для виявлення й видалення йонів амонію із суміші з іншими катіонами.

Катіони I аналітичної групи входять до складу багатьох лікарських препаратів. Йони  $\text{Na}^+$  є найважливішими позаклітинними йонами. Натрію хлорид – основа кровозамінних препаратів, у вигляді солей Натрію застосовуються антикоагулянт крові гепарин, альгінат, дезоксирибонуклеат Фармакопейними препаратами Натрію є антацид  $\text{NaHCO}_3$ , антисептик бура  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , проносне  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  і десенсибілізуючий засіб  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Йони  $\text{K}^+$ , що є найважливішими внутрішньоклітинними йонами, застосовуються у вигляді калій хлориду для регуляції водного й електролітного балансу. Препарати Панангін, Перфектил містять лікарські речовини у вигляді калієвих солей. Йони  $\text{Li}^+$  – антагоністи йонів Натрію. Літій карбонат має антипсихотичну і седативну дію. Йони амонію входять до складу деяких гомеопатичних препаратів.

**Реакції на йони  $\text{Li}^+$**

**Реакція із натрій гідрогенфосфатом  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ .** У нейтральному або слабколужному середовищі утворюється білий осад фосфату (ортофосфату) літію  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ :



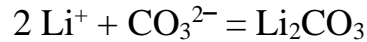
Реакцію проводять зазвичай в аміачному середовищі для зв'язування йонів гідрогену, що виділяються:



Для повного осадження при проведенні реакції додають етанол, оскільки у водно-етанольному середовищі розчинність літій фосфату зменшується. Літій фосфат розчинний у кислотах. Межа виявлення катіонів літію даною реакцією становить 5 мкг. Заважають усі катіони, що утворюють нерозчинні (малорозчинні) у воді фосфати.

У пробірку вносять ~10 крапель розчину солі літію, додають стільки ж крапель концентрованого розчину аміаку, етанолу і 10 - 15 крапель розчину натрій гідрогенфосфату. Через ~5 хвилин випадає білий дрібнокристалічний осад, розчинний в оцтовій кислоті. Велику кількість етанолу не слід додавати, щоб уникнути осадження  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ .

**Реакція з розчинними карбонатами.** Карбонат-іони  $\text{CO}_3^{2-}$  осаджують із водних нейтральних, лужних (але не кислих!) розчинів солей літію білий осад літій карбонату  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ :



Літій карбонат помітно розчинний у воді, тому катіони літію осаджуються з розчину не повністю. Для проведення реакції потрібно брати концентровані розчини солей літію та розчинних карбонатів. Реакцію бажано проводити при нагріванні, тому що розчинність літій карбонату у воді зменшується з ростом температури. Літій карбонат розчиняється в кислотах. Межа виявлення ~500 мкг. Заважають усі катіони, що утворюють малорозчинні у воді карбонати.

У пробірку вносять декілька крапель концентрованого розчину солі літію, додають стільки ж концентрованого розчину соди  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (або поташу  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) і нагрівають суміш. Випадає білий дрібнокристалічний осад карбонату літію  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .

**Реакція з розчинними фторидами.** Фторид-іони  $\text{F}^-$  осаджують із водних розчинів солей літію білий осад малорозчинного у воді літій фториду  $\text{LiF}$ :

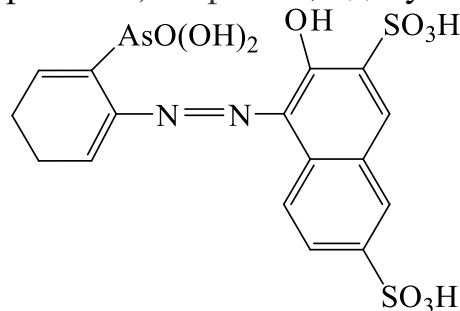


Розчинність фториду літію у воді зменшується у присутності аміаку. Межа виявлення — 50 мкг. Заважають катіони  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ , що також дають осади фторидів.

У пробірку вносять 3-4 краплі розчину солі літію, 1 - 2 краплі концентрованого розчину аміаку й 4 – 5 крапель розчину фториду амонію  $\text{NH}_4\text{F}$ . Суміш нагрівають. Повільно випадає аморфний осад фториду літію. Осад розчиняється в оцтовій кислоті.

### Реакція з тороном.

Торон [1(2-арсонофенілазо)-нафтол-3,6-дисульфокислота]



з йонами літію в лужному розчині утворює розчинну у воді комплексну сполуку зі співвідношенням компонентів  $\text{Li} : \text{R} = 1:1$

У лужному середовищі торон має помаранчево-червоне забарвлення, комплекс літію з тороном — жовте. Природа зв'язку в комплексі невідома. Сполука не екстрагується хлороформом, бутанолом, амілацетатом. Реакцію можна проводити у водному-ацетоновому середовищі (70% ацетону). Межа

виявлення літію — 2 мкг. Виявленню літію не заважають  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $F^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $MoO_4^{2-}$ ,  $C_2O_4^{2-}$ , тартрат- і цитрат-йони; заважають йони  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Be^{2+}$ . Катіони, що заважають, маскують, додаючи концентрований розчин ЕДТА.

У пробірку поміщають 2 краплі розчину торону, 2 краплі 30%-ного розчину  $NaOH$  і 1 краплю аналізованого розчину. У присутності йонів літію розчин забарвлюється в жовтий колір. Якщо немає йонів літію, то розчин торону залишається помаранчево-червоним (контрольний дослід).

У присутності катіонів, що заважають, ( $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Be^{2+}$ ) реакцію проводять у такий спосіб: до 4 – 5 крапель розчину додають 1 – 2 краплі насиченого розчину ЕДТА, 2 краплі 30 %-ного розчину  $NaOH$  і 1 – 2 краплі розчину торону.

**Забарвлення полум'я газового пальника.** Солі Літію забарвлюють полум'я газового пальника в карміново-червоний колір.

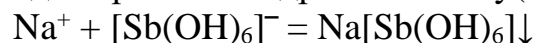
На платиновій або ніхромовій дротині (або на кінчику графітового стрижня) вносять у полум'я газового пальника кілька кристаликів хлориду літію  $LiCl$ . Полум'я забарвлюється в карміново-червоний колір. Якщо полум'я забарвлюється в жовтий колір через присутність слідів катіонів Натрію, то його розглядають через синє скло або індигову призму — посудину спеціальної призматичної форми, заповнену розчином барвника — індиго (синє скло й розчин індиго поглинають жовті промені).

Катіони літію заважають проведенню якісних реакцій на йони  $Na^+$  і  $K^+$ , утворюючи із цинкуранілацетатом  $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$  — жовто-зелений осад  $LiZn(UO_2)(CH_3COO)_9 \cdot 9H_2O$ . З калій гексагідроксистибатом  $K[Sb(OH)_6]$  утворюється білий осад  $Li[Sb(OH)_6]$ , а з натрій гексанітрокобальтатом(III)  $Na_3[Co(NO_2)_6]$  — жовтий осад  $Li_3[Co(NO_2)_6]$ .

### Реакції на йони $Na^+$

Відомо обмежене число аналітичних реакцій на катіони Натрію.

**Реакція з калій гексагідроксистибатом(V)  $K[Sb(OH)_6]$ .** Катіони Натрію утворюють із  $K[Sb(OH)_6]$  в нейтральному ( $pH \sim 7$ ) розчині білий дрібнокристалічний осад натрій гексагідроксистибату(V)  $Na[Sb(OH)_6]$ :



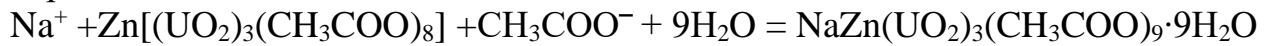
З розведених розчинів осад утворюється повільно або взагалі не випадає. Реакцію треба проводити на холоді, щоб зменшити розчинність осаду. У сильно лужному середовищі осад не утворюється, а із кислих розчинів виділяється білий аморфний осад кислоти  $HSbO_3$ , який можна помилково прийняти за осад натрій гексагідроксистибату. Тому утворення білого осаду не є достатнім для висновку про присутність катіонів Натрію. У присутності нітрат-йонів виділення осаду вповільнюється. Реакція малочутлива і дає позитивний результат лише при значних концентраціях катіонів Натрію. Заважають катіони  $Li^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $Mg^{2+}$ . Реакцію проводять у пробірці або мікрокристалоскопічно на предметному склі.

У пробірці до 3 – 5 крапель розчину  $NaCl$ , додають 3 – 5 крапель реагенту  $K[Sb(OH)_6]$ . Для утворення білого кристалічного осаду  $Na[Sb(OH)_6]$  охолоджують пробірку під струменем холодної води та обережно труть склянню паличкою.

Для проведення мікрокристалоскопічної реакції на предметне скло наносять краплю концентрованого розчину  $NaCl$  і одну краплю розчину калій гексагідроксистибату(V). Через 3 – 5 хвилин спостерігають під мікроскопом утворення кристалів

**Реакція з цинк-уранілацетатом.** Катіони Натрію дають із

цинкураніацетатом  $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8$  в оцтовокислому розчині жовтий кристалічний осад натрійцинкураніацетату  $NaZn(UO_2)_3H_3COO)_9 \cdot 9H_2O$ , нерозчинний в оцтовій кислоті:

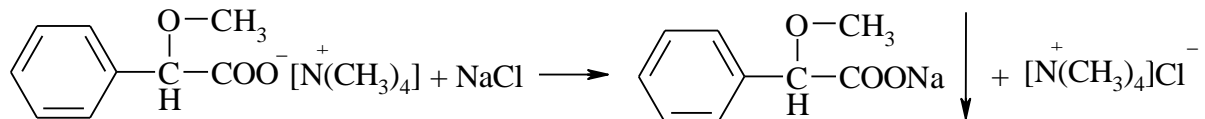


Реакція високочутлива. Межа виявлення — близько 0,8 мкг. Заважають катіони  $Li^+$ ,  $K^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ , якщо вміст цих іонів перевищує 5 мг в 1 мл розчину.

Натрійцинкураніацетат утворює кристали добре помітні при спостереженні під мікроскопом у краплі розчину. Кристали  $NaZn(UO_2)_3(CH_3COO)_9 \cdot 9H_2O$  мають вигляд правильних октаедрів або тетраедрів. Знаходженню іонів  $Na^+$  в цьому випадку не заважають йони  $K^+$  та  $NH_4^+$ .

Для проведення мікрокристалоскопічної реакції на предметне скло наносять краплю розчину  $NaCl$ , злегка випаровують до початку утворення білої смуги по краях краплі. Потім додають краплю розчину цинкураніацетату. Через 2–3 хвилини спостерігають під мікроскопом утворення жовтих октаедричних і тетраедричних кристалів.

**Реакція з тетраметиламоній метоксифенілацетатом.** Розчин реактиву з катіонами Натрію утворює об'ємний кристалічний осад натрій метоксифенілацетату білого кольору:



За ДФУ до 3–5 крапель аналізованого розчину додають 10–15 крапель розчину реактиву (тетраметиламоній метоксифенілацетату), охолоджують струменем холодної води, потираючи пробірку скляною паличкою. Утворюється об'ємний білий кристалічний осад. Пробірку з осадом поміщають у воду при температурі 20°C і перемішують протягом 1 хвилини; осад не зникає. До суміші додають 1 мл розведеного розчину амоніаку; осад цілком розчиняється. До одержаного розчину додають 1 мл розчину амоній карбонату; осад не утворюється.

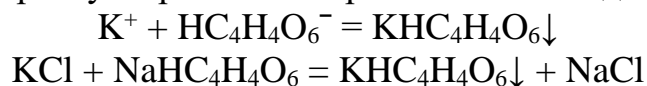
**Забарвлення полум'я газового пальника сполуками Натрію.** Сполуки Натрію забарвлюють полум'я газового пальника в жовтий колір. Реакція високочутлива, відкриваний мінімум становить  $1 \cdot 10^{-4}$  мкг.

*Методика.* На кінчику графітового стрижня (або на ніхромовій або платиновій дротині) вносять у полум'я газового пальника кілька кристаликів солі Натрію (наприклад,  $NaCl$ ). Полум'я забарвлюється в яскраво-жовтий колір. Забарвлення не зникає протягом декількох секунд.

#### Реакції на йони $K^+$

Погано розчинні сполуки  $K^+$  здатні утворювати пересичені розчини. Тому для прискорення утворення осадів необхідно охолоджувати реакційну суміш і злегка терти скляною паличкою внутрішню стінку пробірки, в частині пробірки, заповненій розчином.

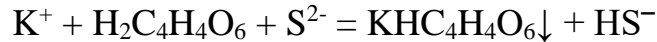
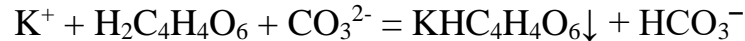
**Реакція з натрій гідрогентартратом.** З йонами Калію при рН 4–5 натрій гідрогентартрат утворює білий кристалічний осад  $KHC_4H_4O_6$ :



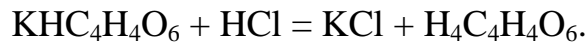
Виявлення йонів Калію за ДФУ також проводять, використовуючи розчин тартратної (винної) кислоти у присутності натрій карбонату та натрій сульфіді при охолодженні:



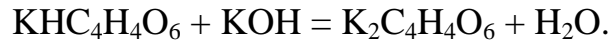




Осад  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  розчиняється в гарячій воді. Осад здатний реагувати з кислотами, більш сильними, ніж тартратна (винна) кислота, утворюються розчинні продукти реакції:  $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  та відповідна калійна сіль (осад розчиняється), наприклад:



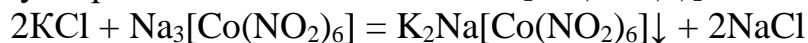
У лугах погано розчинна кисла сіль  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  перетворюється у розчинну середню сіль:



Отже, достовірний результат аналізу можна одержати лише у нейтральному середовищі. Межа виявлення йонів Калію — 1,2 мг. Заважають йон  $\text{NH}_4^+$ , що утворюють осад  $\text{NH}_4\text{HC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ . Йони важких металів, як правило, утворюють з надлишком тартрат-іонів розчинні комплексні сполуки, які не заважають визначенню йонів Калію.

Для проведення реакції до 2 – 3 крапель нейтрального розчину, що містить йони Калію, додають 2 – 3 краплі розчину  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  і для прискорення утворення осаду потирають скляною паличкою по стінках пробірки. Спостерігають утворення білого кристалічного осаду.

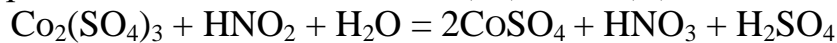
**Реакція з натрій гексанітрокобальтатом (III).** При  $\text{pH} = 4 - 5$  з йонами Калію утворюється жовтий осад  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ :



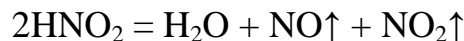
Осад нерозчинний в оцтовій кислоті, але розкладається в сильних кислотах з утворенням нітритної кислоти.



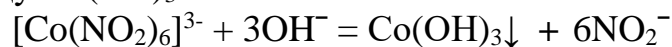
Утворена нітритна кислота відновлює  $\text{Co}(\text{III})$  до  $\text{Co}(\text{II})$ :



Нітритна кислота, що не прореагувала з  $\text{Co}_2(\text{SO}_4)_3$ , розкладається за таким рівнянням:



Комплексний йон  $[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]^{3-}$  розкладається лугами з утворенням темно-бурого осаду  $\text{Co}(\text{OH})_3$ :



Тому цю реакцію зазвичай проводять в оцтовокислому середовищі.

Заважають йони  $\text{NH}_4^+$  та  $\text{Li}^+$ . Ці йони утворюють жовті осад  $(\text{NH}_4)_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ , чи  $\text{Li}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ , що схожі на  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ . Заважають також аніони йоду, які окиснюються нітрит-іонами до  $\text{I}_2$ . Небажаною є також наявність в аналізованому розчині окисників, тому що вони руйнують реагент. Лужноземельні елементи,  $\text{Fe}(\text{II})$ ,  $\text{Fe}(\text{III})$ ,  $\text{Al}(\text{III})$ ,  $\text{Zn}(\text{II})$  і деякі інші катіони не заважають проведенню реакції.

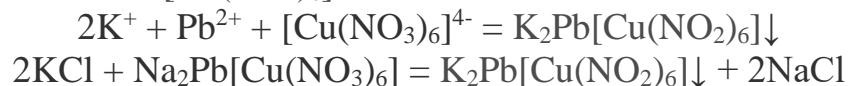
Межа виявлення йонів Калію — 20 мкг. Межу виявлення можна понизити до 4 мкг при виконанні реакції крапельним методом.

Пробірочна реакція: Якщо досліджуваний розчин кислий, додають  $\text{CH}_3\text{COONa}$  до  $\text{pH} 4 - 5$ . До 3 – 5 крапель розчину, що містить йони Калію, додають 3 – 5 крапель розчину реагенту  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  і злегка нагрівають у водяній бані. Утворюється жовтий осад.

Крапельна реакція: На предметне скло наносять одну краплю розчину  $\text{KCl}$ , поряд — краплю розчину реагенту  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ . Об'єднують краплі скляною паличкою. Спостерігають утворення жовтого осаду.

**Реакція з натрій плюмбум гексанітрокупратом(II)  $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_3)_6]$ .**

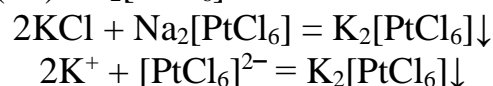
При дії на розчин солі Калію розчину реагенту натрій плюмбум гексанітрокупрату(II)  $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_3)_6]$  утворюються чорні або коричневі кубічні кристали  $\text{K}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ . Межа виявлення йонів Калію – 0,15 мкг.



Заважають катіони  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Rb}^+$ ,  $\text{Cs}^+$ , що також дають чорний осад з реактивом.

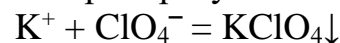
Для проведення мікрокристалоскопічної реакції на предметне скло наносять 1 краплю розчину, що містить йони Калію, поруч розміщують 1 краплю розчину  $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ . Скляною паличкою з'єднують краплі та дають постояти. Спостерігають під мікроскопом кристали, що утворилися.

**Реакція з гексахлороплатинат(IV)-іонами  $[\text{PtCl}_6]^{2-}$ .** Катіони Калію утворюють жовтий кристалічний осад калій гексахлороплатинату(IV)  $\text{K}_2[\text{PtCl}_6]$  з гексахлороплатинат(IV)-іонами  $[\text{PtCl}_6]^{2-}$ , наприклад, з натрій гексахлороплатинатом(IV)  $\text{Na}_2[\text{PtCl}_6]$ :



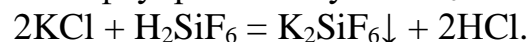
Межа виявлення — близько 25 мкг. Заважають катіони  $\text{NH}_4^+$ , що також дають жовтий осад  $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ .

**Реакція з перхлоратною кислотою  $\text{HClO}_4$ .** Катіони  $\text{K}^+$  утворюють білий кристалічний осад калій перхлорату  $\text{KClO}_4$ :



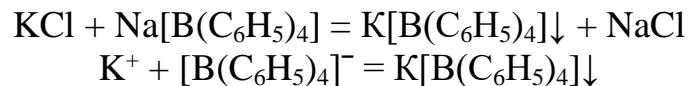
У пробірку наливають 3 – 5 крапель розчину  $\text{KCl}$ , додають 3 – 5 крапель розчину  $\text{HClO}_4$ . Утворюється білий осад.

**Реакція з гексафлуоросилікатною кислотою.** Катіони  $\text{K}^+$  утворюють драглистий осад калій гексафлуоросилікату  $\text{K}_2\text{SiF}_6$ :



Катіони амонію не заважають цій реакції.

**Реакція з натрій тетрафенілборатом  $\text{Na}[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$ .** Йони Калію утворюють з розчином цього реагенту білий кристалічний осад калій тетрафенілборату:

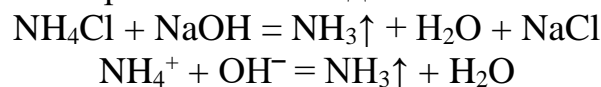


Осад не розчиняється в кислотах і лугах. Йони  $\text{NH}_4^+$  заважають визначенню йонів Калію, бо також утворюють аналогічний осад. Тому в разі присутності йонів  $\text{NH}_4^+$  реакцію виконують у лужному середовищі.

**Забарвлення полум'я.** Леткі солі Калію, наприклад  $\text{KCl}$ , забарвлюють полум'я газового пальника у блідо-фіолетовий колір. Якщо полум'я забарвлюється в жовтий колір через присутність катіонів Натрію, то спостереження ведуть через синє скло або індигову призму — посудину спеціальної призматичної форми, заповнену розчином барвника, що має назву «індиго». Синє скло та розчин індиго поглинають жовті промені, і є можливість виявити йони Калію. Межа виявлення йонів Калію – 0,0001 мкг

### **Реакції на йони $\text{NH}_4^+$**

**Реакція солей амонію з лугами.** Солі амонію реагують з розчинами лугів при нагріванні. Утворюється газоподібний амоніак:



Газоподібний аміак виявляють за характерним різким запахом, або за допомогою вологого червоного лакмусового папірця (змінює забарвлення на блідо-синє), або за допомогою вологого фенолфталеїнового папірця (набуває

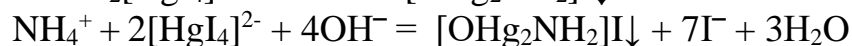
малинового забарвлення). Аміак також можна виявити так: за наявності у пробірці газоподібного  $\text{NH}_3$  при внесенні до неї скляної палички, кінчик якої змочено концентрованою хлоридною кислотою, спостерігається утворення білого диму амоній хлориду:



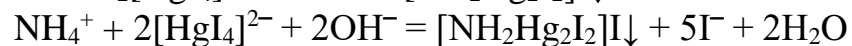
Реакція специфічна й високочутлива: межа виявлення — 0,01 *мкг*, гранична концентрація  $\sim 2 \cdot 10^{-7}$  *г/мл*, граничне розведення  $\sim 5 \cdot 10^6$  *мл/г*.

Для практичного визначення йонів  $\text{NH}_4^+$  у пробірку вносять 8–10 крапель досліджуваного розчину, додають такий же об'єм розчину  $\text{NaOH}$  і обережно нагрівають розчин, не допускаючи його кипіння та розбризкування. Над розчином поміщають вологий червоний лакмусовий папірець, не торкаючись ним стінок пробірки, щоб уникнути попадання на папір крапельок лужного розчину. Газоподібний амоніак, що виділяється, розчиняється у воді, якою змочено лакмусовий папірець, і створює лужне середовище. А в лужному середовищі червоний лакмусовий папірець синіє.

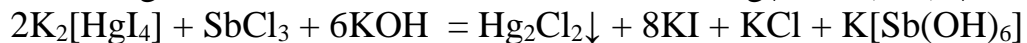
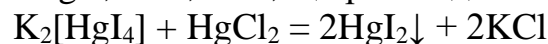
**Реакція з реактивом Несслера** (розчином, що містить суміш калій тетраїодомеркурату(II)  $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$  з  $\text{KOH}$ ). Катіони амонію утворюють із реактивом Несслера аморфний червоно-бурий або жовто-бурий (при невеликих концентраціях йону амонію) аморфний осад  $[\text{OHg}_2\text{NH}_2]\text{I}$ . При малих концентраціях йонів осад не утворюється, а розчин забарвлюється в жовтий колір. Ця реакція надзвичайно чутлива і тому її використовують у фармакопейному аналізі при визначенні йонів  $\text{NH}_4^+$  та амоніаку як домішку в субстанціях та готових лікарських формах. Реакцію можна зобразити таким рівнянням:



Іноді осаду приписують інший склад:  $[\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_2]\text{I}$ . Тоді рівняння реакції має такий вигляд:



У кислому середовищі реагент руйнується з утворенням червоного осаду  $\text{HgI}_2$ , тому реакцію необхідно проводити в нейтральному або слабколужному середовищі. Визначенню йонів  $\text{NH}_4^+$  заважають катіони деяких металів, які з  $\text{KOH}$  (компонентом реактиву Несслера) утворюють забарвлені осадки відповідних гідроксидів:  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Co}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  тощо. Заважають також йони  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ , що розкладають реактив Несслера:



Для проведення крапельної реакції на предметне скло наносять одну краплю розчину  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Поряд наносять одну краплю розчину реактиву Несслера. Краплі об'єднати скляною паличкою. Спостерігають утворення аморфного осаду червоно-бурого або жовто-бурого кольору.

**Інші аналітичні реакції катіонів амонію.** Катіони амонію в розчині утворюють із  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  і  $\text{Na}_2[\text{PtCl}_6]$  жовті осадки:  $(\text{NH}_4)_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  і  $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ . З натрій гідрогентартратом  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  утворюється білий осад амоній гідрогентартрату  $\text{NH}_4\text{HC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ , а з  $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$  — чорний осад  $(\text{NH}_4)_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ . Тому наявність в аналізованому розчині катіонів  $\text{NH}_4^+$  перешкоджає відкриттю катіонів Калію. Катіони амонію заважають також відкриттю катіонів Натрію.

## Аналіз суміші катіонів першої аналітичної групи

Досліджуваний розчи ретельний перемішують і ділять на дві рівні частини. З однією частиною проводять аналітичні дослідження. Другу частину залишають для контролю.

*Аналіз розчину, що не містить катіонів літію  $\text{Li}^+$ .*

Відкриттю катіонів Натрію й Калію заважають катіони амонію, тому спочатку відкривають катіони амонію, а потім, після видалення катіонів амонію, відкривають катіони Натрію й Калію.

*Відкриття й видалення катіонів амонію  $\text{NH}_4^+$ .* Відбирають у дві пробірки приблизне по 5 крапель аналізованого розчину. В одну з них (проба 1) додають ~5 крапель водного 1 моль/л розчину натрій гідроксиду  $\text{NaOH}$  (або 1 моль/л розчину соди  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), в іншу (проба 2) — ~5 крапель водного 1 моль/л розчину калій гідроксиду  $\text{KOH}$  (або 1 моль/л розчину поташу  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ). Нагрівають обидві пробірки на водяній бані. При наявності в розчині йонів амонію виділяється газоподібний аміак, який виявляють за допомогою вологого лакмусового паперу: у парах аміаку рожевий папір синіє.

Присутність катіонів амонію підтверджують також в окремій пробі (~1 - 2 краплі) вихідного аналізованого розчину за допомогою реактиву Несслера — утворюється червоно-бурий осад сполуки  $[\text{Ohg}_2\text{NH}_2]\text{I}$ .

У випадку присутності йонів амонію їх видаляють для того, щоб вони не заважали наступному відкриттю катіонів Натрію й Калію. Для цього обидві пробірки із пробами 1 і 2 нагрівають до повного видалення аміаку (доти, поки при внесенні в пари вологого рожевого лакмусового папірця вона не перестане синіти). Потім у пробі 1 відкривають катіони Калію, а в пробі 2 — катіони Натрію.

*Відкриття катіонів Натрію  $\text{Na}^+$ .* Після видалення йонів амонію із пробі 2 до неї додають декілька крапель розведеної оцтової кислоти до нейтралізації розчину. Краплю отриманого розчину поміщають на предметне скло, злегка упарюють і поруч із нею наносять краплю розчину цинкуранілацетату. Через 1-2 хвилини після об'єднання обох крапель спостерігають під мікроскопом утворення характерних жовтих октаедричних і тетраедричних кристалів натрійцинкуранілацетату.



Для контролю катіони Натрію відкривають також мікрокристалоскопічною реакцією з калій гексагідроксостибатом  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$  — утворюється білий мікрокристалічний осад натрій гексагідроксостибату  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ . Відкриттю катіонів Натрію цією реакцією заважають навіть слідові кількості йонів амонію, у присутності яких утворюється білий аморфний осад метасурьмяної кислоти  $\text{HSbO}_3$ . Випадання білого *аморфного*, а не кристалічного осаду (що визначається при спостереженні під мікроскопом) ще не свідчить про присутність катіонів Натрію в досліджуваному розчині.

*Відкриття катіонів Калію  $\text{K}^+$ .* Після видалення йонів амонію в пробі 1 до неї додають 3-4 краплі 2 моль/л розчину оцтової кислоти й 2 краплі розчину натрій гексанітрокобальтату(III)  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ . За наявності в аналізованому розчині йонів Калію утворюється жовтий осад  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ .

*Видалення катіонів амонію прожарюванням сухого залишку.* Катіони амонію можна видалити з вихідного аналізованого розчину також шляхом упарювання цього розчину з наступним прожарюванням сухого залишку. При прожарюванні солі амонію розкладаються з утворенням летких

продуктів. Для цього в невеликий порцеляновий тигель поміщають ~10 крапель аналізованого розчину й випарюють досуха. Сухий залишок, що утворився, обережно прожарюють до повного видалення катіонів амонію (до припинення виділення білого диму). До отриманої маси додають по декілька крапель дистильованої води й розведеної оцтової кислоти. Якщо при цьому утворився мутний розчин, то його центрифугують і в центрифугаті відкривають йони Натрію й Калію, так, як описано вище.

### **Аналіз суміші катіонів першої аналітичної групи: $\text{Li}^+$ , $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{NH}_4^+$**

*Аналіз у присутності катіонів літію  $\text{Li}^+$ .* Катіони літію заважають відкриттю катіонів Натрію й Калію, тому в присутності йонів Літію спочатку в окремих пробах аналізованого розчину відкривають катіони Літію й амонію, після чого ці катіони видаляють, а в залишку відкривають катіони Натрію та Калію.

*Катіони літію* відкривають реакцією з розчином натрій гідрогенортофосфату  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  у нейтральному або слабколужному середовищі. Утворюється білий осад літій ортофосфату  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ .

*Катіони амонію* відкривають за виділенням амоніаку після додавання до розчину луку й нагрівання цього розчину. Газ аміак, який виділяється при розкладанні солей амонію в лужному середовищі, забарвлює червоний вологий лакмусовий папірець у синій колір.

Для контролю катіони амонію відкривають окремо в декількох краплях вихідного розчину також реактивом Несслера (суміш  $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$  і  $\text{KOH}$ ), що утворює з катіонами амонію червоно-бурий осад.

Відкриття катіонів амонію реактивом Несслера можна провести також із зовнішнім індикатором — вологим фільтрувальним папером, просоченим цим реактивом. При внесенні смужки такого паперу в пари аміаку, що виділяються при нагріванні лужного розчину, вона забарвлюється в червоно-бурий колір.

*Видалення катіонів Літію й амонію.* Якщо катіони Літію й амонію відкриті в аналізованому розчині, то їх потрібно видалити.

*Відділення катіонів Літію.* Відбирають невелику порцію аналізованого розчину (8—10 крапель), додають до неї 1—2 краплі розчину аміаку (2 моль/л), 2—3 краплі етанолу, 4-5 крапель розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  (~1 моль/л). Отриману суміш нагрівають до кипіння, відокремлюють центрифугуванням утворений осад літій ортофосфату  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  і перевіряють повноту відділення катіонів Літію, додаючи у центрифугат розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  (при повному видаленні катіонів Літію не повинен з'являтися осад — розчин залишається прозорим).

*Видалення катіонів амонію.* Катіони амонію можна видалити з розчину, отриманого після відділення катіонів літію, різними способами: термічним розкладанням, кип'ятінням розчину з лугами, зв'язуванням у розчині в гексаметилентетраміном (уротропіном) при реакції з формальдегідом.

*Видалення катіонів амонію термічним розкладанням.* Центрифугат після видалення катіонів літію випарюють досуха в порцеляновій чашці, до сухого залишку додають 1-2 краплі концентрованої нітратної кислоти  $\text{HNO}_3$  і прожарюють отриману масу. При цій операції руйнуються й видаляються йони амонію. Повноту їх видалення перевіряють реактивом Несслера на предметному склі: при додаванні крупинки прожареного залишку до краплі реактиву Несслера не повинне спостерігатися утворення червоно-бурого

осаду.

Прожарений залишок розчиняють у декількох краплях дистильованої води, витримують близько 15 хвил., при необхідності — центрифугують і в центрифугаті відкривають катіони Натрію й Калію.

*Видалення катіонів амонію кип'ятінням лужних розчинів.* Це прийом описаний вище в попередньому розділі.

*Видалення катіонів амонію реакцією з формальдегідом.* Сутність методу полягає в тому, що катіони амонію в лужному середовищі реагують із формальдегідом НСНО з утворенням гексаметилентетраміну (уротропіну)  $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ , який не заважає відкриттю катіонів Натрію й Калію. Реакція протікає за схемою:



Для проведення реакції до 3-4 крапель центрифугату, отриманого після видалення катіонів літію, доливають стільки ж 40 % розчину формальдегіду й 1 краплю фенолфталеїну (індикатор). Суміш обробляють розчином соди  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  до появи червоного забарвлення розчину ( $\text{pH} > 9$ ), нагрівають 1-2 хвил., прохолоджують, підкисляють оцтовою кислотою до зникнення червоного забарвлення. В отриманому розчині відкривають катіони Калію.

Якщо замість соди  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  додавати розчин поташу  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , то в отриманому розчині відкривають катіони Натрію.

*Відкриття катіонів Натрію й Калію.* В окремі порції (1 — 2 краплі) центрифугату, отриманого після видалення катіонів амонію (термічним розкладанням), відкривають катіони Натрію мікрокристалоскопічною реакцією із цинкуранілацетатом в оцтовокислому середовищі (виділяється жовтий осад сполуки  $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , що утворює кристали правильної тетраедричної й октаедричної форми, добре видимі під мікроскопом уже при восьмикратному збільшенні), а також реакцією (також мікрокристалоскопічною) з калій гексагідроксостибатом(V)  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ . Виділяється білий осад натрій гексагідроксостибату(V)  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ , який утворює кристали характерної форми, чітко видимі під мікроскопом.

У частині центрифугату, що залишилася, відкривають катіони Калію реакціями з натрій гексанітрокобальтатом(III)  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ . У нейтральному або оцтовокислому середовищі утворюється жовтий осад комплексної солі сполуки  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ . З натрій плумбум гексанітрокупратом(II)  $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$  у нейтральному або оцтовокислому середовищі виділяються коричневі або чорні кубічні кристали комплексної солі сполуки  $\text{K}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ , добре видимі під мікроскопом.

### **Питання та вправи:**

1. Які методики виконання реакцій використовують в якісному аналізі?
2. За якими принципами створена кислотно-основна класифікація катіонів?
3. Які аналітичні реакції йонів I аналітичної групи використовують в якісному аналізі?
4. Як можна виявити у розчині наявність йонів Натрію не використовуючи ніяких реагентів?
5. Якими реакціями можна відкрити у розчині йони Калію (молекулярні та йонні рівняння реакції)?
6. За допомогою якої реакції можна визначити йони амоній? Написати молекулярні та йонні рівняння.
7. Чи можна відкрити йони Калію за допомогою  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  у

розчині, який крім йонів Калію містить йони амонію? Що треба зробити у такому випадку?

### **Тестові питання з бази даних «КРОК 1. Фармація».**

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Досліджуваний розчин містить катіони Калію і Натрію. Вкажіть реагент, який дозволяє виявити в цьому розчині йони Калію.

Кислота винна.

Цинкуранілацетат.

Кислота саліцилова.

Кислота щавлева.

Кислота бензойна

2. Досліджуваний розчин містить йони амонію та Натрію. Вкажіть реагент, який дозволяє виявити в цьому розчині йони Натрію.

Цинкуранілацетат.

Калій гексагідроксостибат.

Реактив Несслера.

Кислота винна.

Кислота бензойна.

3. Який висновок про склад досліджуваного розчину можна зробити, виходячи з того факту, що він не утворює осадів ні з: 1)  $\text{HCl}$ ;  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ;  $\text{H}_2\text{SO}_4$ :

Солі Літію і Натрію.

Солі Калію і Плюмбуму.

Солі Магнію і Кальцію.

Солі Натрію і Алюмінію.

Солі Літію і Стронцію.

4. В якісному аналізі характерною реакцією на йони Натрію є:

реакція з  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ ;

реакція з  $\text{KI}$ ;

реакція з  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;

реакція з  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ .

5. Який спосіб вираження концентрації застосовується у рівнянні добутку розчинності?

Молярна концентрація.

Масова частка (у %).

Молярна концентрація еквівалента.

Молярна частка.

Моляльна концентрація.

6. Яким аналітичним ефектом супроводжується реакція виявлення Калію реагентом натрій гідротартратом?

Утворюється білий кристалічний осад.

Розчин набуває жовтого забарвлення.

Утворюється білий аморфний осад.

Випадає бурий осад.

Випадає жовтий осад.

7. До I аналітичної групи катіонів за кислотно-основною класифікацією належать такі катіони:

катіони Натрію, Калію, амонію;

катіони Кальцію, Стронцію, Барію;

катіони Аргентуму, Плюмбуму, Ніколу;

катіони алюмінію, Магнію, Цинку;

катіони Калію, Барію, Бісмуту.

8. У лабораторії необхідно ідентифікувати йони амонію. Можна використати розчин:

реактиву Несслера;

калій хромату;

цинк уранілацетату;

реактиву Чугаєва;

натрій сульфату.

9. Яка реакція визначення катіонів амонію є специфічною?

Реакція з гідроксидами лужних металів при нагріванні.

Реакція з калій гексагідроксоантимонатом.

Реакція з натрій гексанітрокобальтом(III).

Реакція з калій тетраїодомеркуратом (II) у лужному середовищі.

Реакція з натрій гексанітрокобальтатом(III) у кислому середовищі.

10. При дії на аналізований розчин лугом при нагріванні виділяється газ, що змінює забарвлення червоного вологого лакмусового паперу на синє. Це свідчить про присутність у розчині:

йонів амонію;

карбонат-іонів;

йонів плюмбуму;

йонів Бісмуту;

хлорид-іонів.

## **Катіони II аналітичної групи**

Хіміко-аналітична характеристика катіонів II аналітичної групи:  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ . Груповий реагент на II аналітичну групу катіонів, особливості його застосування. Аналітичні реакції катіонів II аналітичної групи:  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ .

### **Хіміко-аналітична характеристика катіонів II аналітичної групи: $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ .**

До другої аналітичної групи катіонів належать катіони d-елементів IB і IIВ підгруп:  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$  і катіон p-елемента IVA підгрупи  $\text{Pb}^{2+}$ .

За рахунок великої поляризуючої здатності, обумовленої будовою зовнішнього електронного рівня катіони другої аналітичної групи утворюють багато малорозчинних сполук з аніонами (сульфіди, хлориди, сульфати, карбонати тощо), а також значне число забарвлених сполук (сульфіди, йодиди, оксиди). Катіони  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  здатні деформувати електронну оболонку хлорид-іонів і утворювати малорозчинні  $\text{AgCl}$ ,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{PbCl}_2$ , тому розчин хлоридної кислоти використовується як груповий реагент на катіони другої аналітичної групи. Повноту осадження збільшує додавання етанолу, розчинника, що зменшує розчинність солей у воді.

Катіони Аргентуму та Плюмбуму здатні утворювати комплексні сполуки, найбільш важливими з яких є: амоніакатні, хлоридні, тиосульфатні тощо. Йон  $\text{Hg}_2^{2+}$  є складним йоном, що складається з двох атомів, сполучених ковалентним зв'язком  $[\text{Hg}-\text{Hg}]^{2+}$ , в якому ступінь окиснення Меркурію +1. Катіони  $\text{Hg}_2^{2+}$  проявляють окисно-відновні властивості. При дії сильних окисників йон  $\text{Hg}_2^{2+}$  окиснюється до  $\text{Hg}^{2+}$ , а при дії відновників  $\text{Hg}_2^{2+}$  відновлюється до  $\text{Hg}^0$ . Йон  $\text{Ag}^+$  є окисником:

$$E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}^0}^0 = +0,799\text{В}.$$



Гідроксиди Аргентуму й Меркурію(I) у звичайних умовах нестійкі, відразу розкладаються на відповідний оксид і воду. Плюмбум гідроксид проявляє амфотерні властивості.

### **Груповий реагент на II аналітичну групу катіонів, особливості його застосування.**

Груповий реагент (водний розчин хлоридної кислоти) осаджує з розчинів катіони другої аналітичної групи у вигляді білих осадів хлоридів: аргентум хлорид  $\text{AgCl}$ , меркурій(I) хлорид  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  і плюмбум хлорид  $\text{PbCl}_2$ . Добутки розчинності цих трьох хлоридів при кімнатній температурі дорівнюють:  $1,78 \cdot 10^{-10}$ ,  $1,3 \cdot 10^{-18}$ ,  $1,6 \cdot 10^{-5}$ . Плюмбум хлорид помітно розчинний у воді. При нагріванні розчинність  $\text{PbCl}_2$  істотно зростає. Якщо за  $25^\circ\text{C}$  в 100г води розчиняється 0,99 г плюмбум хлориду, то за  $80^\circ\text{C}$  — 2,62г. Тому при дії групового реагенту катіони  $\text{Pb}^{2+}$  не повністю осаджуються, деяка частина йонів Плюмбуму залишається в розчині.

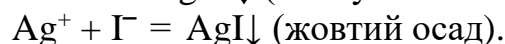
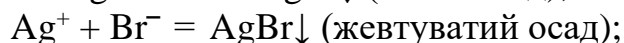
### **Аналітичні реакції катіонів II аналітичної групи: $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Hg}_2^{2+}$**

В якісному аналізі катіонів II аналітичної групи використовують реакції осадження, комплексоутворення та окиснення-відновлення.

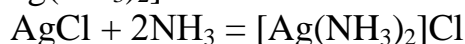
#### **Реакції на йони $\text{Ag}^+$**

Катіони Аргентуму утворюють осадки з багатьма реагентами. Для відкриття катіонів  $\text{Ag}^+$  найчастіше використовують осаджувальні реакції з аніонами  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ , а також окисно-відновні реакції, наприклад, з формальдегідом  $\text{HCHO}$  (реакція «срібного дзеркала»).

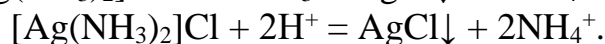
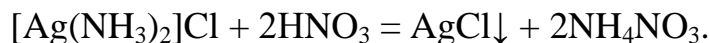
**Реакція з розчинними хлоридами, бромідами та йодідами.** Катіони  $\text{Ag}^+$  при взаємодії з розчинними хлоридами, бромідами та йодідами утворюють: білий осад — аргентум хлориду  $\text{AgCl}$ , жовтуватий осад — аргентум броміду аргентуму  $\text{AgBr}$  і жовтий осад — аргентум йодиду  $\text{AgI}$ :



Осад аргентум хлориду розчиняється в концентрованому амоніаку з утворенням комплексу  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ :

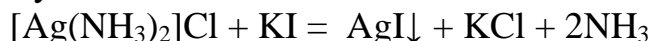


При підкисленні нітратною кислотою розчину цього комплексу знову випадає осад  $\text{AgCl}$ :

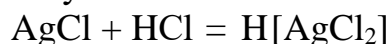


Цю послідовність розчинення і утворення осаду використано у ДФУ для ідентифікації йонів  $\text{Ag}^+$ .

При додаванні розчину калій йодиду  $\text{KI}$  до розчину амонійного комплексу Аргентуму утворюється осад аргентум йодиду  $\text{AgI}$ , який не розчиняється в аміаку:



Осад  $\text{AgCl}$  розчиняється у концентрованих розчинах  $\text{HCl}$  і хлоридів, у розчині калій ціаніду  $\text{KCN}$ , натрій тіосульфату  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . При цьому утворюються комплексні сполуки:



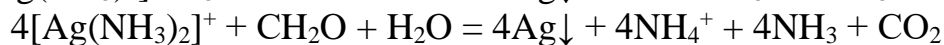
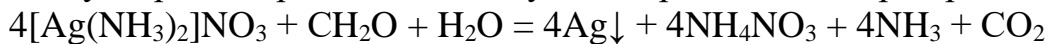
У концентрованому розчині аміаку осад AgBr малорозчинний, а AgI взагалі не розчиняється.

Відкриттю катіонів Ag<sup>+</sup> реакцією із хлорид-іонами заважають катіони Cu<sup>+</sup>, Au<sup>+</sup>, Tl<sup>+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup>, що також утворюють малорозчинні осад хлоридів.

Для проведення реакцій в одну пробірку вносять 2–3 краплі розчину NaCl, в іншу — стільки ж крапель розчину NaBr, у третю — стільки ж розчину KI. У кожену пробірку додають по 3–5 крапель розчину аргентум нітрату AgNO<sub>3</sub>. Спостерігається помутніння розчинів і утворення осадів AgCl, AgBr і AgI. Випробовують розчинність осадів, додаючи в кожену пробірку по 5–10 крапель концентрованого аміаку. При цьому осад AgCl розчиняється повністю, осад AgBr — частково, осад AgI — не розчиняється.

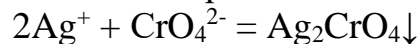
Розчин [Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]Cl з першої пробірки ділять на дві приблизно рівні частини. В одну з них додають декілька крапель розчину HNO<sub>3</sub>, в іншу — декілька крапель розчину KI. Спостерігається випадання осадів AgCl і AgI відповідно.

**Специфічна реакція «срібного дзеркала».** Амонійний комплекс Аргентуму при нагріванні реагує з органічними речовинами, що мають альдегідну функціональну групу, наприклад, метаналем (стара назва формальдегід). Відбувається відновлення Аргентуму(I) до металічного срібла, яке утворює дзеркальний блискучий шар на стінках пробірки.



Для проведення реакції у пробірку наливають 5–10 крапель розчину AgNO<sub>3</sub>, додають краплями розчин NH<sub>3</sub> до утворення, а потім до розчинення осаду. Потім додають 10–15 крапель розчину формальдегіду та нагрівають до кипіння. Спостерігають появу на стінках пробірки блискучого дзеркала.

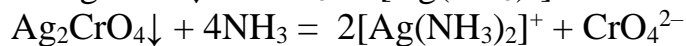
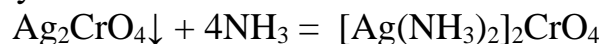
**Реакція з хромат-аніонами.** При взаємодії катіонів Ag<sup>+</sup> із хромат-іонами в нейтральному середовищі (pH ≈ 6,5–7,5) утворюється осад аргентум хромату Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> цегляно-червоного кольору:



Осад розчинний у нітратній кислоті.



У розчині амоніаку Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> розчиняється з утворенням аміачного комплексу Аргентуму:

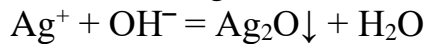
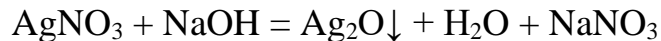


Якщо до розчину AgNO<sub>3</sub> додати лужний розчин іонів CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, то замість аргентум хромату утворюється чорно-бурий осад аргентум оксиду Ag<sub>2</sub>O.

Реакції іонів Ag<sup>+</sup> з CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> заважають усі катіони, що утворюють малорозчинні хромати (Sr<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Bi<sup>3+</sup> тощо).

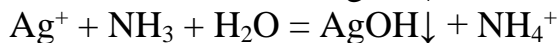
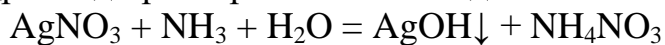
Для проведення реакції у пробірку наливають 3–5 крапель розчину AgNO<sub>3</sub>, додають 1–2 краплі розчину K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. Спостерігають утворення осаду аргентум хромату Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> цегляно-червоного кольору. Вміст пробірки розділяють на дві пробірки, щоб перевірити розчинність у нітратній кислоті, а також у розчині амоніаку. В одну пробірку додають розчин HNO<sub>3</sub>, а в іншу — розчин NH<sub>3</sub>. Спостерігають розчинення осаду.

**Взаємодія іонів Аргентуму з лугами.** При додаванні луку (NaOH чи KOH) до розчину, що містить іони Ag<sup>+</sup>, утворюють осад гідроксиду срібла AgOH, який швидко розкладається з утворенням аргентум оксиду чорно-бурого кольору.

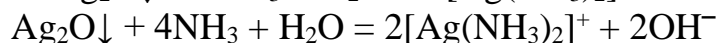


Для експериментальних досліджень до 3–5 крапель розчину  $\text{AgNO}_3$  додають 1–2 краплі розчину  $\text{NaOH}$ . Спостерігають зміну забарвлення осаду від білого до чорно-бурого

**Взаємодія йонів Аргентуму з розчином  $\text{NH}_3$ .** Йони  $\text{Ag}^+$  утворюють з розчином амоніаку осад аргентум гідроксиду білого кольору, який швидко буріє, тому що гідроксид претворюється в оксид.



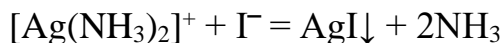
Осад  $\text{Ag}_2\text{O}$  розчинний у надлишку амоніаку:



У кислому середовищі амоніачний комплекс Аргентуму руйнується:

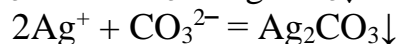
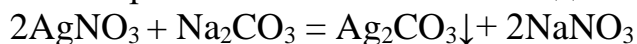


Також він руйнується під дією йодид-іонів з утворенням жовтого осаду аргентум йодиду:

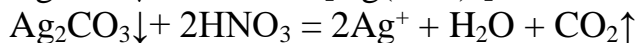
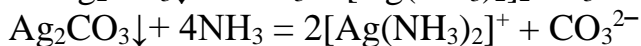
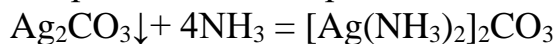


Для проведення дослідів у пробірку наливають 3–5 крапель розчину  $\text{AgNO}_3$ , додають окремими краплями розчин  $\text{NH}_3$ . Спостерігають утворення білого осаду, який поступово набуває чорно-бурого забарвлення, а при подальшому додаванні  $\text{NH}_3$  — розчиняється.

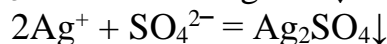
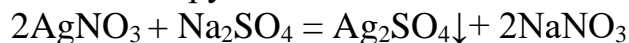
**\*\*\*Взаємодія йонів Аргентуму з карбонат-аніонами.** Йони Аргентуму утворюють з карбонат-аніонами білий осад.



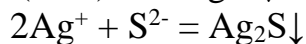
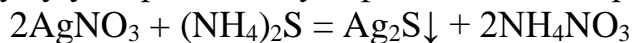
Аргентум карбонат розчинний в нітратній кислоті та розчині амоніаку:



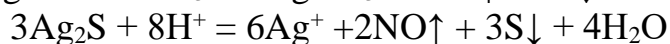
Йони Аргентуму утворюють з сульфат-аніонами малорозчинний аргентум сульфат білого кольору.



Йони Аргентуму утворюють з сульфід-аніонами чорний осад.



Осад розчиняється у нітратній кислоті:



### Реакції на йони $\text{Pb}^{2+}$

Відомо значне число реакцій катіонів Плюмбуму з різними сполуками, при яких утворюються осади або забарвлені продукти взаємодії.

**Реакція з груповим реагентом.** Катіони Плюмбуму утворюють із  $\text{HCl}$  білий осад плюмбум хлориду  $\text{PbCl}_2$ :

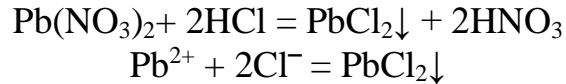


Плюмбум хлорид помітно розчинний у воді, особливо при нагріванні. Тому катіони  $\text{Pb}^{2+}$  осаджуються з розчинів хлорид-іонами не повністю. Осад

плумбум хлориду розчиняється в гарячій воді, а при охолодженні розчину з нього знову випадає плумбум хлорид, але вже у формі голок.

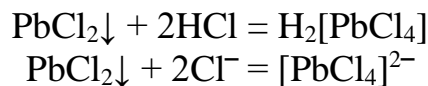
\*\*\**Методика.* В пробірку вносять 3—4 капли розчину нітрату свинця  $Pb(NO_3)_2$ , прибавляють 3-4 капли розчину хлориду натрія. Випадає білий осадок хлориду свинця.

**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $Pb(NO_3)_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $HCl$ . Випадає білий осад.

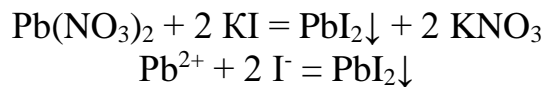


Осад  $PbCl_2$  помітно розчиняється в гарячій воді (при  $100^\circ C$  у 100 г  $H_2O$  можна розчинити 3,34 г  $PbCl_2$ ). Цю особливість використовують для відділення  $PbCl_2$  від інших хлоридів другої аналітичної групи. Для цього осад хлоридів на фільтрі у конічній лійці промивають гарячою водою, осад  $PbCl_2$  розчиняється, а  $AgCl$  і  $Hg_2Cl_2$  залишаються на фільтрі.

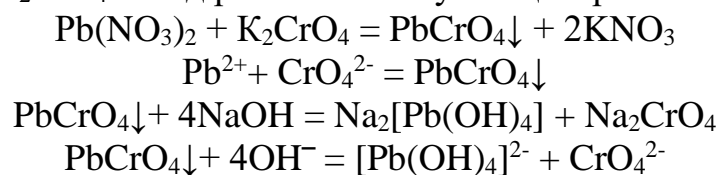
Осад  $PbCl_2$  розчиняється в надлишку концентрованої  $HCl$  з утворенням комплексних йонів:



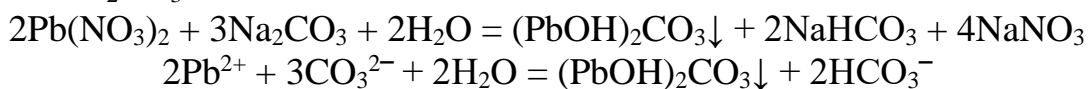
**Дослід 2.** Реакція «золотого дощу». До 1 краплі розчину  $Pb(NO_3)_2$  додати 1 краплю розчину  $KI$  і 0,5 – 1мл розчину  $CH_3COOH$ . (*Примітка:  $CH_3COOH$  не приймає участі в реакції, а лише сприяє утворенню красивих кристалів  $PbI_2$* ). Суміш нагріти до кипіння. Прозорий розчин охолодити під краном. Утворюється золотаво-жовтий осад:



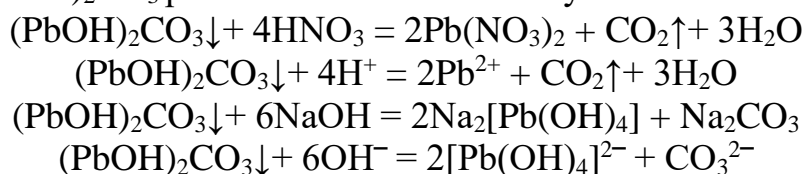
**Дослід 3.** Йони плумбуму утворюють з хромат-аніонами жовтий осад  $PbCrO_4$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $Pb(NO_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі розчину  $K_2CrO_4$ . Осад розчиняється у концентрованому розчині лугу:



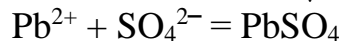
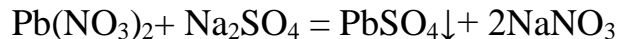
**Дослід 4.** Йони плумбуму утворюють з карбонат-аніонами білий осад основної солі. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $Pb(NO_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі  $Na_2CO_3$ :



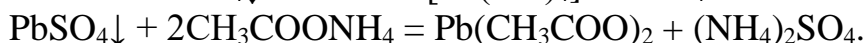
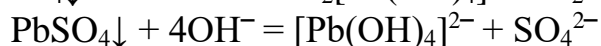
Осад  $(PbOH)_2CO_3$  розчинний в кислотах і лугах:



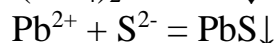
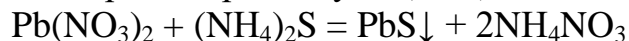
**Дослід 5.** Йони плумбуму утворюють з сульфат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $Pb(NO_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі  $Na_2SO_4$ :



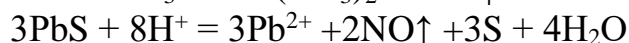
Осад  $\text{PbSO}_4$  розчинний в лугах або в 30%-ному розчині оцтовокислого амонію:



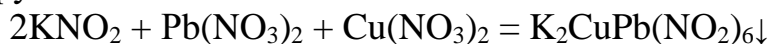
**Дослід 6.** Йони плюмбуму утворюють з сульфід-аніонами чорний осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі  $\text{Na}_2\text{S}$ :



Осад розчиняється в гарячій нітратній кислоті:

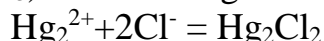
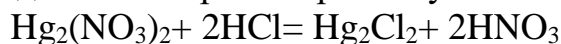


**Дослід 7.** На предметне скло поміщають краплю розчину  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , краплю розчину  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ , випарюють. Залишок розчиняють в однієї краплині розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , додають один кристалик  $\text{KNO}_2$ . Через декілька хвилин спостерігають утворення кубічних кристалів солі  $\text{K}_2\text{CuPb}(\text{NO}_2)_6$  чорного кольору:

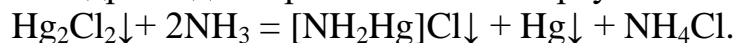


Реакції на йони  $\text{Hg}_2^{2+}$ .

**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{HCl}$ . Випадає білий осад.

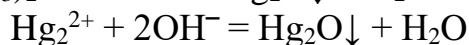


Якщо на білий осад  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  подіяти розчином амоніаку, то він почорніє внаслідок утворення дрібнодисперсної металічної ртуті:

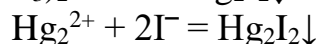
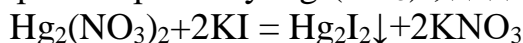


Ця реакція використовується для визначення  $\text{Hg}_2^{2+}$  та відділення катіонів ртуті(I) від інших катіонів у ході аналізу.

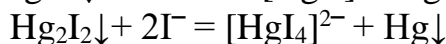
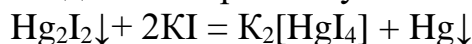
**Дослід 2.** Йони Меркурію з лугами утворюють осад  $\text{Hg}_2\text{O}$  чорного кольору. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі розчину  $\text{NaOH}$ :



**Дослід 3.** Йони Меркурію утворюють з йодид-аніонами зелений осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі  $\text{KI}$ :



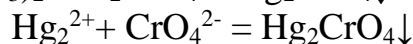
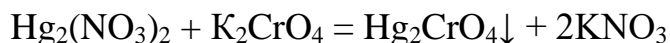
Осад  $\text{Hg}_2\text{I}_2$  реагує з надлишком реагенту:



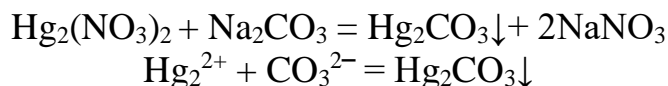
**Дослід 4.** Йони Меркурію утворюють з розчином амоніаку осад чорного кольору. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі розчину  $\text{NH}_3$ :



**Дослід 5.** Йони Меркурію утворюють з хромат-аніонами червоний осад  $\text{Hg}_2\text{CrO}_4$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі розчину  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ :



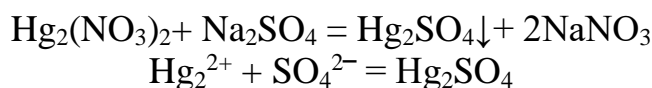
**Дослід 6.** Йони Меркурію утворюють з карбонат-аніонами жовтий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :



Меркурій (I) карбонат Меркурію (I) нестійкий і розкладається:

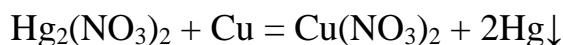


**Дослід 7.** Йони Меркурію утворюють з сульфат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 – 2 краплі  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ :



**Дослід 8.** Реакція «срібної монети». Металічна мідь витісняє із сполук металічну ртуть, яка при натиранні утворює блискучу дзеркальну пляму.

Блискуча дзеркальна пляма при нагріванні зникає, бо частина ртуті випаровується, а решта — дифундує вглиб металічної міді. Близько 1 краплі розчину  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$  поміщають на ретельно очищену поверхню мідної фольги:



### Систематичний аналіз йонів II аналітичної групи.

Систематичний аналіз йонів II аналітичної групи ґрунтується на різній розчинності хлоридів у гарячій та холодній воді, а також на відмінностях у реакціях взаємодії хлоридів срібра та ртуті з амоніаком.

Досліди	Реагенти та техніка виконання	Аналітичний сигнал
Осадження йонів II аналітичної групи у вигляді хлоридів.	До 4-5 крапель аналізованого розчину додають по краплям 2 М НСІ на холоді до повного виділення осаду. Центрифугують. Відділяють розчин від осаду.	Осад 1 білого кольору: містить $\text{AgCl}\downarrow, \text{PbCl}_2\downarrow, \text{Hg}_2\text{Cl}_2\downarrow$
Відокремлення $\text{PbCl}_2$ .	До осаду додають 10 крапель дистильованої води. Нагрівають. Центрифугують.	Осад 2: містить $\text{AgCl}\downarrow, \text{Hg}_2\text{Cl}_2\downarrow$ Розчин 1: містить $\text{Pb}^{2+}, \text{Cl}^-$ .
Відкриття йонів $\text{Pb}^{2+}$ .	У розчині 1 визначають йони $\text{Pb}^{2+}$ реакціями з $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , $\text{KI}$ або мікрокристалічною реакцією.	Спостерігають утворення жовтого осаду $\text{PbCrO}_4\downarrow$ , Реакція «золотої дощу» $\text{PbI}_2\downarrow$ або чорні кубічні кристали $\text{K}_2\text{CuPb}(\text{NO}_2)_6\downarrow$
Відокремлення $\text{AgCl}$	До осаду 2 додають 5-6 крапель концентрованого розчину амоніаку.	Осад 3: містить $\text{HgNH}_2\text{Cl}\downarrow, \text{Hg}\downarrow$ Розчин 2: містить $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+, \text{Cl}^-$ Повне розчинення

		осаду вказує на відсутність йонів $\text{Hg}_2^{2+}$
Відкриття йонів $\text{Ag}^+$	До розчину 2 додають по краплям $\text{HNO}_3$ до рН 2-3.	Осад 4: містить $\text{AgCl}\downarrow$
Відкриття йонів $\text{Hg}_2^{2+}$	Якщо осад 3 при зберіганні чорніє, у ньому присутні йони гідраргірису. Осад 3 розчиняють у суміші $\text{HCl}$ і $\text{HNO}_3$ та визначають реакціями відновлення до металевої ртуті та осадження хроматами.	Пляма металічної ртуті або червоно-цегляний осад $\text{Hg}_2\text{CrO}_4\downarrow$

### Тестові питання з бази даних «КРОК 1. Фармація».

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Для визначення якісного складу препарату на зразок досліджуваного розчину подіяли 2М. розчином  $\text{HCl}$ . Випав білий осад, розчинний у водному розчині амоніаку. На наявність яких катіонів вказує цей аналітичний ефект:

- катіонів аргентуму (I);
- катіонів плюмбуму (II);
- катіонів меркурію (I);
- катіонів меркурію (II);
- катіонів стануму (II).

2. У суміші знаходяться йони стронцію та кальцію. При дії якого реагенту можна розділити ці катіони?

- Насиченого розчину амоній сульфату.
- Розчину калій дихромату.
- Розчину амоній оксалату.
- Розчину калій хромату.
- Розчину натрій сульфату.

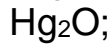
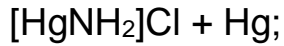
3. При додаванні до розчину 2М хлоридної кислоти утворився білий аморфний осад, який розчинився в надлишку амоній гідроксиду. Який йон знаходиться в розчині?

- Катіон аргентуму.
- Катіон плюмбуму.
- Катіон Меркурію (I).
- Катіон Магнію.
- Катіон Барію.

4. До досліджуваного розчину додали 2М розчин  $\text{HCl}$ . При цьому утворився білий осад, який при обробці розчином аміаку почорнів. Який катіон присутній у розчині:

- $\text{Hg}_2^{2+}$
- $\text{Ag}^+$
- $\text{Pb}^{2+}$
- $\text{Ba}^{2+}$
- $\text{Mg}^{2+}$

5. До розчину, який містить катіони гідраргіуму(I), додали розчин хлоридної кислоти. До утвореного осаду додали розчин амоніаку, утворився осад. Вкажіть хімічний склад осаду:



6. До досліджуваного розчину додали 2М розчин хлоридної кислоти. Випав осад білого кольору, який в результаті обробки концентрованим розчином амоніаку почорнів. Це свідчить про присутність у розчині:

Катіонів меркурію(I).

Катіонів аргентуму.

Катіонів бісмуту.

Катіонів меркурію(II).

Катіонів плюмбуму.

7. До досліджуваного розчину додали розчин калій йодиду. Випав золотисто-жовтий осад, який розчиняється в гарячій воді, надлишку реагенту і в оцтовій кислоті. Це свідчить про присутність у розчині:

Катіонів плюмбуму.

Катіонів аргентуму.

Катіонів бісмуту.

Катіонів гідраргіуму(II).

Катіонів гідраргіуму(I).

8. До другої групи катіонів належать катіони Pb<sup>2+</sup>, Ag<sup>+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup>. Укажіть груповий реагент на другу групу катіонів:

розчин HCl;

розчин H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>;

розчин HNO<sub>3</sub>;

розчин NaOH;

розчин NH<sub>3</sub>.

9. В якісному аналізі характерною реакцією на катіони аргентуму є:

а) реакція утворення сирнистого осаду AgCl, що розчиняється в розчині амоніаку, і знову утворюється при додаванні HNO<sub>3</sub>;

б) реакція утворення сирнистого осаду AgCl, що розчиняється у кислотах;

в) реакція утворення комплексу, який не руйнується при дії розчину HNO<sub>3</sub>;

г) реакція утворення осаду, що розчиняється в нітратній кислоті;

д) реакція утворення жовтого осаду AgI, що не розчиняється у розчині амоніаку.

10. Як називаються реакції і реагенти, що дають можливість за певних умов визначити потрібні йони у присутності інших йонів?

Специфічними.

Вибірковими.

Груповими.

Характерними.

Загальними.

Катіони III аналітичної групи



Хіміко-аналітична характеристика катіонів III аналітичної групи:  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ . Груповий реагент на III аналітичну групу йонів, особливості його застосування. Аналітичні реакції йонів III аналітичної групи:  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ . Систематичний хід аналізу катіонів I – III аналітичних груп за кислотно-основною класифікацією.

### ПРОФЕСІЙНА ОРІЄНТАЦІЯ СТУДЕНТІВ

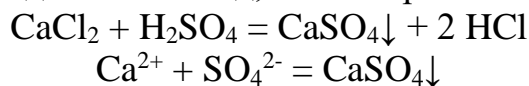
Катіони  $\text{Ca}^{2+}$  і  $\text{Ba}^{2+}$  є компонентами лікарських засобів. Тому вивчення хіміко-аналітичних властивостей катіонів III аналітичної групи є важливим для аналітичної освіти провізора.

До III аналітичної групи катіонів відносяться катіони лужноземельних металів:  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , що належать до головної підгрупи другої групи періодичної системи Д.І. Менделєєва. Більшість солей цих катіонів малорозчинні: сульфати, карбонати, хромати, оксалати, фосфати. Для катіонів III аналітичної групи реакції окиснення-відновлення не характерні, вони мають постійний ступінь окиснення. Катіони цієї аналітичної групи не мають забарвлення, більшість їх солей безбарвні. Забарвлені сполуки катіонів III аналітичної групи утворюються лише із забарвленими аніонами, наприклад: жовтий колір  $\text{BaCrO}_4$  обумовлений відповідним забарвленням йонів  $\text{CrO}_4^{2-}$ .

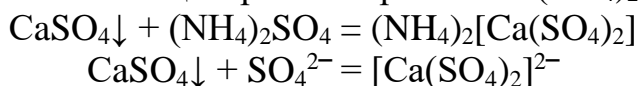
Груповим реагентом на катіони III аналітичної групи є розчин сульфатної кислоти. Для зменшення розчинності сульфатів і забезпечення повного осадження  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{SrSO}_4$  і  $\text{CaSO}_4$  у розчин додають етиловий спирт.

Реакції на йони  $\text{Ca}^{2+}$ .

**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CaCl}_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та 5 – 10 крапель етилового спирту. Випадає білий осад, який не розчиняється в кислотах.

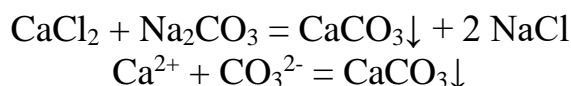


$\text{CaSO}_4$  розчинний в концентрованих розчинах  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  :

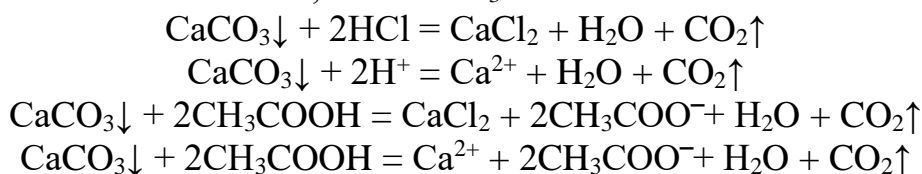


Ця властивість використовується для відділення йонів  $\text{Ca}^{2+}$  від  $\text{Sr}^{2+}$  при їх одночасній присутності.

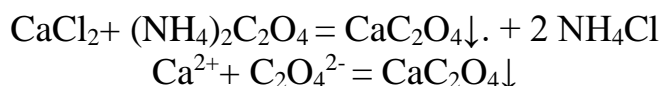
**Дослід 2.** Йони кальцію утворюють з карбонат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CaCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :



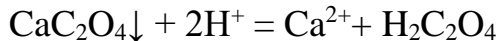
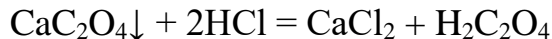
Суміш поділити на дві частини. В одну додати 3 – 5 крапель  $\text{HCl}$ , в другу додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ . Звернути увагу на те, що  $\text{CaCO}_3$  розчиняється як в  $\text{HCl}$ , так і в  $\text{CH}_3\text{COOH}$ :



**Дослід 3.** Йони кальцію утворюють з оксалат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CaCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ :



При додаванні до осаду 3 – 5 крапель  $\text{HCl}$ , осад розчиняється:



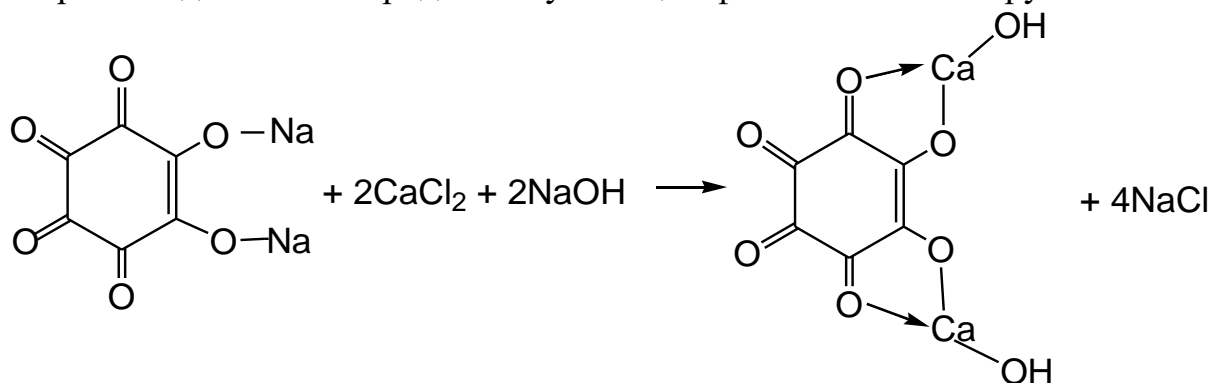
При додаванні до осаду розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , осад не розчиняється (на відміну від карбонатів).

*Дослід 4.* Ніхромову дротину змочити розчином  $\text{CaCl}_2$  і внести у полум'я газового пальника. Полум'я горить червоним кольором.

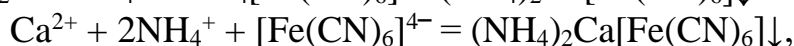
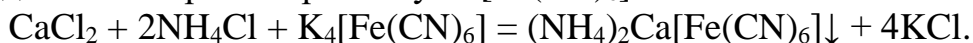
*Дослід 5.* Йони кальцію з розчином сульфатної кислоти утворюють характерні кристали гіпсу  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Під мікроскопом вони легко відрізняються від маленьких кристаликів  $\text{BaSO}_4$  та  $\text{SrSO}_4$ . Таке дослідження дозволяє відкрити катіони кальцію у присутності катіонів стронцію та барію.

*Дослід 6.* Дія натрій родизонату. З катіонами III аналітичної групи натрій родизонат утворює забарвлені сполуки у різних умовах, що дозволяє виявляти йони кальцію, стронцію і барію без попереднього їх розділення.

З катіонами кальцію у лужному середовищі ( $\text{NaOH}$ ) натрій родизонат утворює осад основного родизонату кальцію фіолетового кольору.

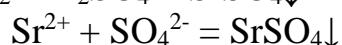
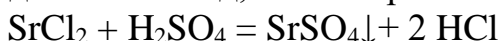


*Дослід 7.* Дія калій фероціаніду(II). Йони Кальцію утворюють з фероціанід-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CaCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ :

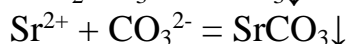
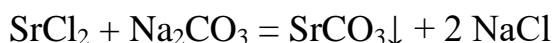


Реакції на йони  $\text{Sr}^{2+}$ .

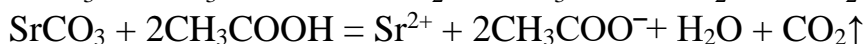
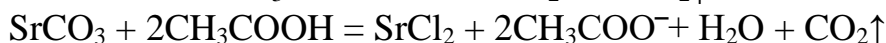
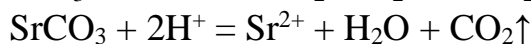
*Дослід 1.* Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{SrCl}_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та 5 – 10 крапель етилового спирту. Випадає білий осад, який не розчиняється в кислотах.



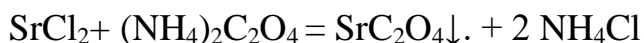
*Дослід 2.* Йони стронцію утворюють з карбонат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{SrCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :

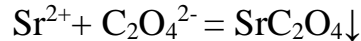


Суміш поділити на дві частини. В одну додати 3 – 5 крапель  $\text{HCl}$ , в другу додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ . Звернути увагу на те, що  $\text{SrCO}_3$  розчиняється як в  $\text{HCl}$ , так і в  $\text{CH}_3\text{COOH}$ :

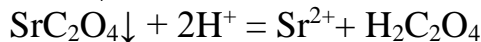
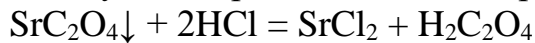


*Дослід 3.* Йони стронцію утворюють з оксалат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{SrCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ :





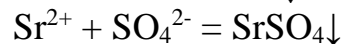
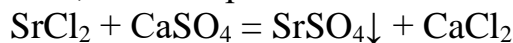
При додаванні до осаду 3 – 5 крапель  $\text{HCl}$ , осад розчиняється:



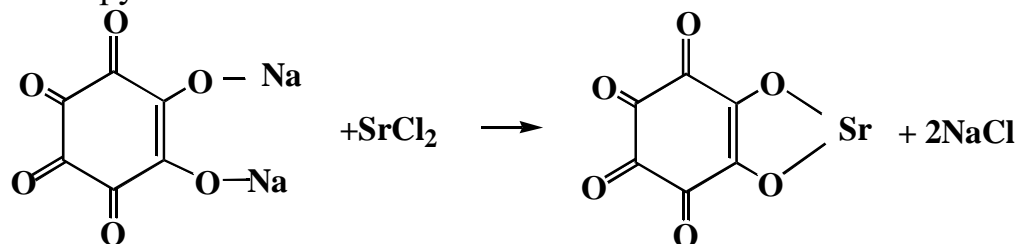
При додаванні до осаду розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , осад не розчиняється (на відміну від карбонатів).

*Дослід 4.* Ніхромову дротину змочити розчином  $\text{SrCl}_2$  і внести у полум'я газового пальника. Полум'я горить червоним кольором.

*Дослід 5.* Дія гіпсової води. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{SrCl}_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{CaSO}_4$  та 5 – 10 крапель етилового спирту. Випадає білий осад, який не розчиняється в кислотах.

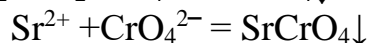
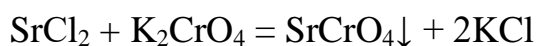


*Дослід 6.* Дія натрій родизонату. З катіонами Стронцію натрій родизонат утворює у нейтральному середовищі осад стронці родизонату бурого кольору:

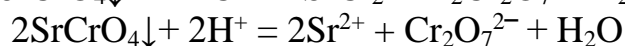


Реакцію проводять краплинним методом. На фільтрувальному папері при взаємодії розчинів солей Стронцію і натрій родизонату утворюється червоно-буре забарвлення, що зникає при додаванні краплі  $\text{HCl}$  (розчинення осаду). Проведенню реакції не заважає присутність  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (відмінність від  $\text{Ba}^{2+}$ ). Ця властивість дозволяє виявити  $\text{Sr}^{2+}$  у присутності  $\text{Ba}^{2+}$  (катіони кальцію зазначену реакцію дають тільки в лужному середовищі). У присутності солей хромової кислоти  $\text{Ba}^{2+}$  зв'язується в осад  $\text{BaCrO}_4$ , що не реагує з натрій родизонатом.

*Дослід 7.* Йони Стронцію утворюють з хромат-аніонами жовтий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{SrCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ :

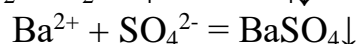
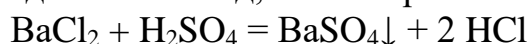


Осад розчиняється у сильних кислотах:

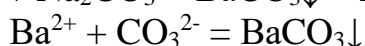
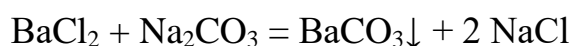


Реакції на йони  $\text{Ba}^{2+}$ .

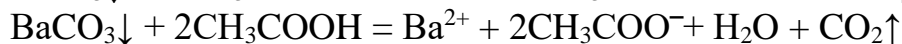
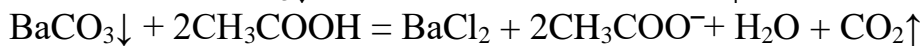
*Дослід 1.* Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{BaCl}_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та 5 – 10 крапель етилового спирту. Випадає білий осад, який не розчиняється в кислотах.



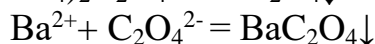
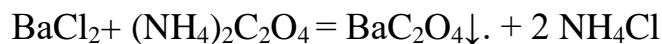
*Дослід 2.* Йони барію утворюють з карбонат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{BaCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :



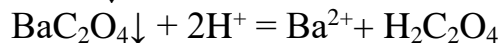
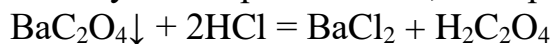
Суміш поділити на дві частини. В одну додати 3 – 5 крапель  $\text{HCl}$ , в другу додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ . Звернути увагу на те, що  $\text{BaCO}_3$  розчиняється як в  $\text{HCl}$ , так і в  $\text{CH}_3\text{COOH}$ :



**Дослід 3.** Йони барію утворюють з оксалат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{BaCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ :



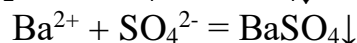
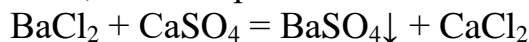
При додаванні до осаду 3 – 5 крапель  $\text{HCl}$ , осад розчиняється:



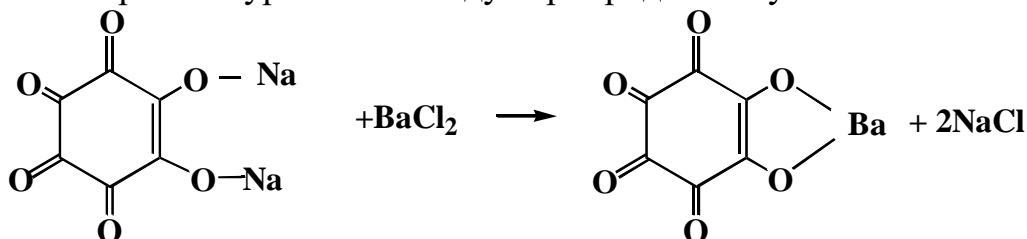
При додаванні до осаду розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , осад не розчиняється (на відміну від карбонатів).

**Дослід 4.** Ніхромову дротину змочити розчином  $\text{BaCl}_2$  і внести у полум'я газового пальника. Полум'я горить жовто-зеленим кольором.

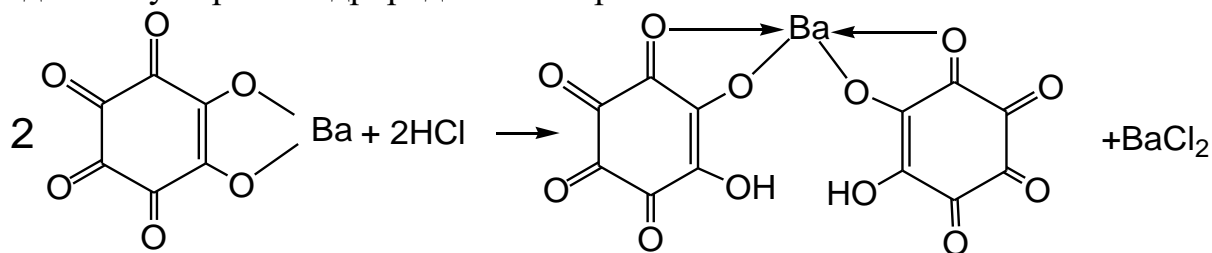
**Дослід 5.** Дія гіпсової води. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{BaCl}_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{CaSO}_4$  та 5 – 10 крапель етилового спирту. Випадає білий осад, який не розчиняється в кислотах.



**Дослід 6.** Дія натрій родизонату. Натрій родизонат утворює із солями барію червоний осад родизонату барію. При нанесенні на фільтрувальний папір краплі нейтрального розчину солі Барію і розчину натрій родизонату з'являється червоно-бура пляма осаду барій родизонату.



При додаванні краплі  $\text{HCl}$  пляма червоніє внаслідок переходу родизонату барію в гідрородизонат барію:

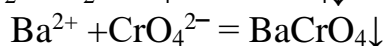
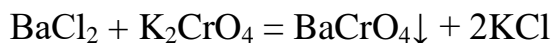


родизонат барію

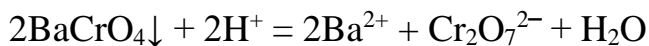
гідрородизонат барію

Натрій родизонат можна використати для виявлення  $\text{Ba}^{2+}$  і  $\text{Sr}^{2+}$  при спільній їх присутності. Для цього краплю розчину, який містить суміш йонів  $\text{Ba}^{2+}$  і  $\text{Sr}^{2+}$ , наносять на папір і додають краплю розчину натрій родизонату. Поява червоно-бурого забарвлення, що переходить у червоне при додаванні краплі  $\text{HCl}$ , говорить про присутність  $\text{Ba}^{2+}$ . Якщо забарвлення при додаванні  $\text{HCl}$  зникає, то у розчині присутні тільки йони  $\text{Sr}^{2+}$ .

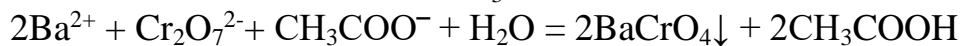
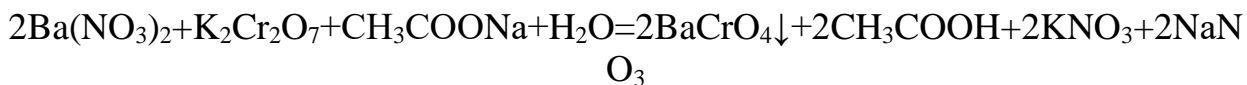
**Дослід 7.** Йони барію утворюють з хромат-аніонами жовтий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{BaCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ :



Осад розчиняється у сильних кислотах:

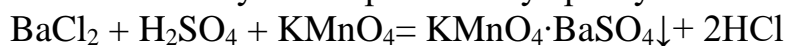


**Дослід 8.** Йони барію утворюють з дихромат-аніонами у присутності солі натрій ацетату жовтий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{BaCl}_2$  додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Осад розчиняється у сильних кислотах:



В оцтовокислому середовищі  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  утворює осад лише із солями барію (на відміну від солей кальцію та стронцію).

**Дослід 9.** Дія сульфатної кислоти та калій перманганату. Сульфатна кислота у насиченому розчині калій перманганату з йонами  $\text{Ba}^{2+}$  утворює фіолетовий осад, який не знебарвлюється відновниками. Кристали  $\text{KMnO}_4$  ізоморфні з кристалами  $\text{BaSO}_4$  і тому при утворенні кристалів барію сульфату вклинюються у його кристалічну ґратку.



Межа виявлення – 10 мкг барію. Реакції заважають йони  $\text{Pb}^{2+}$ , не заважають йони  $\text{Ca}^{2+}$  та  $\text{Sr}^{2+}$ .

Систематичний аналіз іонів III аналітичної групи.

Систематичний аналіз іонів III аналітичної групи ґрунтується на різній розчинності хроматів катіонів цієї групи а також на вибіркового осадженні стронцію сульфату під дією амонію сульфату.

Досліди	Реагенти та техніка виконання	Аналітичний сигнал
Осадження сульфатів йонів III аналітичної групи.	До 4 – 5 крапель розчину додають по краплям 1 М. $\text{H}_2\text{SO}_4$ у присутності етилового спирту на холоді до повного виділення осаду. Центрифугують. Перевіряють на повноту осадження.	Осад 1 білого кольору: містить $\text{BaSO}_4$ , $\text{CaSO}_4$ , $\text{SrSO}_4$ .
Переведення сульфатів у карбонати.	До осаду 1 додають насичений розчин $\text{Na}_2\text{CO}_3$ і тривало кип'ятять у порцеляновому тиглі. Дослід проводять тричі до негативної реакції на сульфат-йон.	Осад 2 білого кольору: містить $\text{BaCO}_3$ , $\text{CaCO}_3$ , $\text{SrCO}_3$ . Розчин не досліджують.
Розчинення карбонатів.	Осад 2 розчиняють у 2М. розчині $\text{CH}_3\text{COOH}$ .	Розчин 1: містить $\text{Ba}^{2+}$ , $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$
Відокремлення та відкриття йонів $\text{Ba}^{2+}$ .	До 3 крапель розчину 1 додають 3 краплі розчину $\text{CH}_3\text{COONa}$ і 5 крапель	Осад 3: містить $\text{BaCrO}_4$ Розчин 2: містить

	розчину $K_2Cr_2O_7$ . Суміш нагрівають. Осад відділяють фільтруванням.	$Ca^{2+}, Sr^{2+}, Cr_2O_7^{2-}$
Видалення $Cr_2O_7^{2-}$	До розчину 2 додають 10 крапель насиченого розчину $Na_2CO_3$ . Суміш нагрівають. Осад відділяють від розчину фільтруванням.	Осад 4: містить $SrCO_3, CaCO_3$ Розчин не досліджують.
Розчинення карбонатів кальцію та стронцію	До осаду 4 додають 10 крапель розчину $CH_3COOH$ , нагрівають.	Розчин 3: містить $Ca^{2+}, Sr^{2+}$
Відокремлення стронцію від кальцію.	До розчину 3 додають 20 крапель насиченого розчину $(NH_4)_2SO_4$ . Суміш нагрівають. Осад відділяють від розчину фільтруванням.	Розчин 4: містить $[Ca(SO_4)_2]^{2-}$ Осад 5: містить $SrSO_4$
Визначення йонів кальцію.	Розчин 4 упарюють та проводять реакцію з $K_4[Fe(CN)_6]$ у середовищі амонійного буферного розчину (pH = 9).	Спостерігають утворення білого осаду $(NH_4)_2Ca[Fe(CN)_6]$
Визначення йонів стронцію.	Осад 5 після переведення у карбонат багаторазовою обробкою осаду насиченим розчином $Na_2CO_3$ розчиняють у $CH_3COOH$ , проводять реакцію з $(NH_4)_2C_2O_4$	Утворюється білий осад $SrC_2O_4$

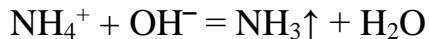
1.

### **Аналіз суміші катіонів I - III аналітичних груп.**

Для проведення систематичного аналізу спочатку використовують групові реагенти, за допомогою яких виявляють наявність в аналізованому розчині катіонів відповідних аналітичних груп, а за потреби відділяють катіони однієї аналітичної групи від решти катіонів. Після цього за допомогою характерних реакцій виявляють наявність катіонів у розчині.

Відомо, що повна схема систематичного аналізу катіонів за кислотно-основною класифікацією практично ніколи не застосовується при контролі якості лікарських засобів і лікарської сировини. Лише окремі елементи її іноді використовують у фармацевтичному аналізі. Тому в лабораторній роботі студенти проводять якісний аналіз суміші катіонів I – III аналітичних груп у спрощеному варіанті, який не потребує використання центрифуги для відділення осаду від рідкої фази.

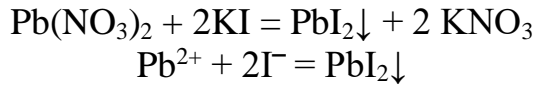
**1. Виявлення йонів  $NH_4^+$ .** До окремої порції аналізованого розчину у пробірці (2 – 3 краплі) додати приблизно у два рази більший об'єм розчину  $NaOH$  чи  $KOH$ . Обережно нагріти до кипіння. Перевірити можливе утворення газоподібного  $NH_3$  по запаху або за допомогою змоченого водою червоного лакмусового папірця (або смужки універсального індикатора). Спостереження: виділяється амоніак.



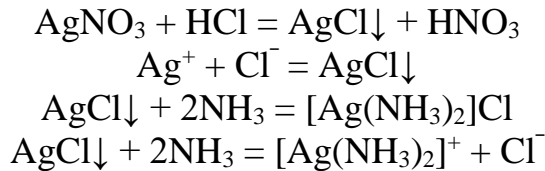
Якщо йони  $\text{NH}_4^+$  не виявлені, переходять до наступного етапу якісного аналізу.

**2. Виявлення йонів другої аналітичної групи за допомогою групового реагенту.** До окремої порції аналізованого розчину у пробірці додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{HCl}$ . Якщо утворився осад, то в аналізованому розчині є йони другої аналітичної групи. Тоді в окремих порціях аналізованого розчину за допомогою характерних реакцій визначають, які саме катіони є в аналізованому розчині.

**3. Виявлення йонів  $\text{Pb}^{2+}$ .** В окремих пробах розчину провести реакції на катіони п्लумбуму з  $\text{KI}$  (реакція «золотої дощу»):

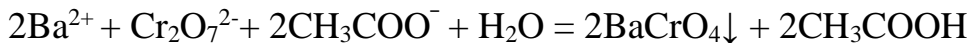
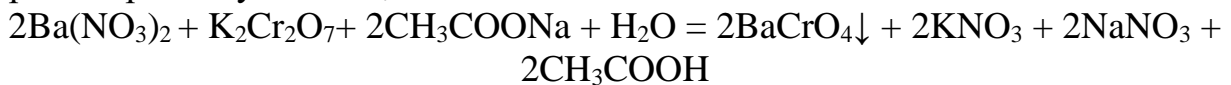


**4. Виявлення йонів  $\text{Ag}^+$ .** До 3 – 5 крапель розчину додати 1 краплю  $\text{HCl}$ . Утворюється білий осад. До суміші у пробірці з осадом додати 5 – 10 крапель розчину амоніаку. Осад розчиняється з утворенням безбарвного аміачного комплексу. При підкисленні нітратною кислотою випадає білий осад  $\text{AgCl}$ :



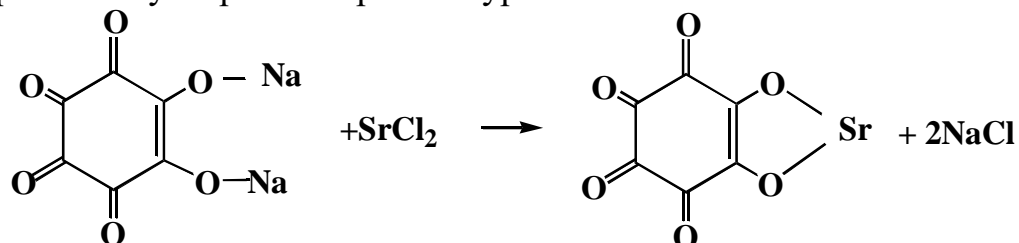
**5. Виявлення йонів третьої аналітичної групи за допомогою групового реагенту.** У пробірку додати 3 – 5 крапель аналізованого розчину, 3 – 5 крапель розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і 5 – 10 крапель етилового спирту. Суміш перемішати. Якщо утворився осад, то в аналізованому розчині є катіони третьої аналітичної групи ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  або  $\text{Ba}^{2+}$ ). Тоді в окремих порціях аналізованого розчину за допомогою характерних реакцій визначають, які саме катіони є в аналізованому розчині.

**6. Виявлення йонів  $\text{Ba}^{2+}$ .** До 3 – 5 крапель аналізованого розчину додають 1 – 2 краплі натрій ацетату, стільки ж оцтової кислоти і 3 – 5 крапель розчину  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ .



У випадку появи жовтого осаду (наявність катіонів  $\text{Ba}^{2+}$ ) з окремими порціями аналізованого розчину додатково провести ще інші (1 – 2) характерні реакції на йони барію, наприклад, на фільтрувальному папері з натрій родизонатом, з гіпсовою водою.

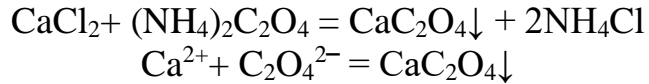
**7. Виявлення йонів  $\text{Sr}^{2+}$ .** На аркуш фільтрувального паперу нанести краплю аналізованого розчину і краплю свіжоприготовленого 0,2 % розчину натрій родизонату. Якщо аналізований розчин містить йони  $\text{Sr}^{2+}$ , то спостерігається утворення червоно-бурої плями:



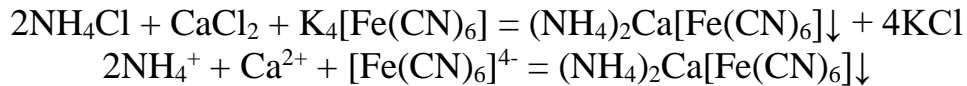
На пляму нанести краплю розчину  $\text{HCl}$ . Забарвлення плями зникає (у присутності катіонів барію забарвлення не зникає, а перетворюється із

бурого в яскраво-червоне).

**8. Виявлення йонів  $\text{Ca}^{2+}$ .** У пробірку внести 3 краплі аналізованого розчину, додати краплю розчину оцтової кислоти і 3 краплі розчину амоній оксалату. Якщо аналізований розчин містить йони  $\text{Ca}^{2+}$ , то випадає білий кристалічний осад кальцій оксалату.

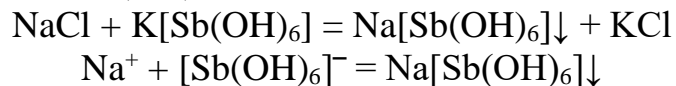


Для достовірності додатково проводять реакцію з розчином  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Для цього у пробірку вносять 3 – 4 краплі аналізованого водного розчину, 2 – 3 краплі розчину амоніаку, нагрівають розчин до кипіння і додають 5 – 6 крапель свіжоприготовленого насиченого розчину  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Якщо аналізований розчин містить катіони  $\text{Ca}^{2+}$ , випадає білий кристалічний осад:



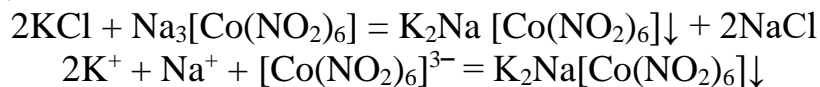
**9. Виявлення йонів  $\text{Na}^+$ .** У пробірку налити 3 – 5 крапель аналізованого розчину, додати 3 – 5 крапель реагенту  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ . Охолодити пробірку під краном та потерти скляною паличкою.

Якщо аналізований розчин містить катіони  $\text{Na}^+$ , випадає білий кристалічний осад  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ :

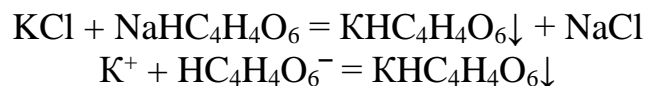


Якщо осад не утворюється, то катіонів  $\text{Na}^+$  в аналізованому розчині немає. Тоді треба провести досліди на виявлення катіонів  $\text{K}^+$ .

**10. Виявлення йонів  $\text{K}^+$ .** На предметне скло нанести одну краплю аналізованого розчину. Поряд нанести одну краплю розчину реагенту  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ . Об'єднати краплі скляною паличкою. Якщо аналізований розчин містить йони  $\text{K}^+$ , утворюється жовтий кристалічний осад  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ :



Для достовірності додатково провести реакцію з натрій гідрогентартратом  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ . Для цього у пробірку перенести 3 – 5 крапель аналізованого розчину, додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ . Для утворення осаду охолодити пробірку під краном та потерти скляною паличкою. Якщо аналізований розчин містить катіони  $\text{K}^+$ , випадає білий кристалічний осад:



Питання та вправи:

Яке значення мають попередні дослідження в аналізі суміші катіонів?

На чому заснований систематичний хід аналізу суміші катіонів I-III аналітичних груп за кислотно-основною класифікацією?

В який послідовності проводять аналіз суміші катіонів I-III аналітичних груп?

Які катіони необхідно визначати в попередніх дослідженнях?

Які групові реагенти і при яких умовах застосовують для відділення катіонів II і III аналітичних груп?

Як застосовують в аналізі різницю в розчинності хлоридів катіонів II групи?

Як відокремити: а)  $\text{PbCl}_2$  від  $\text{AgCl}$  та  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ? б)  $\text{AgCl}$  від  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ?



З якою метою осадження сульфатів кальцію, барію та стронцію проводять в присутності етанолу або ацетону?

Як відокремити  $PbSO_4$  від  $BaSO_4$ ,  $CaSO_4$ ,  $SrSO_4$ ?

З якою метою та яким чином сульфати катіонів III аналітичної групи переводять у карбонати? Чому при цьому необхідно зливати маточний розчин?

Чому  $Ba^{2+}$ -іони відокремлюють від  $Sr^{2+}$  та  $Ca^{2+}$ -іонів за допомогою калій дихромату у присутності ацетатної буферної суміші?

Якими характерними реакціями та при яких умовах можна визначити катіони I – III аналітичних груп в ході аналізу?

Які реакції застосовують для визначення  $Ba^{2+}$ -іонів у присутності  $Ca^{2+}$  та  $Sr^{2+}$ -іонів? Чи можливо для цього застосовувати реакцію з сульфатами або сульфатною кислотою?

Чи можливо визначити  $Ca^{2+}$ -іони реакцією з оксалатом амонію у присутності  $Sr^{2+}$  і  $Ba^{2+}$ -іонів?

Якою реакцією можна визначити  $Ca^{2+}$ -іони у присутності  $Sr^{2+}$ -іонів без відділення останніх?

В якій послідовності та якими реакціями можна визначити катіони в наступних сумішах катіонів I – III аналітичних груп:

$NH_4^+$ ,  $Ag^+$ ,  $Sr^{2+}$ ;  
 $K^+$ ,  $Ag^+$ ,  $Ba^{2+}$ ;  
 $Na^+$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ;  
 $NH_4^+$ ,  $Ag^+$ ,  $Ca^{2+}$ ;  
 $Na^+$ ,  $Hg_2^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ;  
 $NH_4^+$ ,  $Ag^+$ ,  $Ba^{2+}$ ;  
 $K^+$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ;  
 $Na^+$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ;  
 $Ag^+$ ,  $Hg_2^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ;  
 $NH_4^+$ ,  $Ag^+$ ,  $Pb^{2+}$ ;  
 $K^+$ ,  $Hg_2^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ .  
 $Hg_2^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ .

Катіони IV аналітичної групи

Хіміко-аналітична характеристика йонів IV аналітичної групи. Груповий реагент на IV аналітичну групу катіонів, особливості його застосування. Аналітичні реакції катіонів IV аналітичної групи:  $Zn^{2+}$ ;  $Al^{3+}$ ;  $Cr^{3+}$ ;  $Sn^{2+}$ ;  $Sn(IV)$ ;  $As(III)$ ;  $As(V)$ .

До катіонів IV аналітичної групи відносяться катіони *p*-елементів  $Al^{3+}$ ,  $Sn^{2+}$   $Sn(IV)$ ,  $As(V)$ ,  $As(III)$  та *d*-елементів:  $Zn^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ . Вони утворюють багато малорозчинних сполук (сульфіди, фосфати, карбонати, гідроксиди тощо). йони *p*-елементів ( $Sn^{2+}$   $Sn(IV)$ ,  $As(V)$ ,  $As(III)$ ) та *d*-елементів ( $Cr^{3+}$ ) здатні вступати у реакції окиснення-відновлення, які використовуються в ході аналізу для відділення та відкриття йонів цих елементів.

$NaOH$  є груповим реагентом на йони IV аналітичної групи. При дії  $NaOH$  чи  $KOH$  утворюються осаді гідроксидів катіонів IV групи (крім Арсену): зелений  $Cr(OH)_3$ , білі  $Al(OH)_3$ ,  $Zn(OH)_2$ ,  $Sn(OH)_2$  і  $Sn(OH)_4$ . Гідроксиди катіонів IV аналітичної групи мають амфотерні властивості, реагують з розчинами сильних основ (утворюють розчинні гідроксокомплексні солі), а також із кислотами (крім Арсену).

Тому аналітичний ефект дії групового реагенту на катіони IV аналітичної групи проявляється так: при поступовому додаванні групового

реагенту (NaOH чи KOH) спочатку утворюється осад, який у надлишку групового реагенту розчиняється (відмінність від катіонів п'ятої та шостої аналітичних груп).

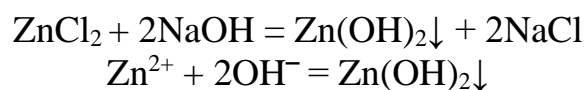
Особливі властивості проявляють сполуки Арсену. У залежності від рН середовища Арсен(III) і Арсен(V) можуть знаходитися в розчинах у різній формі внаслідок виражених амфотерних властивостей, більше зміщених у бік кислотних властивостей, особливо для Арсену (V). У розчинах, що мають сильноокислу реакцію середовища, Арсен(III) існує в основному у вигляді катіонів. У слабокислому середовищі Арсен(III) і Арсен(V) існують у вигляді аніонів  $\text{AsO}_2^-$  та  $\text{AsO}_3^-$ . У лужному середовищі утворюються солі арсенітної кислоти  $\text{H}_3\text{AsO}_3$  (арсеніти) або арсенатної кислоти  $\text{H}_3\text{AsO}_4$  (арсенати). Тому виявлення Арсену у вигляді катіонів проводять у сильнокислому середовищі. У слабокислому, нейтральному або лужному середовищі Арсен виявляють у вигляді аніонів.

## ПРОФЕСІЙНА ОРІЄНТАЦІЯ СТУДЕНТІВ

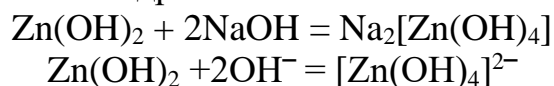
**Сполуки алюмінію, цинку, арсену застосовуються в якості лікарських засобів; сполуки Al, Cr, As, Sn широко використовуються у фармацевтичному аналізі. Тому майбутній провізор повинен володіти знаннями про хіміко-аналітичні властивості даної групи йонів.**

Реакції на йони  $\text{Zn}^{2+}$ .

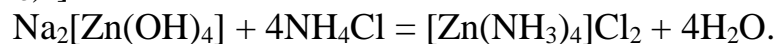
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{ZnCl}_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину NaOH. Випадає білий аморфний осад:



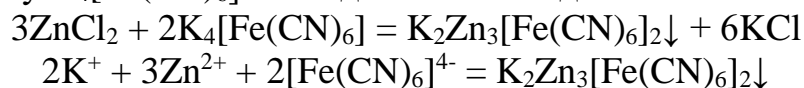
Гідроксид має амфотерні властивості, тому він розчиняється у надлишку лугу, утворюючи гідроксокомплексні аніони:



При додаванні концентрованого  $\text{NH}_4\text{Cl}$  до розчину гідроксокомплексної солі  $\text{Na}_2[\text{Zn}(\text{OH})_4]$ , осад  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  не утворюється. Тільки йони цинку у таких умовах утворюють розчинні амоніачні комплексні катіони  $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ :



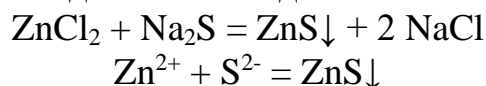
**Дослід 2.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{ZnCl}_2$ , додати 1 краплю розчину  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Випадає білий осад:



**Дослід 3.** На смужку фільтрувального паперу нанести 1 краплю розчину  $\text{ZnCl}_2$ , підсушити і додати 1 краплю розчину  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ , підсушити, спалити папірець. Утворюється попіл, забарвлений у зелений колір цинкатором кобальту  $\text{CoZnO}_2$  (“зелень Рінмана”):

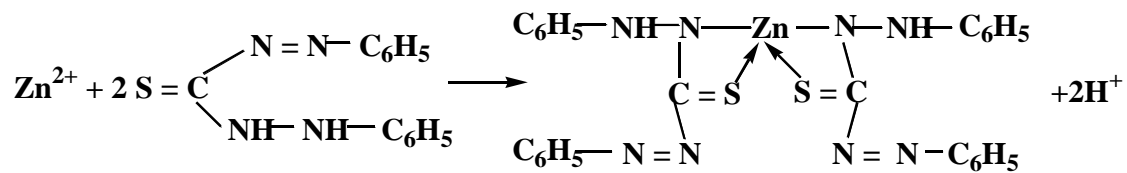


**Дослід 4.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{ZnCl}_2$ , додати 1 краплю розчину  $\text{Na}_2\text{S}$ . Випадає білий осад:



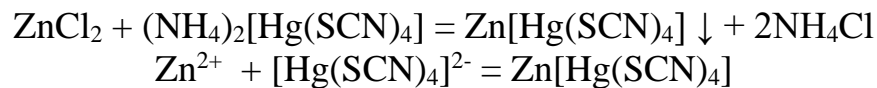
**Дослід 5.** Дія дитизону. Дитизон, (дифенілкарбазон) утворює з катіонами цинку в хлороформі або чотирьохлористому вуглеці

внутрішньокмплексну сполуку яскраво-червоного кольору. До 1 - 2 крапель розчину  $ZnCl_2$  додати 1 - 2 краплі 20%-ного розчину  $Na_2S_2O_3$  і довести рН розчину до 4 - 5 20% -ним розчином  $CH_3COOH$ . Додати 5 – 10 крапель 0,02%-ного розчину дитизону в  $CCl_4$  та обережно збовтати суміш. Спостерігати забарвлення органічного шару у червоний колір:



Реакція дозволяє відкривати катіони цинку в присутності інших катіонів четвертої групи.

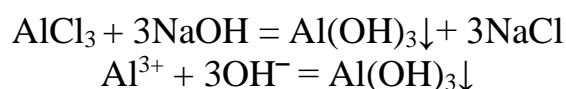
**Дослід 6.** Дія амонію тетратіоціаномеркурату. Сіль амоній тетратіоціаномеркурат утворює з солями цинку у слабко кислому середовищі білий кристалічний осад  $Zn[Hg(SCN)_4]$ :



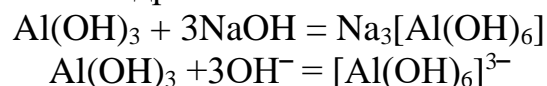
Осад розчиняється у сильних кислотах і розкладається лугами з утворенням жовтого осаду  $HgO$ . Межа виявлення – 30 мкг цинку. У присутності йонів  $Cu^{2+}$  утворюються ізоморфні кристали фіолетового кольору, у присутності  $Co^{2+}$  – від голубого до синього залежно від концентрації йонів  $Co^{2+}$ . Необхідно мати на увазі, що йони  $Co^{2+}$  і  $Cu^{2+}$  при високих концентраціях утворюють з  $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$  осад синього і трав'янисто-зеленого кольору відповідно. Заважають реакції великі кількості  $Ni^{2+}$  і  $Fe(II, III)$  через утворення забарвлених осадів, а також йони  $Sn^{2+}$ , які відновлюють йони  $Hg^{2+}$  до йонів  $Hg_2^{2+}$  з утворенням осаду  $Hg_2Cl_2$ .

Реакції на йони  $Al^{3+}$ .

**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $AlCl_3$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $NaOH$ . Випадає білий аморфний осад:

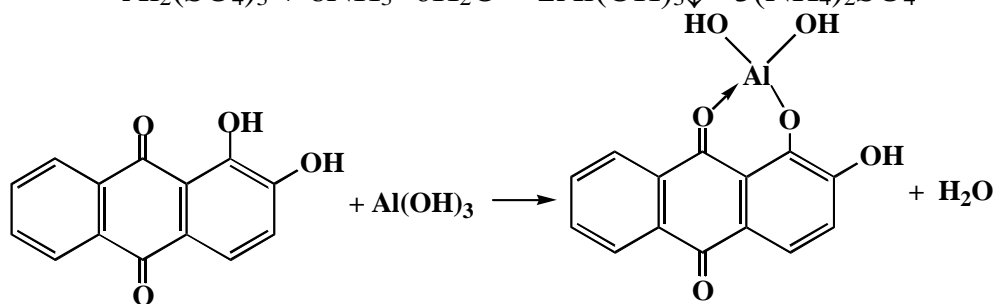
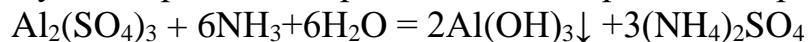


Гідроксид має амфотерні властивості, тому він розчиняється у надлишку лугу, утворюючи гідроксокомплексні аніони:

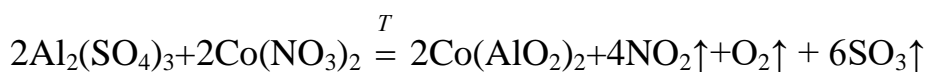


**Дослід 2.** Реакція з органічним розчинником «алізариновий червоний

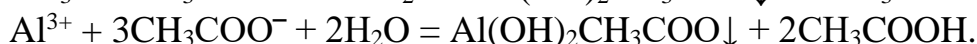
S». На фільтрувальний папір нанести 1 краплю розчину  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , підсушити і нанести одну краплю розчину  $\text{NH}_3$ . Потім нанести на те ж місце одну краплю реактиву «алізариновий червоний S». Утворюється червона пляма:



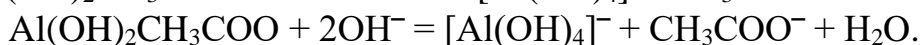
**Дослід 3.** На смужку фільтрувального паперу нанести 1 – 2 краплі розчину  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , підсушити і на те ж саме місце нанести 1 – 2 краплі розчину  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ , підсушити і спалити фільтрувальний папір. Утворений попіл має синє забарвлення завдяки утвореному алюмінату кобальту  $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$ :



**Дослід 4.** Дія натрій ацетату. Йони Алюмінію з натрій ацетатом при нагріванні утворюють білий осад основної солі Алюмінію. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{AlCl}_3$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{CH}_3\text{COONa}$ . Пробірку нагріти до кипіння:

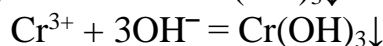
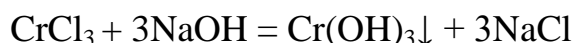


Осад розчинний в надлишку гідроксидів Калію або Натрію:



Реакції на йони  $\text{Cr}^{3+}$ .

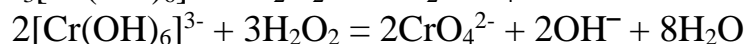
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CrCl}_3$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{NaOH}$ . Випадає сіро-зелений аморфний осад:



Гідроксид має амфотерні властивості, тому він розчиняється у надлишку лугу, утворюючи гідроксокомплексні аніони:

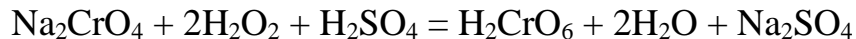


**Дослід 2.** Окислення пероксидом водню. У пробірку налити 2 – 3 краплі розчину солі хрому(III), додати 4 – 5 крапель розчину  $\text{NaOH}$ , 2 – 3 краплі розчину  $\text{H}_2\text{O}_2$  і нагріти до зміни зеленого забарвлення розчину (колір гідроксокомплексів  $[\text{Cr}(\text{OH})_6]^{3-}$ ) на жовтий (колір хромат-іонів  $\text{CrO}_4^{2-}$ ).



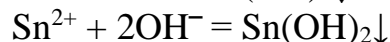
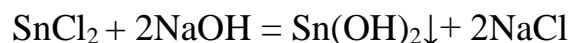
Розчин використовують для проведення реакції отримання надхромової кислоти (див. наступний дослід).

**Дослід 3.** Утворення надхромової кислоти. Жовтий розчин, отриманий у попередньому досліді, нагріти до кипіння, охолодити під струменем холодної води, додати 5 крапель пероксиду водню і ~0,5 мл ізоамілового спирту або суміші амілового спирту з діетиловим ефіром. Суміш ретельно перемішати і додати 5 – крапель розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Верхній органічний шар забарвлюється в інтенсивно синій колір.



Реакції на йони  $\text{Sn}^{2+}$ .

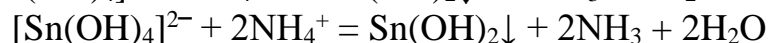
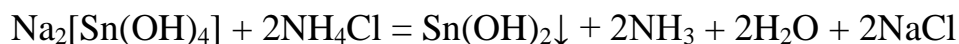
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{SnCl}_2$ , додати 1 – 2 крапель розчину  $\text{NaOH}$ . Випадає білий аморфний осад:



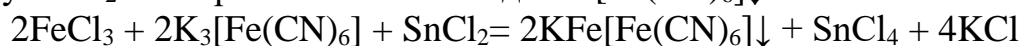
Гідроксид має амфотерні властивості, тому він розчиняється у надлишку лугу, утворюючи гідроксокомплексні аніони:



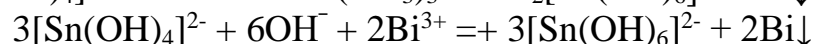
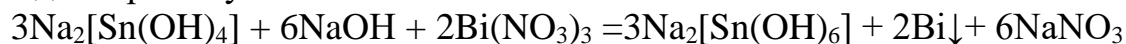
При додаванні концентрованого розчину  $\text{NH}_4\text{Cl}$  знов осаджується  $\text{Sn(OH)}_2$ :



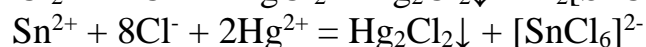
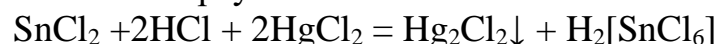
**Дослід 2.** Відновлюючі властивості  $\text{Sn}^{2+}$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{FeCl}_3$  і 1 – 2 краплі  $\text{K}_3[\text{Fe(CN)}_6]$ . До суміші додати 1 краплю розчину  $\text{SnCl}_2$ . Утворюється синій осад  $\text{KFe}[\text{Fe(CN)}_6]\downarrow$ :



**Дослід 3.** Реакція з  $\text{Bi(NO}_3)_3$ . У пробірку внести 3 – 5 крапель розчину  $\text{SnCl}_2$  і додати по краплях розчин  $\text{NaOH}$ . Спочатку випадає білий осад  $\text{Sn(OH)}_2$ , який при подальшому додаванні  $\text{NaOH}$  розчиняється. До отриманого лужного розчину додають 1 – 2 краплі розчину  $\text{Bi(NO}_3)_3$ . При перемішуванні суміші випадає чорний осад металічного бісмуту у тонкодисперсному стані:

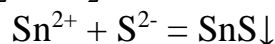
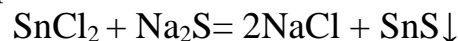


**Дослід 4.** Реакція з  $\text{HgCl}_2$ . У пробірку перенести 3 – 5 крапель солянокислого розчину  $\text{SnCl}_2$ , додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{HgCl}_2$ . Випадає білий осад  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , який поступово чорніє за рахунок утворення тонкодисперсної металічної ртуті:

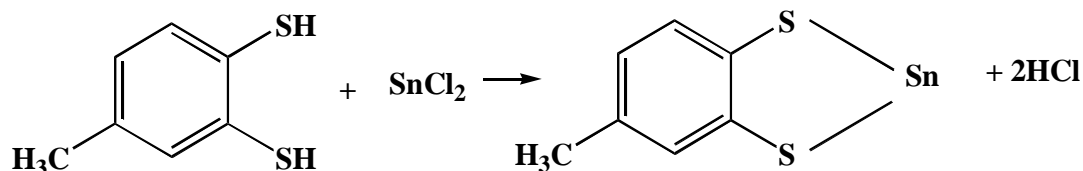


**Дослід 5.** Реакція з сульфід-йонами. При взаємодії йонів  $\text{Sn}^{2+}$  з сульфід-йонами з розчину випадає темно-коричневий осад  $\text{SnS}$ :

До декількох крапель розчину  $\text{SnCl}_2$  додати декілька крапель розчину  $\text{Na}_2\text{S}$ . Випадає темно-коричневий осад  $\text{SnS}$ :



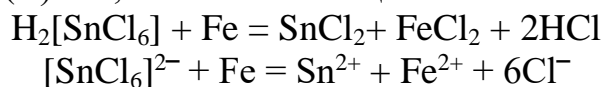
**Дослід 6.** Дія дитіолу. Йони  $\text{Sn}^{2+}$  з дитіолом утворюють сполуку червоного кольору. До декількох крапель розчину  $\text{SnCl}_2$  додати декілька крапель дитіолу. Розчин забарвлюється у червоний колір:



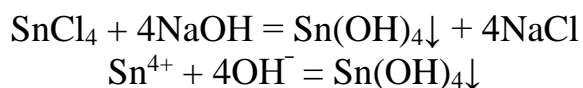
Реакції на йони  $\text{Sn(IV)}$ .

Станум(IV) зазвичай відкривають, заздалегідь відновивши його металічним залізом, магнієм, алюмінієм тощо до стануму(II). Потім проводять реакції, характерні для стануму(II) так, як описано вище.

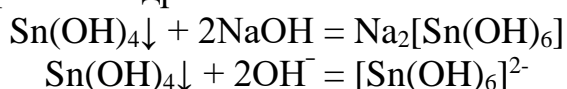
Відновлення стануму(IV) до стануму(II). У пробірку перенести 3 – 5 крапель розчину солі стануму(IV), додати 2 – 3 краплі концентрованої HCl, додати трохи залізних ошурок і нагріти суміш до кипіння. Через 5 хвилин на фільтрі відділити розчин від металічного заліза, що залишилося. У фільтраті відкривають станум(II) так, як описано вище.



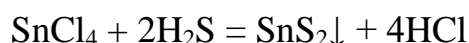
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину SnCl<sub>4</sub>, додати 1 – 2 крапель розчину NaOH. Випадає білий аморфний осад:



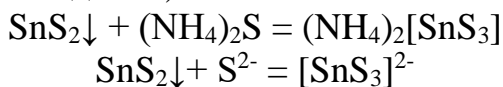
Гідроксид має амфотерні властивості, тому він розчиняється у надлишку лугу, утворюючи гідроксокомплексні аніони:



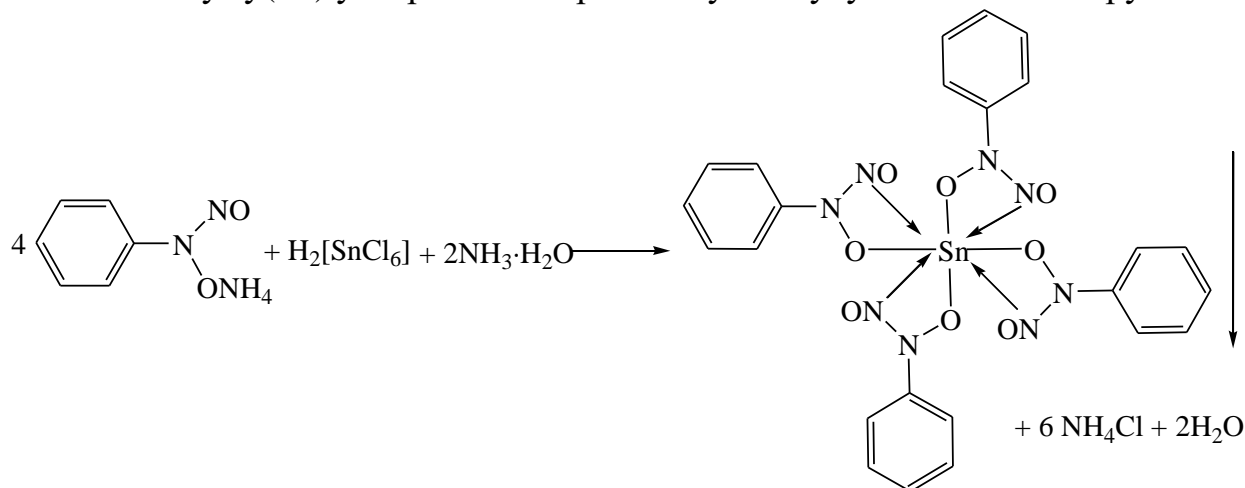
**Дослід 2.** Реакція з H<sub>2</sub>S. У пробірку перенести 3 – 4 краплі солянокислого розчину SnCl<sub>4</sub> і додавати по краплях сірководневу воду. Випадає жовтий осад:



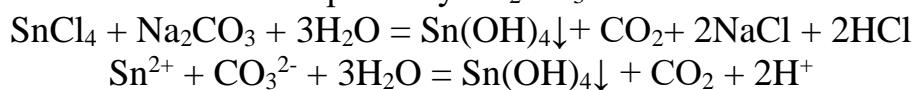
Осад SnS<sub>2</sub> реагує з розчином (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S з утворенням розчинної тіосолі (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>[SnS<sub>3</sub>] (відмінність від Sn<sup>2+</sup>):



**Дослід 3.** Купферон (амонійна сіль N-нітрозобенілгідроксиламіну) з йонами стануму(IV) утворює важкорозчинну сполуку жовтого кольору:

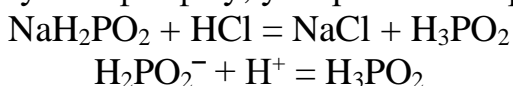


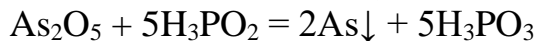
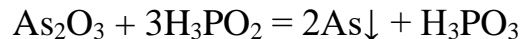
**Дослід 4.** Дія карбонатів. Йони Sn(IV) утворюють з карбонат-аніонами білий осад. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину SnCl<sub>4</sub> додати 3 – 5 крапель розчину Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>:



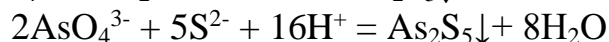
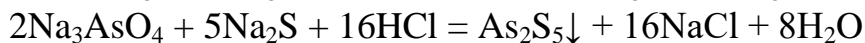
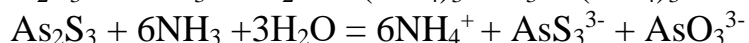
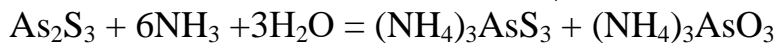
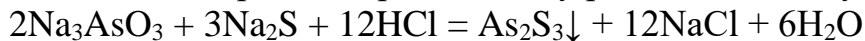
Реакції йонів As<sup>3+</sup> та As(V).

**Дослід 1.** 5 мл аналізованого розчину нагрівають на водяній бані з рівним об'ємом реактиву гіпофосфіту; утворюється коричневий осад:



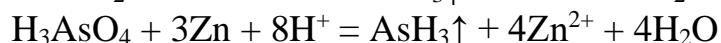
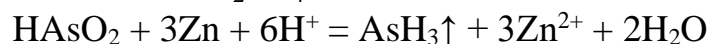


**Дослід 2.** Сульфідни у сильноокисломому середовищі із солями  $\text{As}^{3+}$  та  $\text{As(V)}$  утворюють осади  $\text{As}_2\text{S}_3$  та  $\text{As}_2\text{S}_5$  жовтого кольору. До 0,3 мл розчину, що містить близько 30 мг арсеніт-іона ( $\text{AsO}_3^{3-}$ ), додають 0,5 мл розведеної  $\text{HCl}$  і 0,1 мл розчину  $\text{Na}_2\text{S}$ ; утворюється жовтий осад, нерозчинний у кислоті хлористоводневій концентрованій, розчинний у розчині амоніаку.

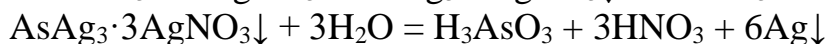


**Дослід 3.** До 3 - 4 крапель розчину, що містить арсеніт-або арсенат-іони, додають 2 - 3 шматочки гранульованого  $\text{Zn}$ , кілька крапель 4 М  $\text{HCl}$ . Накривають пробірку фільтрувальним папером, змоченою розчином  $\text{AgNO}_3$ . Через 1 - 3 хвилини на папері з'являється спочатку жовта, потім чорна пляма.

Відновлення арсеніт-та арсенат-іонів до  $\text{AsH}_3$  проводять металічним  $\text{Mg}$  або  $\text{Zn}$  в 2 М  $\text{HCl}$  або 1М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ :

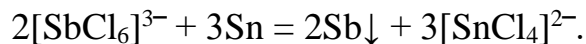


Виявити  $\text{AsH}_3$  можна за утворенням забарвлених сполук з  $\text{AgNO}_3$ . Спочатку утворюється осад  $\text{AsAg}_3 \cdot 3\text{AgNO}_3$  жовтого кольору, який потім чорніє, переходячи в  $\text{Ag}$ :



Замість  $\text{AgNO}_3$  можна використовувати  $\text{HgBr}_2$  або  $\text{HgCl}_2$ . З  $\text{HgBr}_2$  утворюються  $\text{AsH}(\text{HgBr})_2$  жовтого кольору,  $\text{As}(\text{HgBr})_3$  — коричневого кольору,  $\text{As}_2\text{Hg}_3$  — чорного кольору. З  $\text{HgCl}_2$  утворюються хлормеркурарсини  $\text{AsH}_2(\text{HgCl})$ ,  $\text{AsH}(\text{HgCl})_2$ ,  $\text{As}(\text{HgCl})_3$  і, якщо мало  $\text{AsH}_3$ , то  $\text{As}_2\text{Hg}_3$ .

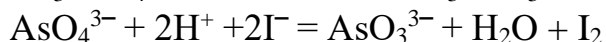
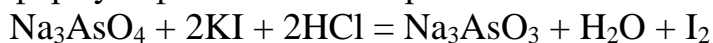
Виявленню  $\text{As}$  заважає  $\text{Sb}$  (утворюється газоподібний  $\text{SbH}_3$ , який реагує аналогічно  $\text{AsH}_3$ ), сульфід-іони (утворюється  $\text{H}_2\text{S}$ , який з  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{HgBr}_2$  і  $\text{HgCl}_2$  дає чорні осади сульфідів). У присутності  $\text{Sb(III)}$  для відновлення замість  $\text{Mg}$  або  $\text{Zn}$  застосовують  $\text{Sn}$ . Тоді  $\text{Sb(III)}$  відновлюється не до  $\text{SbH}_3$ , а до  $\text{Sb}$ :



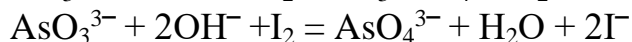
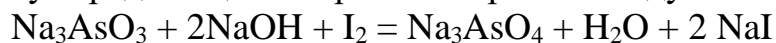
Ще можна відновлювати арсен в лужному середовищі металічним  $\text{Al}$  або  $\text{Zn}$ . У лужному середовищі до  $\text{AsH}_3$  відновлюється тільки  $\text{AsO}_3^{3-}$ :



**Дослід 4.** Дія розчину  $\text{KI}$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_3\text{AsO}_4$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{KI}$ : арсенат-аніон в середовищі концентрованої  $\text{HCl}$  окислює розчин  $\text{KI}$ . Йод, що виділяється, забарвлює шар хлороформу в фіолетовий колір:



**Дослід 5.** Дія розчину  $\text{I}_2$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_3\text{AsO}_3$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{I}_2$  та 1 краплю  $\text{NaOH}$ . Арсеніт-аніони в слабколужному середовищі знебарвлюють розчин йоду:

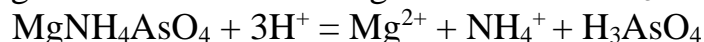


**Дослід 6.** Дія розчину  $MgSO_4$  у присутності розчину  $NH_3$ .

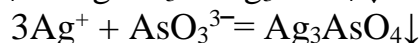
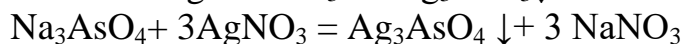
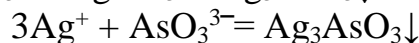
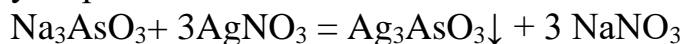
У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $Na_3AsO_4$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $MgSO_4$  та 1 краплю  $NH_3$ . Утворюється білий кристалічний осад:



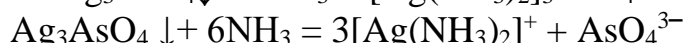
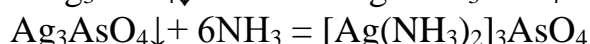
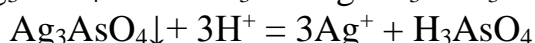
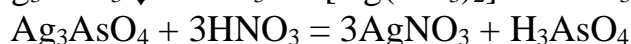
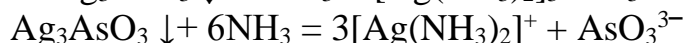
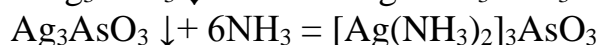
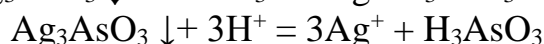
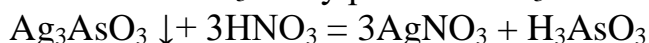
$MgNH_4AsO_4$  розчиняється у розведеній хлористоводневій кислоті:



**Дослід 7.** Дія розчинів  $AgNO_3$ . Катіони срібла з арсеніт-аніонами та арсенат-аніонами утворюють осадки жовтого та шоколадного кольору:



Осади розчиняється в  $HNO_3$  або у розчині  $NH_3$ :



## 2. Систематичний аналіз іонів IV аналітичної групи.

Аналіз ґрунтується на використанні групового реагенту  $NaOH$  у присутності  $H_2O_2$ , реакціях окиснення-відновлення, на різних гідролітичних активностях іонів.

Досліди	Реагенти та техніка виконання	Аналітичний сигнал
Осадження іонів IV групи у вигляді гідроксидів та розчинення осадів у надлишку реагенту.	До 10-15 крапель аналізованого розчину додати 5 крапель 3 % $H_2O_2$ та 6 М. розчину $NaOH$ до повного розчинення осаду. Нагріти у парцеляновій чашці до повного видалення надлишку $H_2O_2$ .	Розчин 1: містить $[Al(OH)_6]^{3-}$ , $[Sn(OH)_6]^{2-}$ ; $CrO_4^{2-}$ ; $[Zn(OH)_4]^{2-}$ ; $AsO_4^{3-}$ (жовтий розчин при присутності $Cr^{3+}$ , безбарвний розчин при відсутності $Cr^{3+}$ ).
Осадження $Al(OH)_3$ та $Sn(OH)_4$	До розчину 1 додати 1 кристалик $NH_4Cl$ до появи специфічного	Осад 1: містить $Al(OH)_3$ $Sn(OH)_4$ Розчин 2: містить



	запаху $\text{NH}_3$ . Упарити до невеликого об'єму.	$[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ , $\text{CrO}_4^{2-}$ , $\text{AsO}_4^{3-}$
Розчинення осаду 1	Осад 1 розчиняють у 2 М. $\text{HCl}$ .	Розчин 3: містить $\text{Al}^{3+}$ ; $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ .
Визначення йонів $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Sn}^{2+}$ .	Розчин 3 киплять 3 залізними ошурками. Після охолодження фільтрують розчин. До фільтрату додають надлишок 6 М. розчин $\text{NaOH}$ ( $\text{pH} > 10$ ) і після видалення $\text{Fe}(\text{OH})_2$ визначають $\text{Sn}^{2+}$ реакцією з $\text{Bi}^{3+}$ .	Чорний осад $\text{Bi}$ .
Осадження цинку гідроксокарбонату.	Розчин 2 нагрівають при додаванні $\text{Na}_2\text{CO}_3$ до повного виділення $\text{NH}_3$ .	Осад 2: містить $(\text{ZnOH})_2\text{CO}_3$ Розчин 4: містить $\text{CrO}_4^{2-}$ ; $\text{AsO}_4^{3-}$
Розчинення осаду 2.	Осад 2 розчиняють у 2 М. розчині $\text{HCl}$ .	Розчин 5: містить йони $\text{Zn}^{2+}$ .
Визначення йонів $\text{Zn}^{2+}$ у розчині 5.	У розчині 5 визначають йони $\text{Zn}^{2+}$ реакцією з дитизоном.	Спостеріга ють малиново- червоне забарвлення.
Визначення йонів $\text{CrO}_4^{2-}$ и $\text{AsO}_4^{3-}$ у розчині 4.	У розчині 4 визначають $\text{CrO}_4^{2-}$ реакцією утворення надхромової кислоти. Проводять якісні реакції на визначення йонів $\text{AsO}_4^{3-}$ , наприклад, з гіпофосфітом.	Спостеріга ють утворення синього кольору органічного розчинника. При присутності йонів $\text{AsO}_4^{3-}$ утворюється бурий осад.

### Катіони V аналітичної групи

Хіміко-аналітична характеристика йонів V аналітичної групи. Груповий реагент на V аналітичну групу йонів, особливості його застосування. Аналітичні реакції катіонів V аналітичної групи:  $Mn^{2+}$ ;  $Mg^{2+}$ ;  $Fe^{2+}$ ;  $Fe^{3+}$ ;  $Bi^{3+}$ ;  $Sb(III)$ ;  $Sb(V)$ .

До п'ятої аналітичної групи відносять  $Fe^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$ ,  $Sb(III)$ ,  $Sb(V)$ . Груповим реагентом на йони V аналітичної групи є розчини лугів. Груповий реагент осаджує гідроксиди катіонів п'ятої групи: зелений  $Fe(OH)_2$ , жовтий  $Fe(OH)_3$ , білі  $Bi(OH)_3$ ,  $Sb(OH)_3$ ,  $SbO(OH)_3$ . Особливістю осадів  $Fe(OH)_2$ , і  $Mn(OH)_2$  є те, що на повітрі вони швидко буріють внаслідок окиснення киснем повітря до  $Fe(OH)_3$  та  $MnO(OH)_2$ . Осади гідроксидів катіонів п'ятої аналітичної групи відрізняються за розчинністю. У лугах вони не розчиняються, за винятком свіжоосадженого  $Sb(OH)_3$ , який перетворюється у розчинну гідросокомплексну сіль, наприклад  $K_3[Sb(OH)_6]$ . Гідроксиди  $Fe(OH)_2$  і  $Mg(OH)_2$  розчиняються у солях амонію. Якщо у розчині є багато солей амонію, то  $Fe(OH)_2$  і  $Mg(OH)_2$  не осаджуються. Усі гідроксиди катіонів п'ятої аналітичної групи розчинні в сильних кислотах з утворенням відповідних солей. Різні розчинності гідроксидів в розчинах солей амонію, в кислотах, а також окисно-відновні властивості використовують в аналізі катіонів V аналітичної групи.

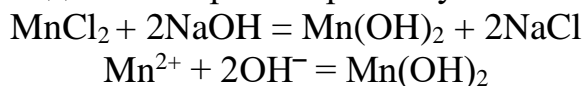
Більшість катіонів V аналітичної групи безбарвні (за винятком  $Fe^{2+}$  і  $Fe^{3+}$ ). Солі  $Fe^{3+}$  мають буро-жовтий колір, а  $Fe^{2+}$  – блідо-зелений.

### ПРОФЕСІЙНА ОРІЄНТАЦІЯ СТУДЕНТІВ.

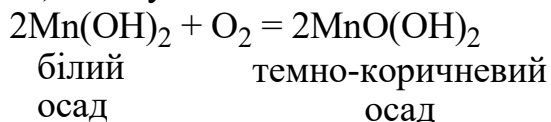
Сполуки Феруму, Бісмуту, Магнію входять до складу лікарських засобів – Де-нол, Гастро-норм, Аспаркам, Панангін та ін. Окремі йони -  $Sb(III)$ ,  $Sb(V)$ ,  $Mn^{2+}$  застосовуються в якісному і кількісному аналізі, зокрема сполуки  $Sb(III)$ ,  $Sb(V)$ , застосовуються як проявники хроматограм багатьох класів органічних сполук. Тому майбутній провізор повинен володіти теоретичними знаннями і практичними навичками хіміко-аналітичних властивостей катіонів цієї аналітичної групи.

#### Реакції йонів $Mn^{2+}$

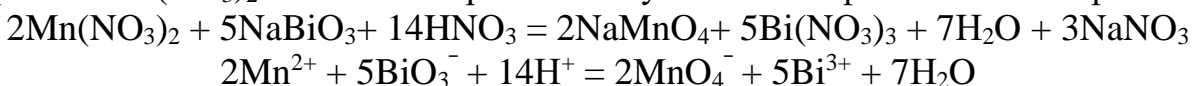
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $MnCl_2$ , додати декілька крапель розчину  $NaOH$ . Випадає білий осад:



На повітрі  $Mn(OH)_2$  поступово окислюється киснем повітря, осад буріє:

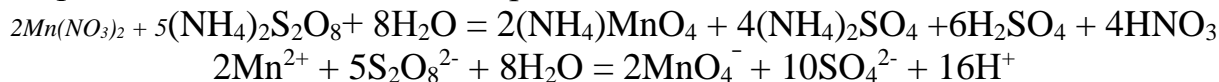


**Дослід 2.** Дія  $NaBiO_3$ . У пробірку налити 5 – 10 крапель концентрованої  $HNO_3$ , додати декілька крупинок  $NaBiO_3$ . Суміш перемішати і додати 1 краплю  $Mn(NO_3)_2$ . Розчин забарвлюється у малиново-фіолетовий колір:



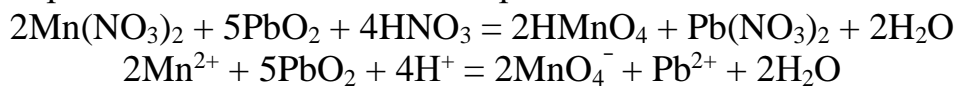
**Дослід 3.** Дія  $(NH_4)_2S_2O_8$ . У пробірку внести ~0,5 мл насиченого розчину  $(NH_4)_2S_2O_8$ , додати ~2 мл розчину  $HNO_3$ , 1 – 2 краплі розчину  $AgNO_3$  і 2 – 3 краплі концентрованого розчину  $H_3PO_4$ . Суміш нагріти до кипіння і додати лише 1 краплю розбавленого розчину солі  $Mn(NO_3)_2$ . Розчин

забарвлюється в малиновий колір:

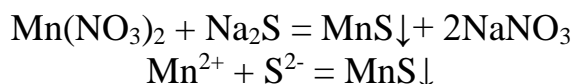


Реакцію проводять за наявності каталізатора — йонів  $\text{Ag}^+$ . У гарячому розчині можливе розкладання перманганат-іонів, тому потрібно додавати  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , яка сповільнює цей процес розкладання.

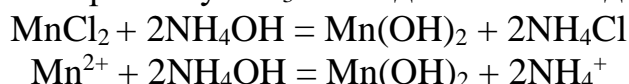
**Дослід 4.** Дія  $\text{PbO}_2$ . У пробірку додати на кінчику скальпеля невелику кількість  $\text{PbO}_2$  і ~1 мл розчину  $\text{HNO}_3$ . Суміш нагріти до кипіння. У гарячу суміш додати краплю розбавленого  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$  і знову нагріти до кипіння. Розчин забарвлюється в малиновий колір:



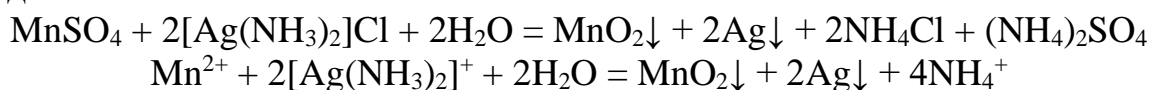
**Дослід 5.** Дія сульфідів. У пробірку перенести 3 – 4 краплі розчину  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$  і додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{S}$  або  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ . Утворюється осад тілесного кольору:



**Дослід 6.** Дія розчину  $\text{NH}_3$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{MnCl}_2$ , додати 1 краплю розчину  $\text{NH}_3$ . Випадає білий осад:

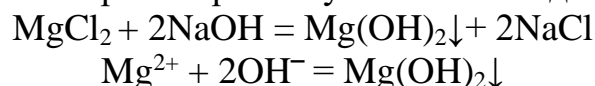


**Дослід 7.** Дія розчину  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{AgNO}_3$ , додати 1 краплю розчину  $\text{HCl}$ . Випадає білий осад. До осаду додати декілька крапель розчину амоніаку до його розчинення. До приготованого розчину додати 1-2 краплі розчину  $\text{MnSO}_4$ . Випадає чорний осад:

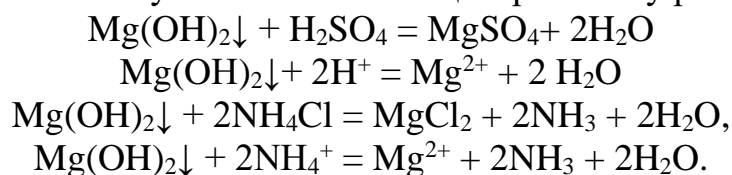


Реакції йонів  $\text{Mg}^{2+}$

**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{MgCl}_2$ , додати 1 краплю розчину  $\text{NaOH}$ . Випадає білий осад:

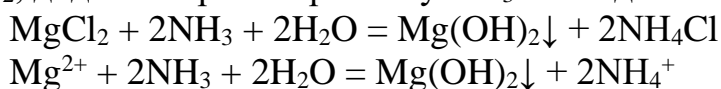


Осад розчиняється у кислотах та концентрованому розчині  $\text{NH}_4\text{Cl}$ :

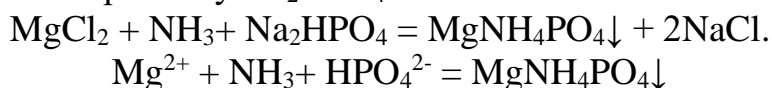


Ця реакція використовується для відділення  $\text{Mg}^{2+}$  від інших йонів V аналітичної групи.

**Дослід 2.** Дія розчину  $\text{NH}_3$ . У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{MgCl}_2$ , додати 1 краплю розчину  $\text{NH}_3$ . Випадає білий осад:

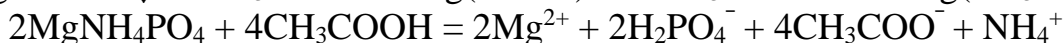
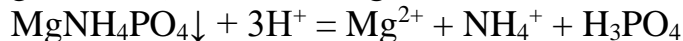


**Дослід 3.** Дія кислих солей ортофосфатної кислоти. У пробірку налити 5 – 10 крапель розчину солі магнію, додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{NH}_4\text{Cl}$  і 2 – 3 краплі розчину  $\text{NH}_3$ . Розчин  $\text{NH}_4\text{Cl}$  додають для того, щоб попередити утворення осаду  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  (див. попередній дослід). Після перемішування додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ .

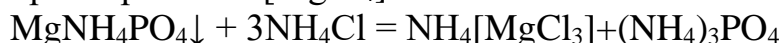


Утворюється білий кристалічний осад, який розчиняється у сильних

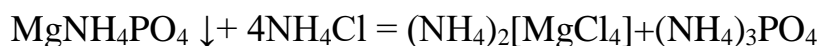
кислотах та у  $\text{CH}_3\text{COOH}$ :



Частинки осаду мають характерну кристалічну форму у вигляді шестипроменевих (із концентрованих розчинів) або чотирипроменевих (із розведених розчинів) зірок, що спостерігаються під мікроскопом при проведенні реакції на предметному склі. Проведенню реакції заважають  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$  та інші катіони, які утворюють нерозчинні фосфати. Реакцію проводять у присутності хлориду амонію щоб уникнути утворення в лужному середовищі осаду  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . При виконанні цієї реакції треба враховувати таку особливість: при великому надлишку  $\text{NH}_4\text{Cl}$  магній-амоній фосфат не осаджується, бо утворюються комплексні йони трихлормагнію  $[\text{MgCl}_3]^-$  або тетрахлормагнію  $[\text{MgCl}_4]^{2-}$ :



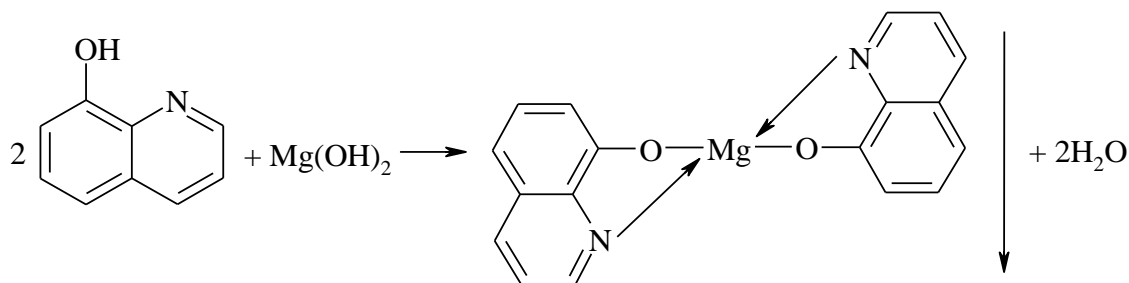
або



**Дослід 4.** Дія магнезону. На предметне скло нанести краплю розчину солі магнію і додати краплю лужного розчину магнезону. Утворюється синій осад. При малих концентраціях йонів  $\text{Mg}^{2+}$  осад не утворюється, а розчин забарвлюється в синій колір.

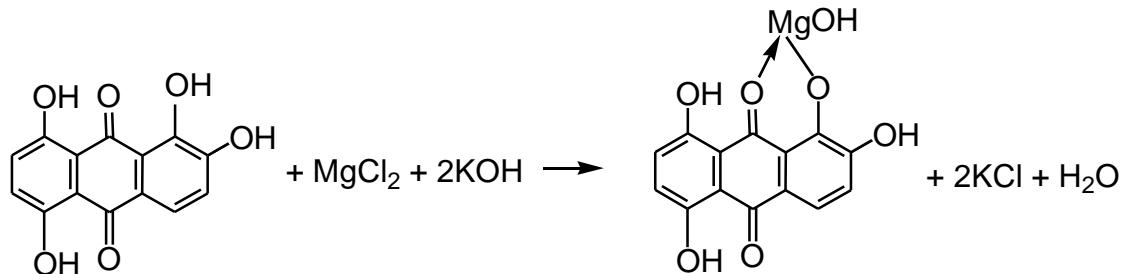
Проведенню реакції заважають йони  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$  тощо, гідроксиди яких також забарвлюються магнезонами.

**Дослід 5.** Дія 8-оксихіноліну. У пробірку додати 2 – 3 краплі розчину магній хлориду і 2 – 3 краплі розчину амоніаку. Утворюється білий осад  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . До утвореної суміші додавати по краплях розчин амоній хлориду до розчинення білого осаду магній гідроксиду  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . До розчину додати краплями розчин 8-оксихіноліну до утворення жовто-зеленого осаду магній оксихінолінату. Йони  $\text{Mg}^{2+}$  утворюють з 8-оксихіноліном в аміачному середовищі при  $\text{pH} = 8 - 13$  жовто-зелений кристалічний осад внутрішньокмлексної сполуки магній оксихінолінату:



Осад магній оксихінолінату розчиняється в оцтовій кислоті. Заважають катіони, що також утворюють комплекси з 8-оксихіноліном ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  тощо).

**Дослід 6.** Реакція з хіналізарином. Реакція з хіналізарином у лужному середовищі є селективною. Утворюється осад синього кольору:

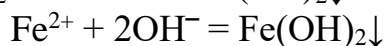
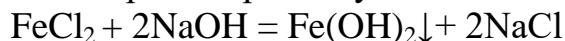


хіналізарин

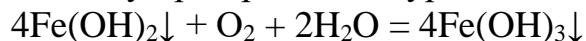
хіналізаринат магнію

Реакції йонів  $\text{Fe}^{2+}$

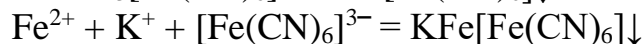
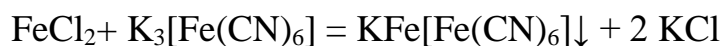
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{FeCl}_2$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{NaOH}$ . Випадає зелений осад:



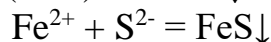
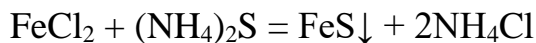
При збовтуванні вмісту пробірки осад буріє :



**Дослід 2.** Реакція з реагентом «червона кров`яна сіль». У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину солі феруму(II), додати 1 - 2 краплі розчину  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Утворюється синій осад (має тривіальну назву “турнбулева синь”):

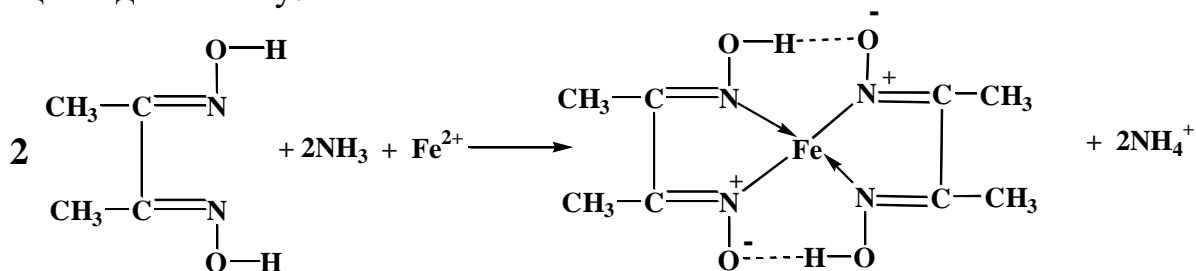


**Дослід 3.** Реакція із сульфідами. У пробірку налити 3 – 4 краплі розчину  $\text{FeCl}_2$  і додати 2 – 3 краплі розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  (чи  $\text{Na}_2\text{S}$ ). Випадає чорний осад:



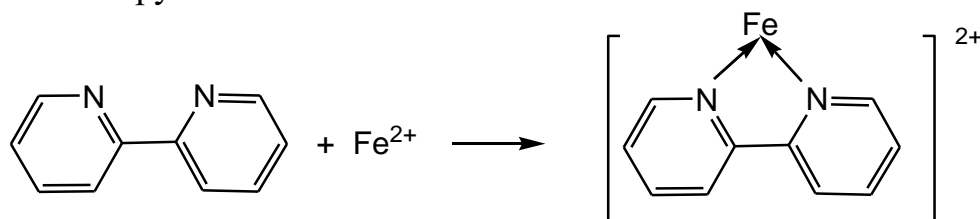
Осад розчиняється в розбавлених мінеральних кислотах та в оцтовій кислоті.

**Дослід 4.** Реакція з діацетилдіоксимом. Діацетилдіоксим в аміачному середовищі утворює з йонами  $\text{Fe}^{2+}$  карміново-червоний комплекс заліза (II) діацетилдіоксимату:



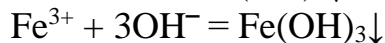
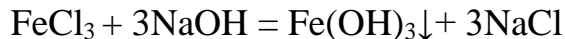
Визначенню йонів  $\text{Fe}^{2+}$  заважають йони  $\text{Ni}^{2+}$ .

**Дослід 5.** Реакція з 2,2-дипіридиллом. 2,2-Дипіридил (о-фенантролін) у кислому середовищі утворює з йонами  $\text{Fe}^{2+}$  комплексні йони темно-червоного кольору:

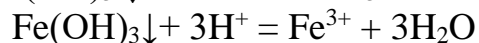


Реакції йонів  $\text{Fe}^{3+}$

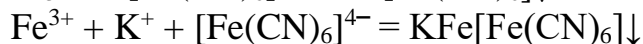
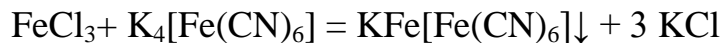
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{FeCl}_3$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{NaOH}$ . Випадає жовто-бурий осад:



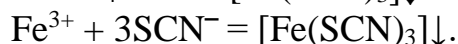
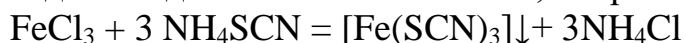
Осад розчиняється у кислотах:



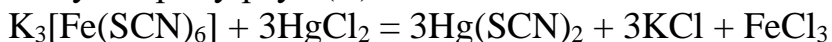
**Дослід 2.** Реакція з реагентом «жовта кров'яна сіль». У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину солі заліза (III), додати 1 - 2 краплі розчину  $\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$ . Утворюється синій осад (має тривіальну назву “берлінська блакить”):



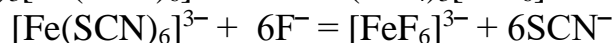
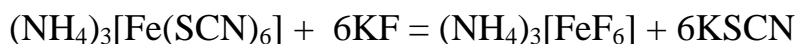
**Дослід 3.** Реакція з тіоціанатами. У пробірку налити 3 - 5 крапель розчину солі феруму(III), додати 1 - 2 краплі розчину  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Утворюється комплексна сполука, що забарвлена у червоний колір. Склад комплексної сполуки залежить від співвідношення компонентів, наприклад:



З надлишком реагенту утворюються такі комплексні йони:  $[\text{Fe(SCN)}_4]^-$ ,  $[\text{Fe(SCN)}_5]^{2-}$ ,  $[\text{Fe(SCN)}_6]^{3-}$ . Виконувати реакцію належить у кислому середовищі ( $\text{pH} \approx 2$ ). Тіоціанатні комплекси заліза екстрагуються органічними розчинниками (спирт ізоаміловий, ефір тощо), руйнуються при додаванні розчину хлориду ртуті(II):

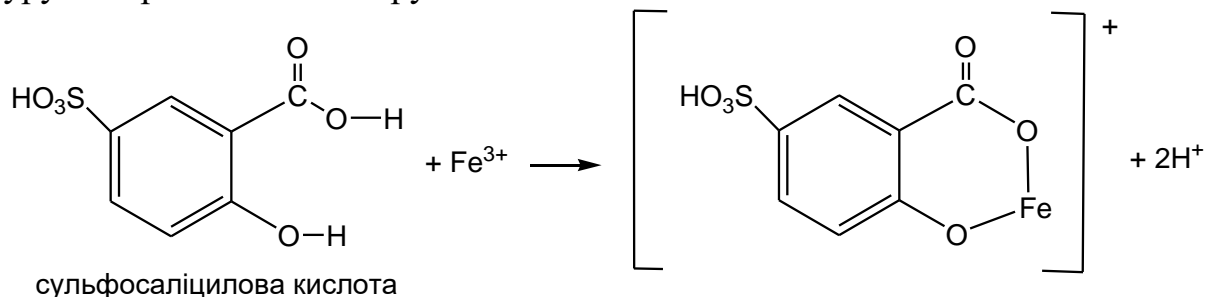


Заважають відкриттю йони  $\text{NO}_2^-$  (утворюють із  $\text{SCN}^-$  сполуку  $\text{NOSCN}$  червоного кольору), а також ті йони, які утворюють із залізом(III) більш стійкі безбарвні сполуки, наприклад йони  $\text{F}^-$ . При додаванні розчину, що містить йони  $\text{F}^-$ , червоне забарвлення зникає, оскільки тіоціанатні комплекси заліза перетворюються у більш стійкі безбарвні фторидні комплекси, наприклад:

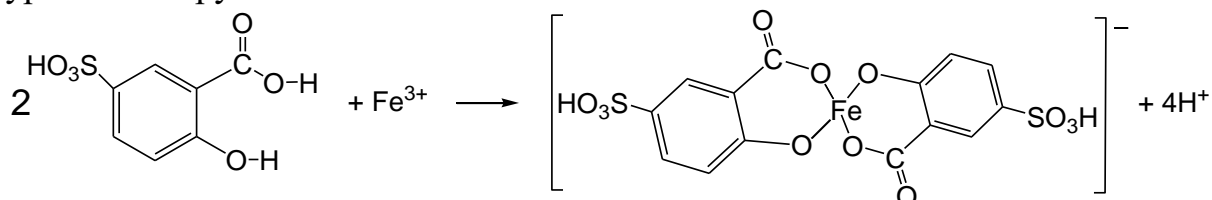


**Дослід 4.** Дія сульфосаліцилової кислоти. Йони  $\text{Fe}^{3+}$  можуть утворювати з сульфосаліциловою кислотою комплексні забарвлені сполуки різного складу в залежності від  $\text{pH}$  розчину.

При  $\text{pH}$  1,8 – 2,5 утворюється моноссульфосаліцилатний комплекс заліза бурувато-рожевого кольору:



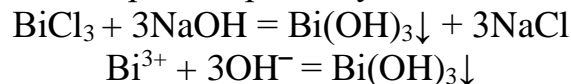
При  $\text{pH}$  4 – 8 утворюється дисульфосаліцилатний комплекс заліза бурого кольору:



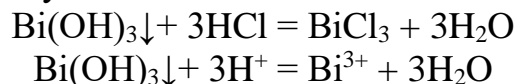
При  $\text{pH}$  8 – 11 утворюється трисульфосаліцилатний комплекс заліза жовтого кольору.

Реакції іонів  $\text{Bi}^{3+}$

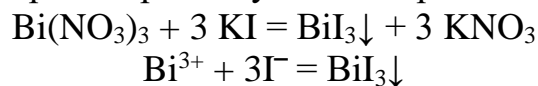
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{BiCl}_3$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{NaOH}$ . Випадає білий осад:



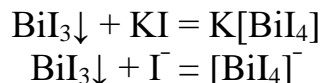
Осад розчиняється у кислотах:



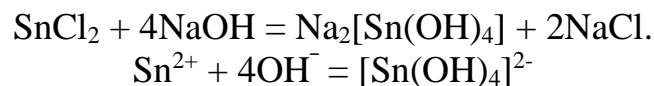
**Дослід 2.** Дія розчину  $\text{KI}$ . У пробірку налити 5 – 10 крапель розчину  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ , додати одну краплю розчину  $\text{KI}$ . Утворюється чорний осад:



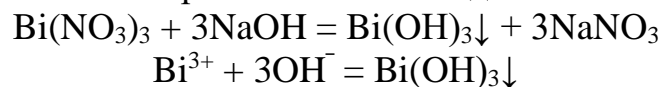
До розчину з чорним осадом  $\text{BiI}_3$  додавати краплями розчин  $\text{KI}$  до розчинення осаду:



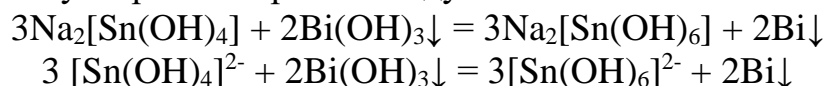
**Дослід 3.** (здатність іонів  $\text{Bi}^{3+}$  відновлюватись до металічного  $\text{Bi}$ ). В окремій пробірці приготувати відновник (лужний розчин  $\text{Na}_2[\text{Sn}(\text{OH})_4]$ ). Для цього у пробірку налити 3 - 5 крапель розчину  $\text{SnCl}_2$ , додавати краплями розчин  $\text{NaOH}$  до розчинення осаду  $\text{Sn}(\text{OH})_2$ , що утворився на початку. Рівняння реакцій:



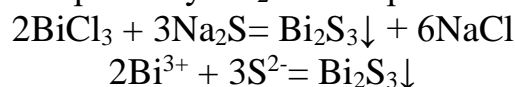
У другу пробірку налити 2 – 5 крапель розчину  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{NaOH}$ . Утворюється білий осад:



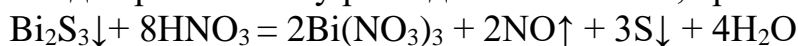
У пробірку з осадом  $\text{Bi}(\text{OH})_3$  додати розчин  $\text{Na}_2[\text{Sn}(\text{OH})_4]$ . Спостерігається утворення чорного осаду



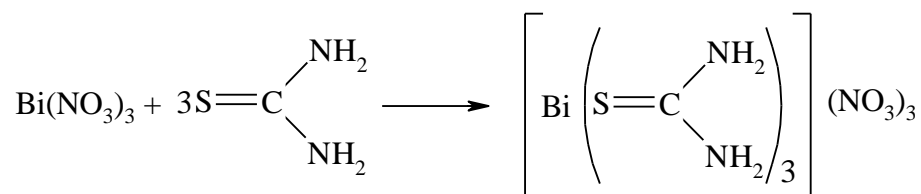
**Дослід 4.** Дія розчину  $\text{Na}_2\text{S}$ . У пробірку налити 5 – 10 крапель розчину  $\text{BiCl}_3$ , додати одну краплю розчину  $\text{Na}_2\text{S}$ . Утворюється чорний осад:



Осад нерозчинний у розведених кислотах, крім нітратної кислоти:



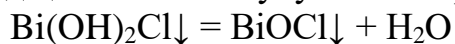
**Дослід 5.** Реакція з тіокарбамідом. У пробірку налити 5 – 10 крапель розчину  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ , додати одну краплю розчину тіокарбаміду. З'являється жовтувато-оранжеве забарвлення або утворюється оранжевий осад:



**Дослід 6.** Реакція гідролізу. Солі  $\text{Bi}^{3+}$  легко гідролізують, утворюючи основні солі. Так, при гідролізі хлориду вісмуту утворюється осад  $\text{BiOCl}$  – вісмутилу хлорид (однорядну групу  $\text{BiO}^+$  називають “вісмутил”). Спочатку при гідролізі утворюється  $\text{Bi}(\text{OH})_2\text{Cl}$ :



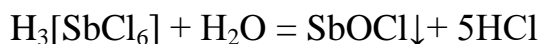
Потім  $\text{Bi}(\text{OH})_2\text{Cl}$  відщеплює молекулу  $\text{H}_2\text{O}$  і перетворюється у  $\text{BiOCl}$



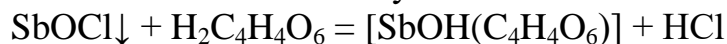
Осад розчиняється в мінеральних кислотах і не розчиняється у винній кислоті (відмінність від осаду  $\text{SbOCl}$ , який розчиняється у винній кислоті).

### Реакція йонів $\text{Sb}^{3+}$ і $\text{Sb}(\text{V})$

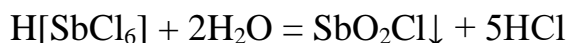
**Дослід 1.** Реакції гідролізу. Солі  $\text{Sb}^{3+}$  у слабокислих розчинах при додаванні великої кількості води легко гідролізують, утворюючи білий осад  $\text{SbOCl}$ :



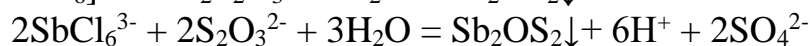
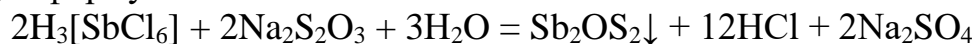
Винна кислота заважає процесу гідролізу, бо взаємодіє із солями  $\text{Sb}^{3+}$  утворенням розчинної комплексної сполуки:



При гідролізі солей  $\text{Sb}(\text{V})$  виділяється білий осад основної солі  $\text{Sb}(\text{V})$ , розчинний у  $\text{HCl}$ :

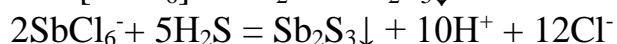
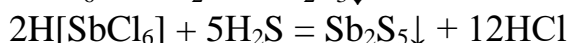
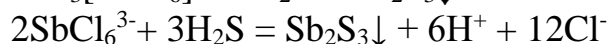
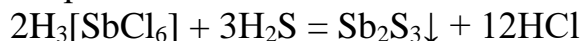


**Дослід 2.** Реакція з  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Натрію тіосульфат утворює в кислих розчинах із солями  $\text{Sb}(\text{III})$  червоний осад, склад якого за новими даними відповідає формулі  $\text{Sb}_2\text{OS}_2$ :

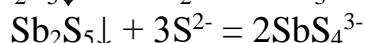
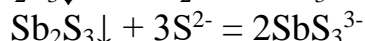


Проведенню реакції заважають йони  $\text{Bi}^{3+}$ , які утворюють осад  $\text{Bi}_2\text{S}_3$  чорного кольору.

**Дослід 3.** Реакція з  $\text{H}_2\text{S}$ .  $\text{H}_2\text{S}$  утворює із солями  $\text{Sb}^{3+}$  у кислому середовищі оранжево-червоні осад  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  і  $\text{Sb}_2\text{S}_5$ .

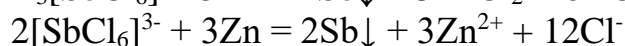


Осади розчинні у розчинах амонію сульфідів і сульфідів лужних металів з утворенням тіосолей:



Тіосоли стибію розкладаються під дією кислот, утворюючи сульфід стибію.

**Дослід 4.** Реакції відновлення. Йони  $\text{Sb}(\text{III})$  і  $\text{Sb}(\text{V})$  у кислому середовищі відновлюються металами, що знаходяться лівіше від  $\text{Sb}$  в ряді напруг ( $\text{Zn}$ ,  $\text{Fe}$ ,  $\text{Al}$  тощо). Так, наприклад, цинкова платівка чорніє від того, що на поверхні утворюється шар чорного дисперсного порошку металічного стибію:



Крім описаних вище реакцій йони  $\text{Sb}(\text{III})$  дають також реакції: із 8-оксихіноліном і  $\text{KI}$  (жовтий осад  $[\text{SbI}_4]\text{Ox}$ ), фосфоромолібденовою кислотою (утворення молібденової сині) тощо.

### 3. Систематичний аналіз йонів $\text{V}$ аналітичної групи.

Попередні випробування ґрунтовані на визначенні кольору розчину (розчини  $\text{Fe}^{3+}$  забарвлені у світло-бурий колір), рН розчину та на проведенні



проби на йони, які легко гідролізують ( Sb (III), Sb (V), Bi<sup>3+</sup>). У попередніх випробуваннях дробним методом в окремих пробах аналізуемого розчину відкривають йони, які мають бути окислені у ході систематичного аналізу ( Fe<sup>2+</sup>; Mn<sup>2+</sup>; Sb (III)) реакціями з K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], металевим залізом тощо.

Систематичний аналіз іонів зоснований на використанні групового реагенту NaOH у присутності H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, на особливостях хімічних властивостей кислоти HSbO<sub>3</sub>, різних окисно-відновних властивостях іонів Mn<sup>2+</sup> та Fe<sup>3+</sup>, а також на здатності магнію гідроксиду розчинятись у солях амонію.

Досліди	Реагенти та техніка виконання	Аналітичний сигнал
Відокремлення Sb	До 10-15 крапель аналізуемого розчину додати 2М. розчин HNO <sub>3</sub> і нагріти до кипіння.	Осад 1: містить HSbO <sub>3</sub> . Розчин 1 містить Bi <sup>3+</sup> ; Fe <sup>3+</sup> ; Mg <sup>2+</sup> ; Mn <sup>2+</sup> .
Ідентифікація Sb	Осад 1 розчиняють у конц. HCl та відкривають реакцією з фосфоромолібденовою кислотою.	Синій колір органічного розчинника.
Осадження Bi <sup>3+</sup> ; Fe <sup>3+</sup> ; Mg <sup>2+</sup> ; Mn <sup>2+</sup>	До розчину 1 додають надлишок 6 М. розчину NaOH і 3 % розчин H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> . Розчин кип'ятять до зникнення слідів H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .	Осад 2: містить Fe(OH) <sub>3</sub> ; Mg(OH) <sub>2</sub> ; H <sub>2</sub> MnO <sub>3</sub> ; Bi(OH) <sub>3</sub> .
Відокремлення іонів Mn <sup>2+</sup>	До осаду 2 додають 2 М. розчин HNO <sub>3</sub> . Осад, який не розчинився, відділяють від розчину та промивають водою. Відсутність осаду свідчить про відсутність іонів Mn <sup>2+</sup> .	Осад 3: містить H <sub>2</sub> MnO <sub>3</sub> бурого кольору. Розчин 2: містить йони Fe <sup>3+</sup> ; Mg <sup>2+</sup> ; Bi <sup>3+</sup> .
Розчинення H <sub>2</sub> MnO <sub>3</sub>	До осаду 3 додають 1-2 мл 6 М. розчину HNO <sub>3</sub> та 0,5 мл 3 % розчину H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , нагрівають у парцеляновій чашці до повного видалення H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .	Розчин 3: містить Mn <sup>2+</sup> .
Визначення Mn <sup>2+</sup>	До розчину 3 додають натрій вісмутат.	Спостерігають малинове забарвлення.
Відокремлення іонів Mg <sup>2+</sup> від Fe <sup>3+</sup> та Bi <sup>3+</sup>	До розчину 2 додають 2 М. розчин NH <sub>3</sub> до лужного середовища та 1 мл 1М. розчину NH <sub>4</sub> Cl. Осад центрифугують.	Розчин 4: містить йони Mg <sup>2+</sup> . Осад 4: містить Fe(OH) <sub>3</sub> ; Bi(OH) <sub>3</sub>
Визначення Mg <sup>2+</sup>	У розчині 4 ідентифікують йони Mg <sup>2+</sup> мікрокристалоскопічною	Спостерігають кристали MgNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub> у вигляді

	реакцією.	шестилучових зірок.
Визначення йонів Fe <sup>3+</sup> та Bi <sup>3+</sup> .	Осад 4 розчиняють у 2М. розчині HNO <sub>3</sub> та визначають йони Fe <sup>3+</sup> та Bi <sup>3+</sup> . Йони Fe <sup>3+</sup> визначають реакцією з тіоціанатами. Йони Bi <sup>3+</sup> визначають реакцією з KI.	Спостерігають криваво-червоне забарвлення. Спостерігають утворення спочатку чорного осаду BiI <sub>3</sub> , який розчиняється у надлишку реагенту з утворенням жовтогарячого комплексу.

Катіони VI аналітичної групи.

Хіміко-аналітична характеристика йонів VI аналітичної групи. Груповий реагент на VI аналітичну групу катіонів, особливості його застосування. Аналітичні реакції катіонів VI аналітичної групи: Cu<sup>2+</sup>; Cd<sup>2+</sup>; Ni<sup>2+</sup>; Co<sup>2+</sup>; Hg<sup>2+</sup>.

До VI аналітичної групи відносять йони d-елементів: Cu<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>.

Груповим реагентом є розчин NH<sub>3</sub>. При дії невеликої кількості розчину NH<sub>3</sub> утворюються осадки різні за складом і кольором: сині (CuOH)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> та Co(OH)Cl, білі Cd(OH)<sub>2</sub> та [NH<sub>2</sub>Hg]Cl, зелені Ni(OH)Cl або (NiOH)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. При дії надлишку розчину амоніаку утворюються розчинні комплексні сполуки, до складу яких входять такі комплексні катіони: [Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup>, [Co(NH<sub>3</sub>)<sub>6</sub>]<sup>2+</sup>, [Cd(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup>, [Ni(NH<sub>3</sub>)<sub>6</sub>]<sup>2+</sup>, [Hg(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup>.

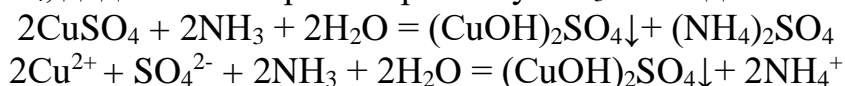
Катіони VI аналітичної групи здатні утворювати комплексні сполуки як з неорганічними лігандами (NH<sub>3</sub>, SCN<sup>-</sup> тощо), так і з органічними лігандами (діацетилдіоксим, дифенілкарбазид, дитизон тощо).

## ПРОФЕСІЙНА ОРІЄНТАЦІЯ СТУДЕНТІВ

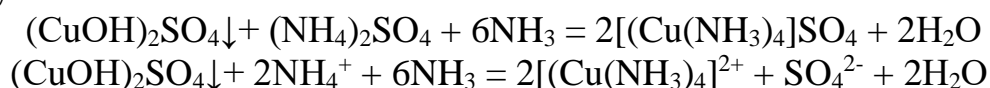
При ідентифікації лікарських засобів широко застосовуються реакції комплексоутворення, протікання яких супроводжується появою певних аналітичних сигналів. Так, наприклад, виявлення багатьох катіонів Ni<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup> та ін. базується на реакції комплексоутворення згаданих йонів з різними лігандами: органічними та неорганічними.

Реакції на йони Cu<sup>2+</sup>.

**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину CuSO<sub>4</sub>, додати 1 – 2 крапель розчину NH<sub>3</sub>. Випадає синій осад:

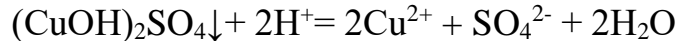


Суміш поділити на дві пробірки. В одну пробірку поступово краплями додавати розчин NH<sub>3</sub> до повного розчинення осаду. Звернути увагу на інтенсивне фіолетове забарвлення утвореного розчину комплексної солі купруму:

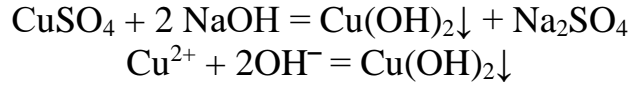


У другу пробірку додавати розчин H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> до повного розчинення осаду. Рівняння реакції:

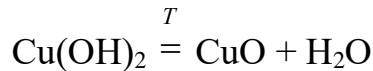




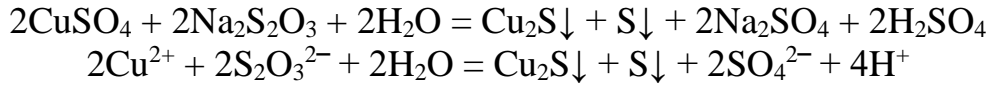
**Дослід 2.** У пробірку налити 1 - 2 краплі розчину  $\text{CuSO}_4$ , додати 3 - 5 крапель  $\text{NaOH}$ . Утворюється синій осад:



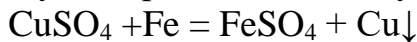
Суміш у пробірці обережно нагріти. Осад чорніє:



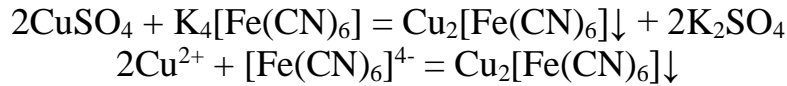
**Дослід 3.** У пробірку налити 1 – 2 краплі розчину  $\text{CuSO}_4$ , додати 1 – 2 краплі розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і 5 – 10 крапель  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , нагріти до кипіння. Утворюється бурий осад:



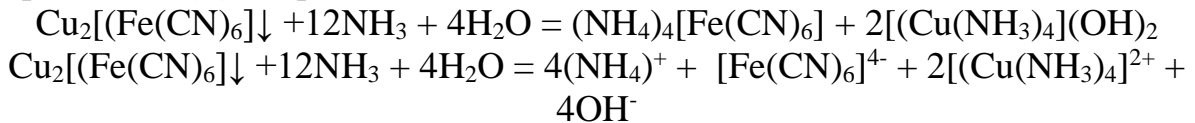
**Дослід 4.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CuSO}_4$ , обережно занурити у розчин залізний цвях. Через 1 – 2 хвилини дістати з пробірки цвях. Звернути увагу на зміну забарвлення поверхні залізного цвяха, що контактував з розчином солі купруму:



**Дослід 5.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CuSO}_4$ , додати 1 - 2 краплі розчину  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Утворюється бурий осад:



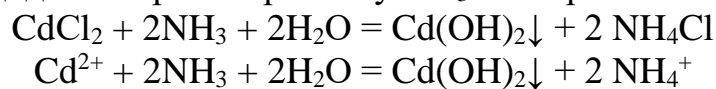
У надлишку розчину амоніаку осад розчиняється, переходячи в тетрамінміді (II) гідроксид:



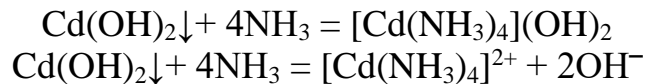
**Дослід 6.** Солі  $\text{Cu}^{2+}$  забарвлюють полум'я газового пальника у зелений колір.

Реакції на йони  $\text{Cd}^{2+}$

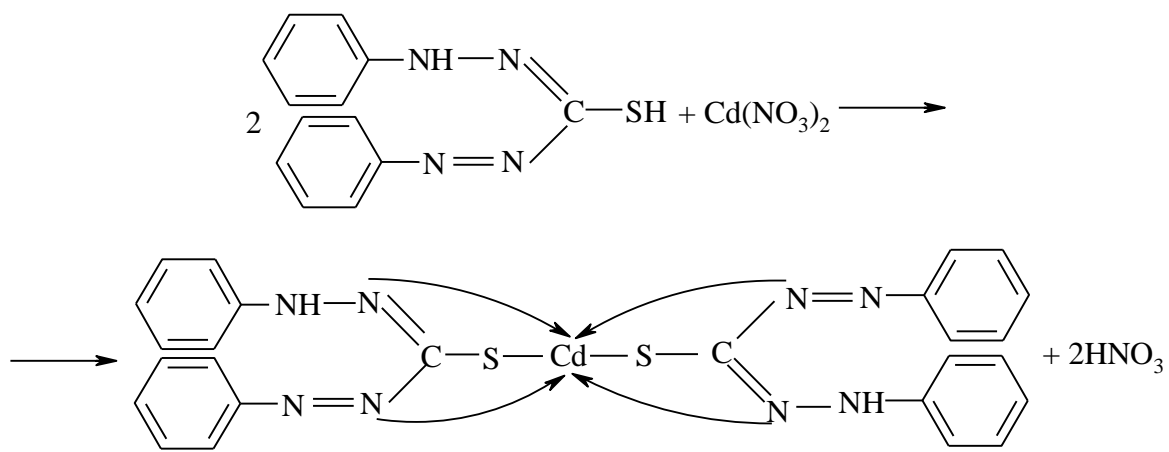
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CdCl}_2$ , додати 1 краплю розчину  $\text{NH}_3$ . Утворюється білий осад:



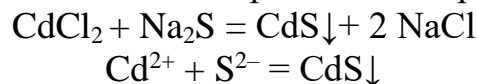
У пробірку з білим осадом  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  додавати краплями розчин  $\text{NH}_3$  до розчинення осаду:



**Дослід 2.** Дія дитизону. Дитизон взаємодіє з йонами  $\text{Cd}^{2+}$  в інтервалі  $\text{pH} = 6,5 - 14$  з утворенням червоної внутрішньокмплесної сполуки, яка екстрагується хлороформом або карбон тетрахлоридом:



**Дослід 3.** Реакція з сульфідами. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CdCl}_2$ , додати 1 краплю розчину  $\text{Na}_2\text{S}$ . Під дією сульфідів  $\text{Cd}^{2+}$  утворює осад  $\text{CdS}$  жовтого або жовтогарячого кольору:

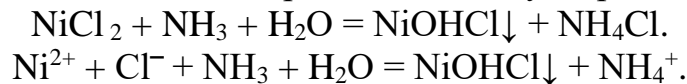


Осад  $\text{CdS}$  не розчиняється у кислотах.

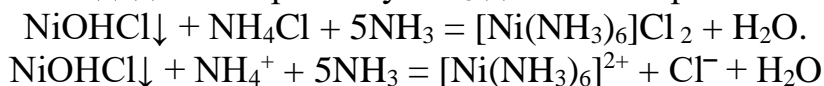
Межа виявлення - 0,5 мкг кадмію. Катіони, що заважають, маскують додаванням тартратів і диметилглюксиму. У цьому випадку заважають тільки йони  $\text{Ag}(\text{I})$ ,  $\text{Hg}(\text{II})$  і  $\text{Cu}(\text{II})$ , тому їх усувають попередньою екстракцією розчином дитизону у чотирьохлористому вуглеці при  $\text{pH} = 1 - 2$ .

Реакції на йони  $\text{Ni}^{2+}$

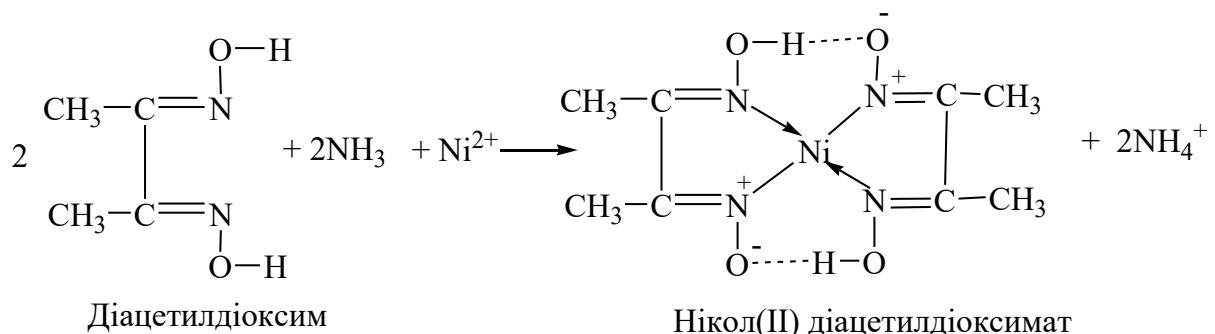
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{NiCl}_2$ , краплями додавати розчин  $\text{NH}_3$  до утворення синього осаду:



Продовжити додавання розчину  $\text{NH}_3$  до повного розчинення осаду:

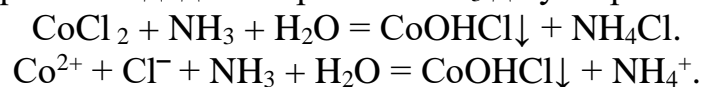


**Дослід 2.** На смужку фільтрувального паперу нанести 1 краплю розчину  $\text{NiCl}_2$ , поряд нанести 1 краплю розчину  $\text{NH}_3$  і 1 краплю розчину діацетилдіоксиму. Утворюється яскраво-червона пляма:

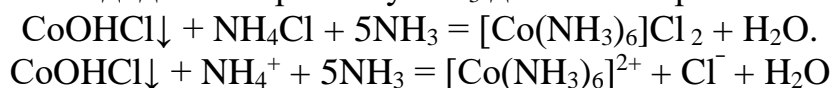


### Реакції на йони $\text{Co}^{2+}$

**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 2 – 3 краплі розчину  $\text{CoCl}_2$ , краплями додавати розчин  $\text{NH}_3$  до утворення синього осаду:



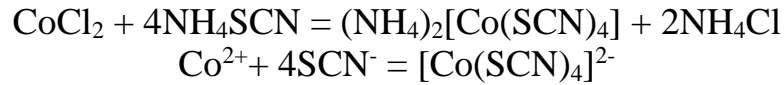
Продовжити додавання розчину  $\text{NH}_3$  до повного розчинення осаду:



У розчин, що утворився, додати 5 – 10 крапель розчину  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Спостерігати появу характерного вишнево-червоного забарвлення комплексної сполуки (хлоропентаамінкобальт(III) хлорид  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ ):



**Дослід 2.** У пробірку перенести 2 - 3 краплі розчину  $\text{CoCl}_2$ , додати 8 - 10 крапель насиченого розчину  $\text{KNCS}$  або  $\text{NH}_4\text{NCS}$  (чи декілька кристалів цих солей) і 5 - 10 крапель органічного розчинника (ізоаміловий спирт або суміш ізоамілового спирту з діетиловим ефіром). Обережно струшувати суміш. Верхній шар органічної фази забарвлюється в синій колір:

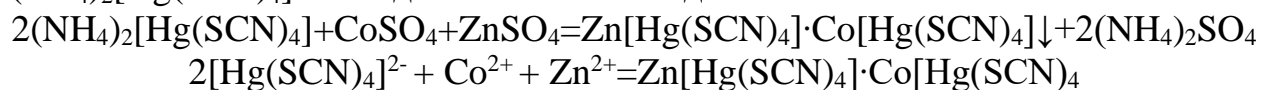


Проведенню реакції заважають йони  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ .

**Дослід 3.** Визначення йонів  $\text{Co}^{2+}$  у присутності йонів  $\text{Fe}^{3+}$  (перевірка ефекту реакції маскування йонів  $\text{Fe}^{3+}$  у суміші). У пробірку перенести 2 - 3 краплі розчину  $\text{CoCl}_2$  і 2 - 3 краплі розчину солі феруму(III). До одержаного розчину, що містить суміш йонів  $\text{Co}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$ , додати 5 - 6 крапель насиченого розчину  $\text{KNCS}$  або  $\text{NH}_4\text{NCS}$ . Розчин забарвлюється у червоний колір — колір тіоціанатних комплексів  $\text{Fe}(\text{III})$ . Червоний колір заважає помітити синє забарвлення тіоціанатних комплексів  $\text{Co}(\text{II})$ . Для маскування йонів  $\text{Fe}^{3+}$ , що утворили червоний тіоціанатний комплекс, до суміші додати кристали сухої солі  $\text{NaF}$  або  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ , які утворюють дуже міцні безбарвні комплексні сполуки з ферумом(III). Тому зникає червоне забарвлення розчину. Потім додати 5 - 6 крапель органічного розчинника (ізоаміловий спирт або суміш ізоамілового спирту з діетиловим ефіром) і обережно збовтати суміш. Верхній шар рідини (органічного розчинника) забарвлюється у синій колір.

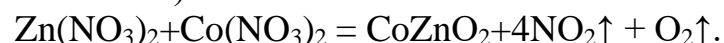
**Дослід 4.** Визначення йонів  $\text{Co}^{2+}$  у присутності інших йонів на фільтрувальному папері. У пробірку додати по 1 – 3 краплі солей  $\text{Co}(\text{II})$ ,  $\text{Cu}(\text{II})$ ,  $\text{Fe}(\text{III})$ ,  $\text{Bi}(\text{III})$ . Для маскування йонів  $\text{Fe}(\text{III})$  додати сухої солі  $\text{NaF}$ . На фільтрувальний папір нанести краплю розчину  $\text{NH}_4\text{SCN}$  і краплю досліджуваного розчину. Папір витримати у парах амоніаку і підсушити. У присутності  $\text{Co}(\text{II})$  периферична частина плями забарвлюється у синій колір.

**Дослід 5.** У пробірку перенести 4 - 5 крапель розчину  $\text{CoCl}_2$ , додати краплю розчину солі цинку (наприклад,  $\text{ZnSO}_4$ ) і 3 - 4 краплі розчину  $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ . Випадає блакитний осад:



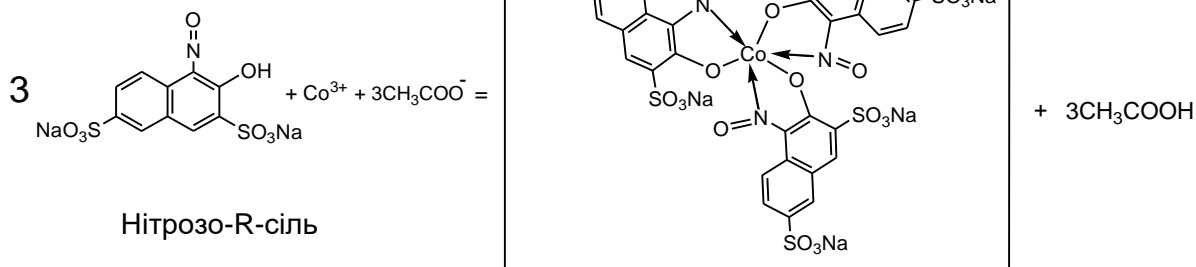
Додавання навіть невеликих кількостей солі  $\text{Zn}$  призводить до майже повного осадження  $\text{Co}(\text{II})$ . Проведенню реакції заважають катіони  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ .

**Дослід 6.** Реакція утворення “зелені Рінмана”. Після спалювання шматочка фільтрувального паперу, змоченого розчином солі цинку і кобальту нітрату, утворюється зола, забарвлена в зелений колір цинкатом кобальту (“зелень Рінмана”):



**Дослід 7.** Реакція з 1-нітрозозо-2-нафтол-3,6-дисульфوناتом (тривіальна назва — нітрозозо-R-сіль).

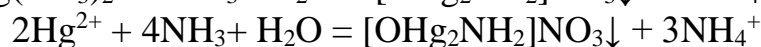
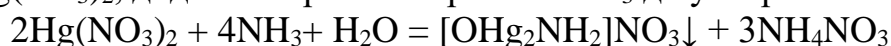
Нітрозозо-R-сіль застосовується для виявлення  $\text{Co}^{2+}$  в лікарських препаратах. У кислому середовищі відбувається окиснення  $\text{Co}^{2+}$  до  $\text{Co}^{3+}$ . А  $\text{Co}^{3+}$  утворює з нітрозозо-R-сіллю внутрішньокомплексну сполуку червоного кольору:



Реакцію проводять у присутності ацетатного буферного розчину. Червоне забарвлення не зникає при додаванні невеликих кількостей хлороводневої кислоти (розкладання комплексів з іншими металами) і кип'ятінні протягом 1 хв.

Реакції на йони  $\text{Hg}^{2+}$ .

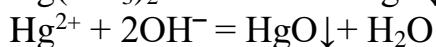
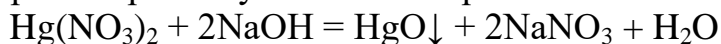
**Дослід 1.** Дія групового реагенту. У пробірку налити 3 - 4 краплі розчину  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ , додавати краплями розчин  $\text{NH}_3$  до утворення білого осаду:



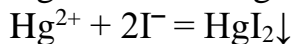
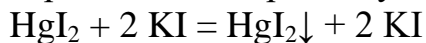
До суміші додати 3 - 4 краплі розчину  $\text{NH}_4\text{Cl}$  чи  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ . Продовжувати додавати розчин  $\text{NH}_3$  до повного розчинення осаду.



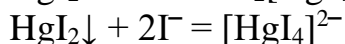
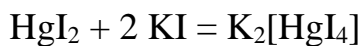
**Дослід 2.** У пробірку перенести 1 краплю розчину  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ , додати 3 - 5 крапель розчину  $\text{NaOH}$ . Утворюється жовтий осад:



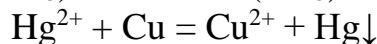
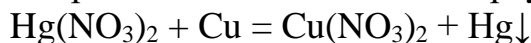
**Дослід 3.** У пробірку налити 3 - 5 крапель розчину  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ , додати 1 краплю розбавленого розчину  $\text{KI}$ . Утворюється яскравий жовтогарячий осад:



Продовжувати додавати краплями розчин  $\text{KI}$  до повного розчинення осаду:



**Дослід 4.** Реакція "мідної монети". На почищену крейдою або піском поверхню мідної пластинки або монети нанести 1 краплю розчину  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ . Утворюється блискуча дзеркальна пляма металічної ртуті:



4. Систематичний аналіз йонів VI аналітичної групи.

Попередні випробування заключаються у визначенні кольору розчину та рН середовища. Йони VI аналітичної групи можна визначити дробним методом при проведенні відповідних реакцій щодо маскуванню йонів, які заважають визначенню. Систематичний аналіз ґрунтується на використанні групового реагенту а також на різній здатності йонів взаємодіяти з розчином натрій тіосульфату у кислому середовищі.

Досліди	Реагенти та техніка виконання	Аналітичний сигнал
Відокремлення йонів $\text{Hg}^{2+}$ та $\text{Cu}^{2+}$ у	До 10-15 крапель	Осад 1: містить $\text{HgS}$ , $\text{Cu}_2\text{S}$ , S

вигляді сульфідів.	аналізуемого розчину додати 1М. розчин сульфатної кислоти до рН = 2 та 5 крапель 2М. розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Нагріти до кипіння.	Розчин 1: містить $[\text{Cd}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{2-}$ , $\text{Co}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{S}^{2-}$ .
Відокремлення іонів $\text{Cu}^{2+}$ .	До осаду 1 при нагрівання додати 10 крапель 3М. розчину нітратної кислоти.	Осад 2: містить $\text{HgS}$ , $\text{S}$ . Розчин 2: містить $\text{Cu}^{2+}$ .
Визначення іонів $\text{Cu}^{2+}$ .	До розчину 2 додають декілька крапель $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ .	Спостерігають утворення бурого осаду.
Визначення іонів $\text{Hg}^{2+}$ .	Осад 2 обробляють при нагріванні сумішшю розчинів 2М. $\text{HCl}$ та 3% $\text{H}_2\text{O}_2$ у співвідношенні 1:3. З одержаним розчином проводять якісні реакції з $\text{KI}$ .	Спостерігають утворення червоного осаду.
Визначення іонів $\text{Co}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ .	Розчин 1 ділять на три частини і проводять якісні реакції: з нітрито $-\text{R}$ -сіллю (на $\text{Co}^{2+}$ );	Спостерігають:  червоне забарвлення;
	з діацетилдіоксимом (на $\text{Ni}^{2+}$ );	червоне забарвлення
	з сульфід-іонами (на $\text{Cd}^{2+}$ ).	осад жовтого кольору.

Систематичний хід аналізу суміші катіонів IV – VI аналітичних груп за кислотно-основною класифікацією.

У більшості випадків учбові аналітичні лабораторії для студентів фармацевтичних факультетів не мають достатньої кількості центрифуг, необхідних для відділення осаду від рідкої фази. Тому наведено спрощену схему аналізу без використання центрифуг.

### ***Попередні спостереження***

Аналізований розчин може бути безбарвним або забарвленим. За забарвленням досліджуваного розчину роблять попередній висновок про

наявність або відсутність у ньому тих або інших йонів.

### 1. Попередні випробування

Насамперед приступити до виявлення в розчині катіонів  $\text{Fe}^{2+}$ , які легко окиснюються киснем повітря з утворенням  $\text{Fe}^{3+}$ . Для цього використати реакцію з  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  при  $\text{pH} \approx 3$ . За наявності  $\text{Fe}^{2+}$  випадає осад синього кольору. Утворення осаду іншого кольору говорить про відсутність йонів  $\text{Fe}^{2+}$ .

### 2. Виявлення $\text{Fe}^{3+}$

Перевірити наявність  $\text{Fe}^{3+}$  реакцією з  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  при  $\text{pH} \approx 3$ . Йони  $\text{Fe}^{3+}$  з  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  утворюють осад  $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  темно-синього кольору. Утворення розчину синього або блакитного кольору свідчить про наявність слідів йонів  $\text{Fe}^{3+}$ , які утворюються в результаті окиснення йонів  $\text{Fe}^{2+}$ , присутніх в аналізованому розчині.

Далі провести проби на окремі групи йонів дією групових реагентів, а також виявити окремі катіони дробними реакціями в певній послідовності.

### 3. Виявлення $\text{Cr}^{3+}$ .

До 8 - 10 крапель досліджуваного розчину додати 4 - 5 крапель 3%-ного розчину пероксиду водню. Отриману суміш нагріти і додавати краплями при перемішуванні розчину 10 - 20 крапель  $\text{NaOH}$ ,  $c(\text{NaOH}) \approx 2$  моль/л.

Якщо при поступовому додаванні  $\text{NaOH}$  випадає осад, який у надлишку реагенту повністю розчиняється, то роблять висновок про присутність йонів четвертої групи. У розчині немає катіонів п'ятої та шостої аналітичних груп.

Якщо утворений осад у надлишку лугу помітно не розчиняється, то роблять висновок про можливу присутність йонів четвертої або шостої групи. Остаточний висновок про наявність або відсутність йонів четвертої групи можливий тільки після проведення характерних реакцій на йони цієї групи.

Звернути увагу на колір осаду і розчину, зробити на основі цих спостережень висновок про можливий склад аналізованого розчину. Так, наприклад, поява жовтого забарвлення розчину при дії пероксиду водню і надлишку лугу вказує на присутність у розчині катіонів  $\text{Cr}^{3+}$ . Для підтвердження висновку про присутність катіонів  $\text{Cr}^{3+}$  в окремій порції розчину проводять реакцію утворення надхромової кислоти.

### 3. Дія концентрованого розчину амоніаку. Виявлення $\text{Cu}^{2+}$ .

До 8 - 10 крапель вихідного розчину додають кілька кристалів амонію хлориду або амонію нітрату. Суміш нагрівають і додають до неї краплями при перемішуванні 25%-ний розчин  $\text{NH}_3$ .

Якщо при дії  $\text{NH}_3$  осад, що спочатку виділився, повністю розчиняється в надлишку реагенту, то роблять висновок: у розчині є катіони шостої групи. Крім того у розчині можуть бути йони  $\text{Zn}^{2+}$  або  $\text{Mg}^{2+}$ , які у присутності солей амонію осаду не утворюють. Інших йонів четвертої і п'ятої групи не може бути.

Дію концентрованого розчину  $\text{NH}_3$  можна використати для виявлення  $\text{Cu}^{2+}$ , а також для попередніх висновків про наявність інших катіонів шостої групи за кольором утвореного розчину. Поява інтенсивного синьо-фіолетового забарвлення свідчить про присутність йонів  $\text{Cu}^{2+}$ , синього (блакитного) забарвлення — про можливу присутність  $\text{Ni}^{2+}$ , жовтого забарвлення, що переходить у вишнево-червоне —  $\text{Co}^{2+}$ .

### 4. Виявлення $\text{Mn}^{2+}$ .

Йони  $\text{Mn}^{2+}$  виявляють реакцією окиснення до перманганат-іонів,



наприклад, дією натрій бісмутату чи  $\text{PbO}_2$  в азотнокислому середовищі.

### **5. Виявлення $\text{Co}^{2+}$ .**

У відсутності  $\text{Fe}^{3+}$  і  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$  легко виявляють реакцією з  $\text{NH}_4\text{SCN}$  або з  $\text{KSCN}$

### **6. Виявлення $\text{Ni}^{2+}$ .**

У відсутності йонів  $\text{Fe}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  виявляють реакцією з диметилгліоксимом у слабколужному середовищі.

### **7. Виявлення $\text{Bi}^{3+}$ .**

У відсутності йонів  $\text{Sb}^{3+}$  і  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$  легко виявляють реакцією відновлення  $\text{Bi}^{3+}$  до елементарного стану дією  $\text{SnCl}_2$  в лужному середовищі.

### **8. Виявлення $\text{Mg}^{2+}$ .**

Визначають йони  $\text{Mg}^{2+}$  реакцією з натрій гідрофосфатом.

### **9. Виявлення $\text{Bi}^{3+}$ .**

Йони  $\text{Bi}^{3+}$  визначають реакцією з  $\text{KI}$ .

### **10. Виявлення $\text{Co}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ .**

В одній порції розчину визначають  $\text{Co}^{2+}$  реакцією з 1-нітрозо-2-нафтол-3,6-дисульфонатом (тривіальна назва — нітрозо-R-сіль) або реакцією з надлишком тіоціанат-іонів. В іншій порції розчину визначають  $\text{Ni}^{2+}$  реакцією з диметилгліоксимом. У третій порції визначають  $\text{Cd}^{2+}$ .

### **11. Виявлення йонів Sn.**

До 8 - 10 крапель розчину додати 5 - 6 крапель розчину  $\text{HCl}$  й занурити у цей розчин шматочок заліза для відновлення  $\text{Sn(IV)}$  до  $\text{Sn}^{2+}$ . Через 2 - 3 хвилини залізо виймають, до розчину додають 2 - 3 краплі розчину  $\text{HgCl}_2$ . У присутності  $\text{SnCl}_2$  утворюється білий осад, що поступово чорніє.

### **12. Виявлення $\text{Zn}^{2+}$ .**

Провести одну з характерних реакцій, наприклад, до 8 - 10 крапель лужного розчину додати 2 - 3 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{S}$ . У присутності йонів  $\text{Zn}^{2+}$  утворюється білий осад.

### **13. Виявлення $\text{Al}^{3+}$ .**

На смужку фільтрувального паперу нанести 1 краплю аналізованого розчину, після чого відкрити йони  $\text{Al}^{3+}$  реакцією з алізарином.

Питання та вправи:

Чи можливе одночасне знаходження в розчині йонів:  $\text{Sn}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$  і  $\text{AsO}_4^{3-}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$  і  $\text{Hg}^{2+}$ ? Які висновки можна зробити при визначенні одного з цих йонів?

Які зміни набувають з катіонами  $\text{Sn}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{2+}$  при стоянні розчину? Які висновки можна зробити в ході попередніх спостережень на підставі кольору розчину?

Які катіони IV-VI аналітичних груп і якими реакціями можна визначити попередньо?

Чому  $\text{Fe}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$  треба визначати попередньо? На чому засновано попереднє визначення катіонів  $\text{Bi}^{3+}$  і  $\text{Sb}^{\text{III}}$ ,  $\text{Sb}^{\text{V}}$  ?

На чому засновано відділення катіонів IV аналітичної групи від катіонів V і VI аналітичних груп? В вигляді яких йонів вони знаходяться після відділення?

Як відокремлюють катіони  $\text{Al}^{3+}$  і  $\text{Sn}^{\text{IV}}$  від інших катіонів IV аналітичної групи?

Як розділяють катіони V і VI аналітичних груп?

На чому засновано відділення катіонів  $\text{Mg}^{2+}$  і  $\text{Mn}^{2+}$  в ході аналізу катіонів V аналітичної групи? Як змінюється ступінь окиснення марганцю в

процесі аналізу, яке це має значення?

Чому із суміші катіонів VI аналітичної групи при додаванні натрій тіосульфату в кислому середовищі осаджуються у вигляді сульфідів тільки катіони  $\text{Cu}^{2+}$  і  $\text{Hg}^{2+}$ ?

В чому розчиняються сульфіді Купруму(II) і Меркурію (II)? Як використовують в аналізі різницю в їх розчинності?

### **Тестові питання з бази даних «Крок 1. Фармація»**

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Яка спільна властивість сполук катіонів  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$  об'єднує їх в IV аналітичну групу (кисотно-основна класифікація)?

Амфотерність гідроксидів.

Нерозчинність солей у воді.

Добра розчинність деяких солей.

Розчинність гідроксидів в кислотах.

Розчинність гідроксидів в надлишку розчину аміаку.

2. До досліджуваного розчину додали надлишок 6М розчину натрій гідроксиду і 3% розчину гідроген пероксиду. Розчин при нагріванні забарвився в жовтий колір. Це свідчить про присутність в розчині:

Катіонів хрому (III).

Катіонів стануму (II).

Катіонів алюмінію.

Катіонів цинку.

Катіонів плумбуму.

3. У розчині присутні йони цинку й алюмінію. Вкажіть реагент, який дозволяє виявити в цьому розчині йони цинку:

Розчин калій гексаціаноферату (II).

Розчин натрій гідроксиду.

Кобальт нітрат  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ .

Надлишок 6М натрій гідроксиду у присутності пероксиду водню.

Розчин сульфатної кислоти.

4. Укажіть, для визначення якого йону IV аналітичної групи не використовують окислювально-відновні реакції:

$\text{Zn}^{2+}$ .

$\text{Sn}^{2+}$ .

$\text{Cr}^{3+}$ .

As (V).

As(III).

5. В якісному аналізі при дії надлишку групового реагенту NaOH на солі алюмінію утворюється:

Натрію гексагідроксоалюмінат.

Гідроксид алюмінію.

Натрію метаалюмінат.

Основні солі алюмінію.

Оксид алюмінію.

6. В якісному аналізі при певних умовах специфічним реагентом на катіони  $\text{Zn}^{2+}$  є розчин  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , утворюється білий осад складу:

$\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$

$\text{K}_2\text{Na}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

$\text{CuZn}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

$\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$



7. В якісному аналізі при дії надлишку групового реагенту (розчин натрій гідроксиду) на катіони IV аналітичної групи йони хрому (III) утворюють:

Натрій гексагідроксохромат(III).

Хром (III) гідроксид.

Хром (III) оксид.

Хром (II) гідроксид.

Хром (II) оксид.

8. До досліджуваного розчину додали концентрованої нітратної кислоти та кристалічний плюмбум(IV) оксид. Розчин набув малинового кольору. На присутність якого катіону вказує цей аналітичний ефект:

Мангану (II).

Бісмуту (III).

Феруму (III).

Хрому (III).

Стануму (II).

9. До досліджуваного розчину додали розчин амонію тіоціанату. Розчин забарвився в червоний колір. На присутність якого катіону вказує цей аналітичний ефект:

Феруму (III).

Меркурію (II).

Аргентуму.

Меркурію (I).

Плюмбуму (II).

10. Укажіть, які йони знаходяться в розчині, якщо при нагріванні його з (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> у присутності AgNO<sub>3</sub> розчин здобуває малинове забарвлення:

Mn<sup>2+</sup>.

Fe<sup>3+</sup>.

Fe<sup>2+</sup>.

Co<sup>2+</sup>.

Cu<sup>2+</sup>.

11. В якісному аналізі при певних умовах специфічним реагентом на катіони Fe<sup>3+</sup> є K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]. Якого кольору утворюється осад

Синього.

Білого.

Бурого.

Червоного.

Чорного.

12. Який катіон V аналітичної групи знаходиться в розчині, якщо при дії розчину станум(II) хлориду у лужному середовищі випадає чорний осад?

Бісмут (III).

Залізо(II).

Марганець (II).

Стибій(III).

Залізо(III).

13. В якісному аналізі специфічним реагентом на катіони Fe<sup>2+</sup> є:

K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>].

K<sub>2</sub>Na[Co(NO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>].

NaOH.

K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>].

NH<sub>3</sub>.

14. Аналітичним ефектом дії розчину K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] на йони феруму (III)

є:

Випадіння синього осаду.

Випадіння білого осаду.

Утворення осаду та його розчинення у надлишку реактиву.

Виділення бульбашок газу.

Поява характерного запаху.

15. До V аналітичної групи катіонів відносяться йони Mn<sup>2+</sup>. Якісною реакцією для цих катіонів є:

Окиснення в кислому середовищі.

Взаємодія з Fe<sup>3+</sup> в кислому середовищі.

Дія лугів.

Дія кислот.

Утворення нерозчинних комплексів.

16. Досліджуваний розчин лікарського препарату містить катіони магнію і алюмінію. За допомогою якого реагенту можна розділити вказані йони при аналізі цього препарату:

розчину лугу;

пероксиду водню в кислому середовищі;

розчин нітрату срібла;

пероксиду водню в аміачному середовищі;

розчину хлоридної кислоти.

17. При дії диметилгліоксиму на розчин, що містить катіони VI аналітичної групи (кислотно-основна класифікація) спостерігали малинове забарвлення. Який катіон обумовив цей аналітичний ефект?

Катіон ніколу (II).

Катіон гіддаргірму (II).

Катіон купруму (II).

Катіон кадмію (II).

Катіон кобальту (II).

18. Які катіони VI аналітичної групи (кислотно-основна класифікація) знаходяться в розчині, якщо при додаванні до нього розчину амоніаку спочатку спостерігається випадання блакитнувато-зеленого осаду, розчинного в надлишку реактиву з утворенням інтенсивно синього розчину:

Cu<sup>2+</sup>.

Ni<sup>2+</sup>.

Co<sup>2+</sup>.

Hg<sup>2+</sup>.

Cd<sup>2+</sup>.

19. В аналізованому розчині міститься NaCl і Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. У лабораторії їх ідентифікували. На відміну від NaCl, тільки Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> утворює червоний осад з:

розчином диметилгліоксиму;

розчином калій хлориду;

розчином срібла нітрату;

розчином натрій нітриту;

розчином калій тіоціанату.

20. Які йони з розчином калій йодиду утворюють оранжево-червоний осад, розчинний у надлишку реагенту з утворенням безбарвного розчину?

Hg<sup>2+</sup>;

Pb<sup>2+</sup>;

Mn<sup>2+</sup>;  
Ba<sup>2+</sup>;  
Ag<sup>+</sup>.

21. До розчину, що містить катіони V аналітичної групи (кислотно-основна класифікація), додали розчин калій йодиду. Випав чорний осад, розчинний в надлишку реагенту. Які катіони присутні в розчині:

Bi<sup>3+</sup>;  
Pb<sup>2+</sup>;  
Mn<sup>2+</sup>;  
Ba<sup>2+</sup>;  
Ag<sup>+</sup>.

22. У розчині, що містить катіони міді (II) і цинку, катіони міді можна визначити за допомогою надлишку реагенту:

6M розчину амоніаку;  
2M розчину сульфатної кислоти;  
6M розчину калій гідроксиду;  
2M розчину хлороводневої кислоти;  
2M розчину амонію карбонату.

23. Для виявлення йонів Co<sup>2+</sup> у присутності Fe<sup>3+</sup> для маскуванню йонів Fe<sup>3+</sup> до розчину додають:

фторид-іони;  
хлорид-іони;  
бромід-іони;  
нітрит-іони;  
сульфат-іони.

24. Досліджувана суміш містить катіони Mg<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>. За допомогою якого реактиву можна виявити йон Ni<sup>2+</sup> у цій суміші?

Диметилгліоксиму.  
Розчину амоніаку.  
1-нітросо-2-нафтолу.  
Магнезону-1.  
Алізарину.

25. В аналізованій суміші знаходяться йони феруму(III) і купрум(II). Дією якого групового реагенту можна розділити ці катіони:

Концентрованим розчином амоніаку.  
Розчином натрій гідроксиду і пероксидом водню.  
Розчином хлоридної кислоти.  
Розчином натрій гідроксиду.  
Розчином сірчаної кислоти.

Якісний аналіз аніонів

Класифікація аніонів (за здатністю утворювати малорозчинні сполуки, за окисно-відновними властивостями). Групові реагенти, особливість застосування групових реагентів при аналізі суміші аніонів.

В аналізі аніонів, подібно якісному аналізу катіонів, використовують групові реагенти, а всі аніони за здатністю утворювати нерозчинні у воді солі барію та срібла поділяють на три групи:

**Перша аналітична група аніонів** — груповий реагент BaCl<sub>2</sub> або Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. З аніонами першої аналітичної групи груповий реагент утворює солі барію, які не розчиняються у воді: SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>, B<sub>4</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>, IO<sub>4</sub><sup>-</sup>, IO<sub>3</sub><sup>-</sup>, AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup>, F<sup>-</sup>, CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> і Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>, а також деякі аніони органічних кислот: тартрат-аніони C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub><sup>2-</sup>, цитрат-аніони C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub><sup>3-</sup>.

Для другої аналітичної групи аніонів груповим реагентом є підкислений нітратною кислотою розчин  $\text{AgNO}_3$ , який утворює з аніонами другої аналітичної групи солі срібла, що не розчиняються не тільки у воді, але й у нітратній кислоті. Це йони:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ . Аніони першої аналітичної групи також утворюють осади солей срібла, які не розчиняються у воді, але ці солі розчинні у нітратній кислоті. Тому груповий реагент для другої аналітичної групи (підкислений нітратною кислотою розчин  $\text{AgNO}_3$ ) осаджує лише аніони другої аналітичної групи і не осаджує аніони першої аналітичної групи.

**Третя аналітична група аніонів** взагалі не має групового реагенту. Для аніонів третьої аналітичної групи солі барію та солі срібла розчинні у воді. Це такі аніони:  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ,  $\text{BrO}_3^-$ ,  $\text{ClO}_4^-$ , саліцилат-аніон. Аніони III групи у розчині безбарвні.

Більшість аніонів виявляють дробним методом (не виділяючи окремо кожен аналітичну групу). Тому групові реагенти застосовують тільки для виявлення груп аніонів, що позбавляє від необхідності у випадку негативної реакції з груповим реагентом шукати в розчині аніони відповідної групи.

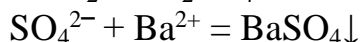
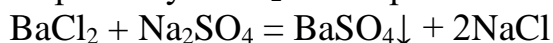
### ПРОФЕСІЙНА ОРІЄНТАЦІЯ СТУДЕНТІВ

Лікарські засоби, в більшості випадків, є складними органічними сполуками, які за природою є неелектролітами. Для покращення їх розчинення, засвоєння тощо часто доводиться перетворювати останні у солі: хлориди, броміди: тіамін хлорид ( $\text{B}_1$ ), тіамін бромід, папаверину гідрохлорид, дротаверину гідрохлорид і т.п. Кількісне визначення та ідентифікація таких засобів вимагають від аналітика знання хіміко-аналітичних властивостей ряду аніонів.

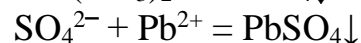
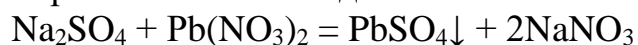
Аніони I аналітичної групи.

Реакції йонів  $\text{SO}_4^{2-}$

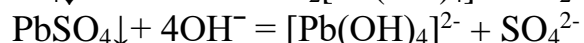
**Дослід 1.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{BaCl}_2$ . Утворюється білий осад:



**Дослід 2.** У пробірку налити 1 – 2 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , додати 1 - 2 краплі  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ . Утворюється білий осад:



Суміш розділити на 2 пробірки. В одну пробірку додати 10 – 15 крапель  $\text{HNO}_3$ , а в другу – додати 10 – 15 крапель розчину  $\text{NaOH}$  і нагріти. Звернути увагу, що осад  $\text{PbSO}_4$  розчиняється тільки в розчині  $\text{NaOH}$  і не розчиняється в нітратній кислоті (відмінність від інших аніонів першої аналітичної групи, для яких солі плюмбуму розчинні в нітратній кислоті):

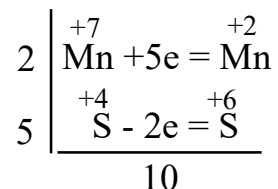
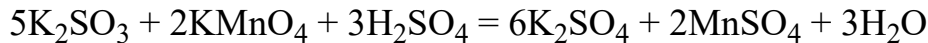


Реакції йонів  $\text{SO}_3^{2-}$

**Дослід 1.** У пробірку налити 1 – 2 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , додати 2 – 3 краплі  $\text{HCl}$ , нагріти, визначити наявність  $\text{SO}_2$  по запаху:

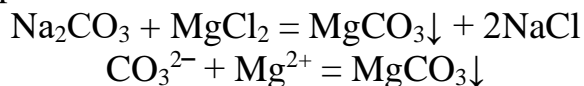


**Дослід 2.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , додати 2 - 3 краплі розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і 1 краплю розчину  $\text{KMnO}_4$ . Спостерігати знебарвлення розчину:

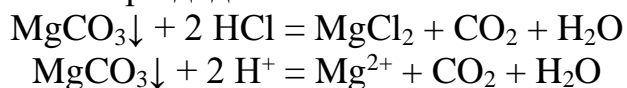


Реакції йонів  $\text{CO}_3^{2-}$

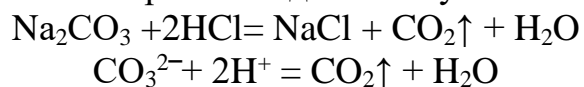
**Дослід 1.** У пробірку налити 1 – 2 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , додати 1 краплю  $\text{MgCl}_2$ . Утворюється білий осад:



Осад розчиняється при додаванні  $\text{HCl}$ :

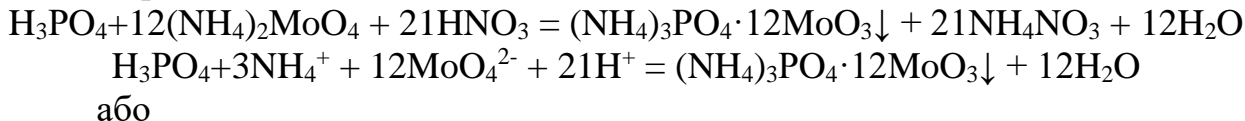


**Дослід 2.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , додати 1 – 3 краплі розчину  $\text{HCl}$ . Спостерігати виділення бульбашок газу  $\text{CO}_2$ :

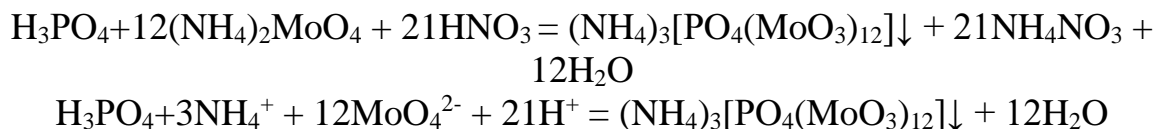


Реакції йонів  $\text{PO}_4^{3-}$

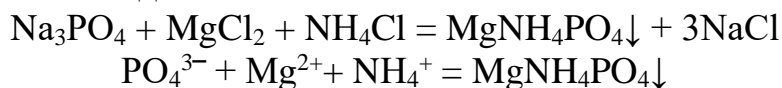
**Дослід 1.** У пробірку додати 1 – 2 краплі розчину  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , додати 6 – 7 крапель концентрованої  $\text{HNO}_3$ , 9 – 10 крапель концентрованого розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  і нагріти до температури  $\approx 40 - 50^\circ\text{C}$ . Спостерігати появу жовтого кольору розчину, а потім утворення жовтого осаду амонію фосфомолібдату, формулу якого різні автори записують не однаково:  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$  або  $(\text{NH}_4)_3[\text{PO}_4(\text{MoO}_3)_{12}]$ . Відповідно і рівняння реакції дещо відрізняються:



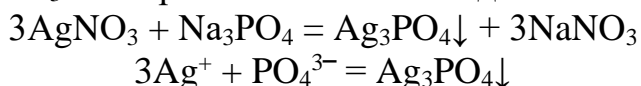
або



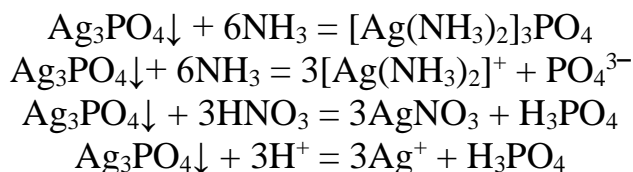
**Дослід 2.** У пробірку налити 1 – 2 краплі розчину  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ , додати по 1 краплі розчинів  $\text{NH}_3$  і  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , перемішати і додати 1 краплю розчину  $\text{MgCl}_2$ . Утворюється білий осад:



**Дослід 3.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ , додати 1 – 2 краплі розчину  $\text{AgNO}_3$ . Утворюється жовтий осад:



Суміш розділити на 2 пробірки. В одну додавати краплями розчин  $\text{NH}_3$  до розчинення осаду, в другу - додавати краплями розчин  $\text{HNO}_3$  до розчинення осаду:



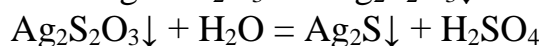
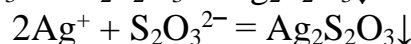
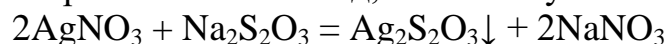
Отже, виявлення йонів  $\text{PO}_4^{3-}$  при дії реагенту  $\text{AgNO}_3$  не можна проводити в азотнокислому середовищі, а також у присутності  $\text{NH}_3$ , бо жовтий осад  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  у цих умовах не утворюється.

### Реакції йонів $S_2O_3^{2-}$

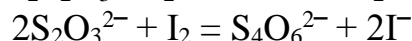
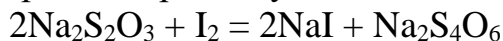
**Дослід 1.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $Na_2S_2O_3$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $HCl$ , перемішати, збовтуючи пробірку. Розчин мутніє та відчувається характерний запах горілої сірки:



**Дослід 2.** У пробірку налити 1 краплю розчину  $Na_2S_2O_3$  і 1 – 2 краплі розчину  $AgNO_3$ . Утворюється білий осад, який поступово чорніє:

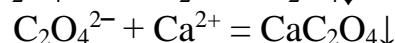
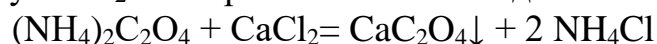


**Дослід 3.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $I_2$  додати краплями розчин  $Na_2S_2O_3$  до знебарвлення розчину  $I_2$ :

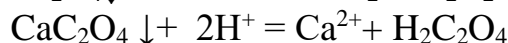
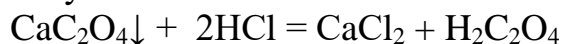


### Реакції йонів $C_2O_4^{2-}$

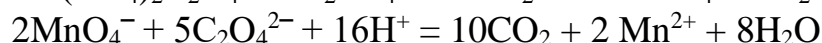
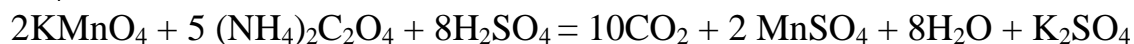
**Дослід 1.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $(NH_4)_2C_2O_4$ , додати 1 - 2 краплі розчину  $CaCl_2$ . Утворюється білий осад:



Осад розчиняється у  $HCl$ :

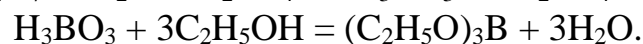
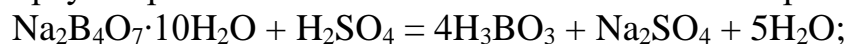


**Дослід 2.** У пробірку налити 3 - 5 крапель розчину  $(NH_4)_2C_2O_4$ , додати 3 - 5 крапель розчину  $H_2SO_4$  і 1 краплю розчину  $KMnO_4$ . Звернути увагу на те, що без нагрівання реакція практично не проходить, рожеве забарвлення  $KMnO_4$  не зникає. Розчин підігріти. Спостерігати знебарвлення розчину  $KMnO_4$ :

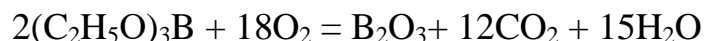


### Реакції йонів $B_4O_7^{2-}$

**Дослід 1.** У фарфорову чашку покласти декілька кристаликів  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ , додати 5 – 6 крапель концентрованої  $H_2SO_4$  і 10 – 20 крапель етилового спирту. Перемішати скляною паличкою. Рівняння реакцій:

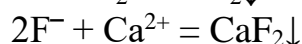
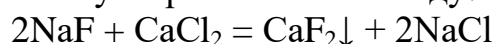


Підпалити спирт. Звернути увагу на те, що полум'я має характерне зеленувате забарвлення:

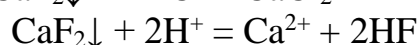
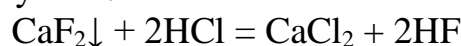


### Реакції йонів $F^-$

**Дослід 1.** У пробірку налити 2 – 3 краплі розчину  $NaF$ , додати 1 краплю розчину  $CaCl_2$ . Спостерігати утворення білого осаду:



Осад розчиняється у  $HCl$ :

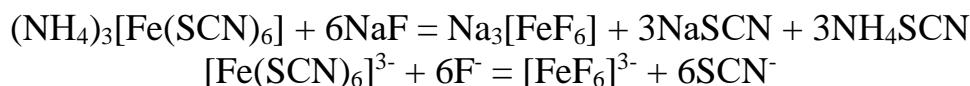
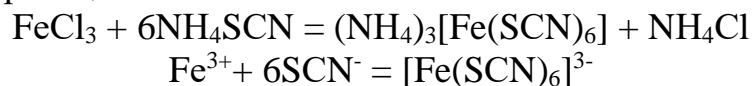


**Дослід 2.** У пробірку налити 1 краплю розчину  $FeCl_3$  і 1 краплю



розчину  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Червоний розчин розбавити в 2 – 3 рази водою і краплями додавати розчин  $\text{NaF}$  до знебарвлення розчину.

Рівняння реакцій:

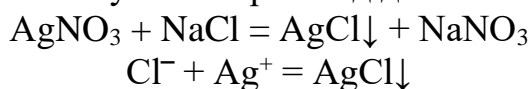


Комплексна сполука червоного кольору  $(\text{NH}_4)_3[\text{Fe}(\text{SCN})_6]$ , що утворилась спочатку, перетворюється у більш стійку безбарвну комплексну сполуку  $\text{Na}_3[\text{FeF}_6]$ . Тому розчин знебарвлюється.

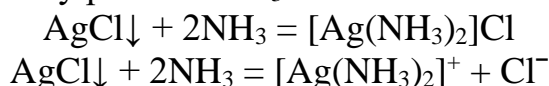
Аніони II аналітичної групи.

## Реакції йонів $\text{Cl}^-$

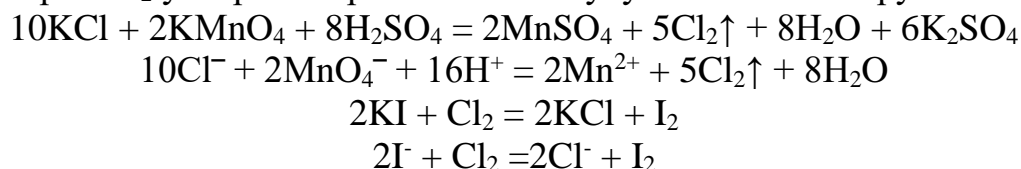
**Дослід 1.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{NaCl}$ , додати 3 – 5 крапель розчину  $\text{HNO}_3$  і 1 – 2 краплі розчину  $\text{AgNO}_3$ . Спостерігати утворення білого осаду  $\text{AgCl}$ , який поступово чорніє від дії світла (особливо сонячного):



Осад розчиняється у розчині  $\text{NH}_3$ :

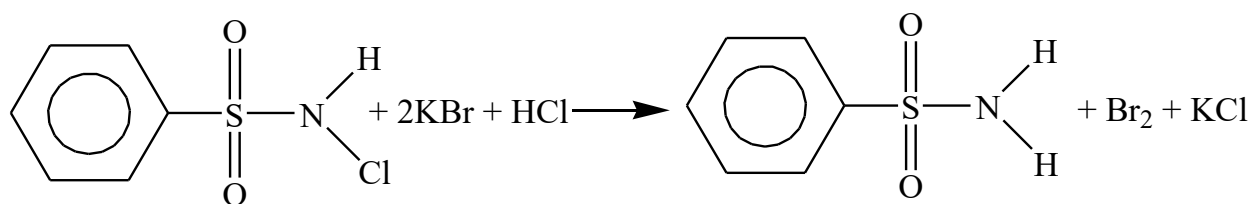


**Дослід 2.** У пробірку налити 1 – 2 краплі розчину  $\text{NaCl}$ , додати 3 - 5 крапель концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і 2 - 4 краплі розчину  $\text{KMnO}_4$ . Суміш обережно нагріти. Спостерігати знебарвлення розчину та утворення газоподібного хлору. Вільний хлор можна визначити за допомогою змоченого дистильованою водою йодкрохмального папірця (папірець синіє, молекулярний  $\text{I}_2$  утворює з крохмалем сполуку синього кольору):

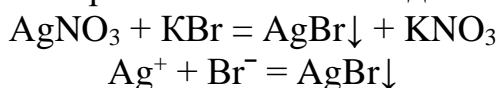


## Реакції йонів $\text{Br}^-$

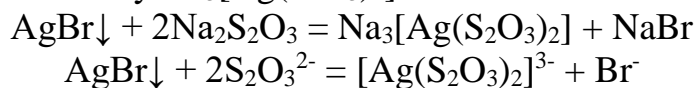
**Дослід 1.** У пробірку налити 2 – 3 краплі розчину  $\text{KBr}$ , додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{HCl}$  і стільки ж розчину хлораміну. До суміші додати 5 – 10 крапель органічного розчинника, збовтати суміш. Спостерігати появу жовто-бурого забарвлення органічного розчинника:



**Дослід 2.** У пробірку налити 5 – 10 крапель розчину  $\text{KBr}$ , додати 2 – 3 краплі розчину  $\text{AgNO}_3$ . Утворюється жовтий осад:

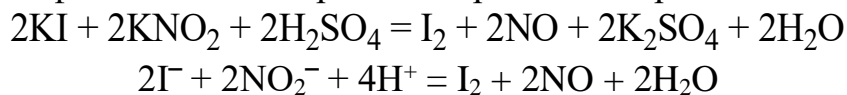


Суміш поділити на дві пробірки. В одній пробірці перевірити розчинність осаду в  $\text{NH}_3$ , а в другій – в  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Впевнитись у тому, що осад погано розчиняється в  $\text{NH}_3$  і добре розчиняється у  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  з утворенням тіосульфатного комплексу  $\text{Na}_3[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]$ .

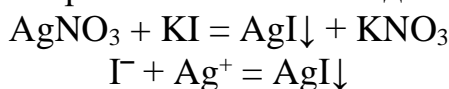


### Реакції йонів $\text{I}^-$

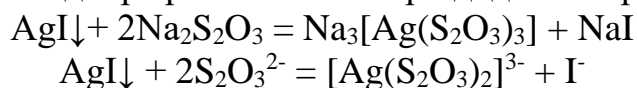
**Дослід 1.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{KI}$ , додати 5 – 10 крапель  $\text{KNO}_2$  і стільки ж розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Розчин у пробірці перемішати і додати 5 - 10 крапель органічного розчинника. Суміш збовтати. Спостерігати появу червоно-фіолетового забарвлення органічного розчинника:



**Дослід 2.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{KI}$ , додати 1 – 2 краплі розчину  $\text{AgNO}_3$ . Утворюється жовтий осад:

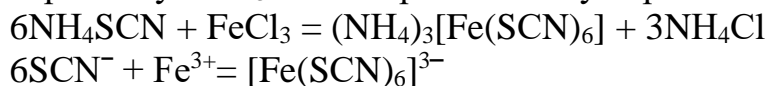


Суміш поділити на дві пробірки. В одній пробірці перевірити розчинність осаду в  $\text{NH}_3$ , а в другій – в  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Впевнитись у тому, що в  $\text{NH}_3$  осад не розчиняється і добре розчиняється при додаванні розчину  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .



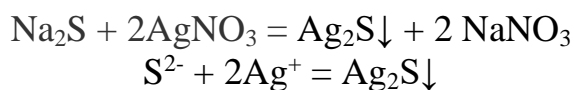
### Реакції йонів $\text{SCN}^-$

**Дослід 1.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , додати 1 краплю розчину  $\text{FeCl}_3$ . Спостерігати появу червоного забарвлення:

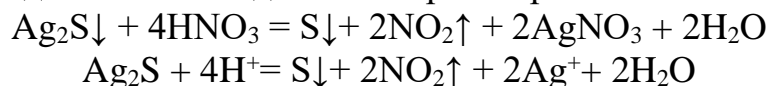


### Реакції йонів $\text{S}^{2-}$

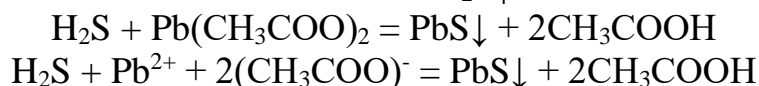
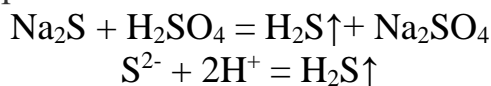
**Дослід 1.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{S}$  або  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  і додати стільки ж крапель розчину  $\text{AgNO}_3$ . Спостерігати утворення чорного осаду  $\text{Ag}_2\text{S}$ :



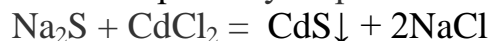
Осад розчиняється у  $\text{HNO}_3$  при нагріванні. Замість чорного осаду  $\text{Ag}_2\text{S}$  утворюється блідо-жовтий осад елементарної сірки  $\text{S}$ :

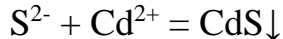


**Дослід 2.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{S}$  і додати 3 - 4 краплі розведеного розчину  $\text{HCl}$  або  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Відчувається характерний запах сірководню. До отвору пробірки піднести смужку фільтрувального паперу, просоченого розчином  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ . Спостерігати почорніння паперу внаслідок утворення чорного  $\text{PbS}$ :

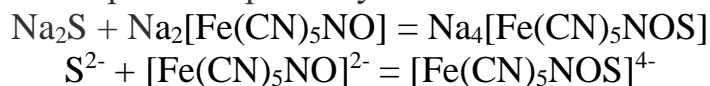


**Дослід 3.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $\text{Na}_2\text{S}$  і додати стільки ж крапель розчину  $\text{CdCl}_2$ . Спостерігати утворення жовтого осаду:





**Дослід 4.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $Na_2S$ , додати 3 - 5 крапель розчину  $NaOH$  і одну краплю розчину  $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ . Спостерігати появу фіолетового забарвлення розчину:

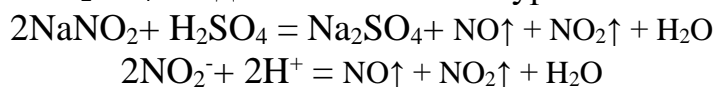


У кислому середовищі, що містить гідросульфід-іон  $HS^-$  (сірководнева вода, розчини гідросульфідів), зазначений комплекс у помітних кількостях не утворюється, фіолетове забарвлення не виникає (відміна  $S^{2-}$  від  $HS^-$ ).

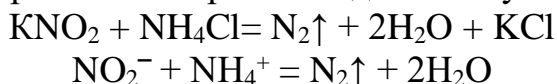
### Аніони III аналітичної групи.

Реакції йонів  $NO_2^-$

**Дослід 1.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $NaNO_2$  і додати 3 - 5 крапель розведеної  $H_2SO_4$ . Виділяється жовто-бурий газ:

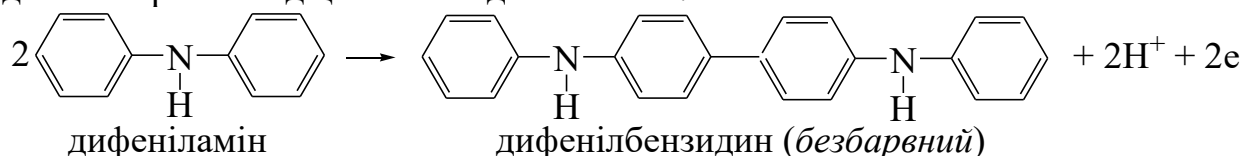


**Дослід 2.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $KNO_2$ , додати стільки ж розчину  $NH_4Cl$ . Нагріти. Спостерігати виділення бульбашок газу  $N_2$ :

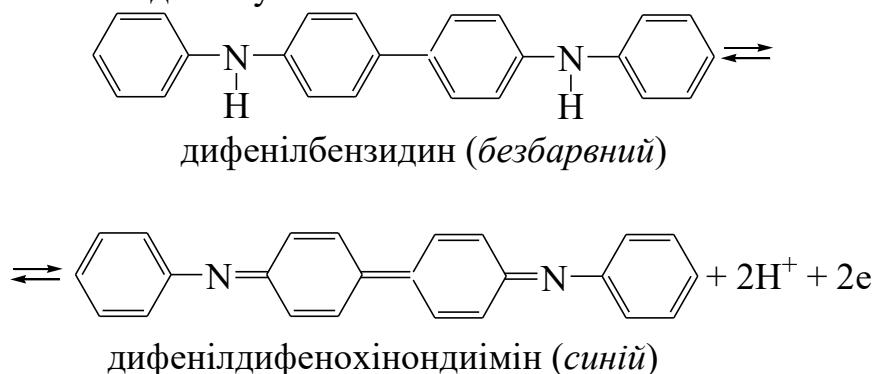


**Дослід 3.** У порцелянову чашку або на чисту суху скляну пластинку нанести 3 - 4 краплі розчину дифеніламіну в концентрованій сірчаній кислоті та краплю (або кристалик)  $NaNO_2$ . Спостерігати появу яскраво-синього забарвлення, яке через деякий час змінюється на буре, а потім — на жовте.

Нітрит-іони (а також інші сильні окисники) реагують з розчином дифеніламіну  $C_6H_5-NH-C_6H_5$  у концентрованій сірчаній кислоті у дві стадії. Спочатку відбувається незворотне окиснення дифеніламіну в дифенілбензидин. При цьому дві молекули дифеніламіну віддають окиснику два електрони і відщеплюють два йони  $H^+$ :



Потім відбувається оборотний процес окиснення молекул дифенілбензидину з утворенням забарвленого в синій колір дифенілдифенохінондиїміну.



За цим рівнянням оборотної реакції молекула дифенілбензидину віддає окиснику два електрони і відщеплює два йони  $H^+$ . Отже, для такої рівноважної системи зміщення рівноваги (за принципом Ле Шательє) відбувається за наявності в розчині якогось відновника або окисника, а саме:

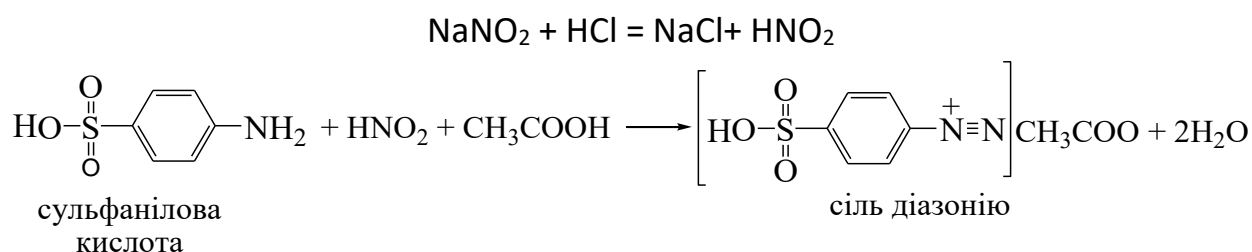
а) якщо до розчину дифенілбензидину додати відновник, який віддає

електрони, то рівновага (за принципом Ле Шательє) зміщується у бік утворення безбарвної сполуки дифенілбензидину; тому розчин не має забарвлення.

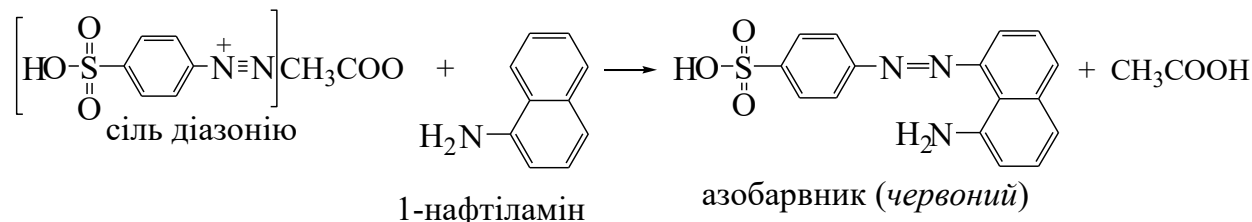
б) якщо до розчину дифенілбензидину додати окисник, який приєднує електрони, то рівновага зміщується у бік утворення дифенілдіфенохінондиїміну, сполуки синього кольору, розчин набуває синього забарвлення.

Утворений синій продукт окиснення дифеніламіну далі необоротно руйнується спочатку до продуктів реакції бурого кольору, а потім — жовтого кольору. Природа цих продуктів реакції поки точно не встановлена. У відповідності зі сказаним при стоянні синьої суміші її забарвлення поступово змінюється спочатку на буре, а потім — на жовте.

**Дослід 4.** Реакція Грісса. На скляну пластинку нанести 1 - 2 краплі розчину  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{HCl}$  і краплю розчину  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , перемішати скляною паличкою. Потім додати краплю розчину сульфанілової кислоти і краплю розчину 1-нафтіламіну (реактив Грісса-Ілошва), перемішати скляною паличкою. Спостерігати появу яскраво-червоного забарвлення внаслідок утворення відповідного азобарвника:

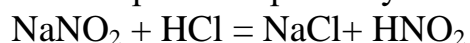


Далі сіль діазонію вступає в реакцію азосполучення з 1-нафтіламіном, утворюючи азобарвник червоного кольору:

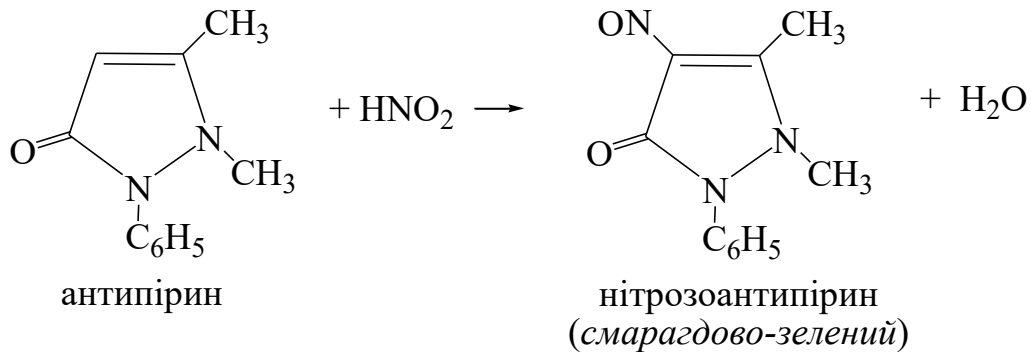


Тому розчин стає червоним. Це одна з найбільш чутливих реакцій на нітрит-іони. Слід запам'ятати, що нітрат-іони  $\text{NO}_3^-$  аналогічної реакції з реактивом Грісса не дають. Тому за допомогою реактиву Грісса можна визначати нітрит-іони у присутності решти аніонів третьої аналітичної групи.

**Дослід 5.** У пробірку перенести 4 - 5 крапель розчину  $\text{NaNO}_2$ , додати стільки ж крапель розчину антипірину і 1 краплю розчину  $\text{HCl}$ . Перемішати розчин, обережно струшуючи пробірку. Спостерігати появу смарагдово-зеленого забарвлення розчину:



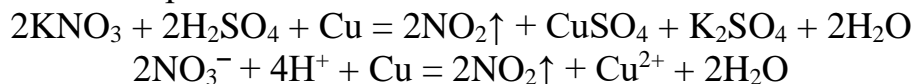
$\text{HNO}_2$ , яка утворюється з нітрит-іонів у кислому середовищі, взаємодіє з антипірином, утворюючи нітрозоантипирин, який забарвлює розчин у смарагдово-зелений колір:



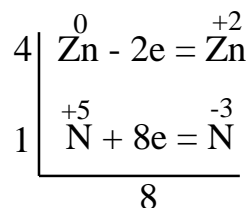
Нітрат-іони  $\text{NO}_3^-$  також можуть реагувати з антипірином, утворюючи іншу сполуку — нітроантипірін яскраво-червоного кольору. Тому, якщо аналізований розчин містить і нітрит-іони, і нітрат-іони, то після проведення реакції з антипірином розчин матиме відтінки забарвлення від зеленого до червоного, яке залежить від співвідношення кількості іонів  $\text{NO}_2^-$  та  $\text{NO}_3^-$ .

## Реакції іонів $\text{NO}_3^-$

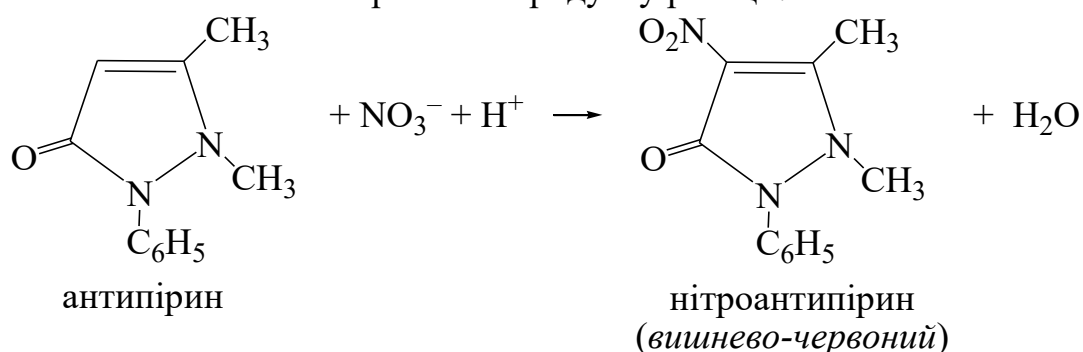
**Дослід 1.** У пробірку налити 2 – 3 краплі розчину  $\text{KNO}_3$ , додати 5 – 10 крапель концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . У суміш занурити мідну дротину. Обережно нагріти пробірку. Спостерігати утворення бурого газу та забарвлення розчину у синій колір:



**Дослід 2.** У пробірку налити 2 – 3 краплі розчину  $\text{NaNO}_3$ , додати 10 – 15 крапель концентрованого розчину  $\text{NaOH}$ . У суміш занурити 1 гранулу металічного  $\text{Zn}$ . Нагріти. Утворюється газ  $\text{NH}_3$  з характерним різким запахом:



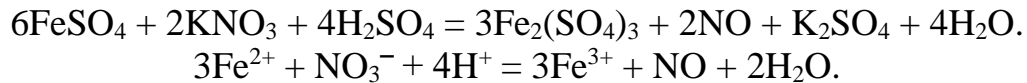
**Дослід 3.** У пробірку налити 2 - 3 краплі розчину  $\text{NaNO}_3$ , додати 2 - 3 краплі розчину антипірину і обережно додати 12 - 15 крапель концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$  при струшуванні пробірки. Спостерігати вишнево-червоне забарвлення продукту реакції:



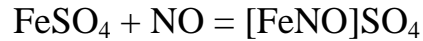
**Дослід 4.** На поверхню скляної пластинки нанести краплю розчину  $\text{NaNO}_3$ , до якої додати кристалик  $\text{FeSO}_4$ , а поверх нього — краплю концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Спостерігати утворення навколо кристалу бурої

плями.

Нітрат-іони з  $\text{FeSO}_4$  у середовищі концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$  утворюють сполуку  $[\text{FeNO}]\text{SO}_4$ , яка має бурий колір. Процес проходить у дві стадії. Спочатку невелика частина ферум(II) сульфату реагує нітрат-іонами за таким рівнянням:



Утворений продукт реакції (NO) реагує з рештою ферум(II) сульфату утворюючи буро-коричневу сполуку  $[\text{FeNO}]\text{SO}_4$  за таким рівнянням:



Реакцію з утворенням такої самої сполуки дають і нітрит-іони. Тому не можна відкрити цією реакцією нітрат-іони у присутності нітрит-іонів.

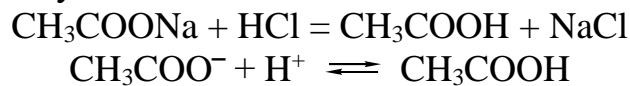
Реакції аніонів органічних кислот

### ПРОФЕСІЙНА ОРІЄНТАЦІЯ СТУДЕНТІВ

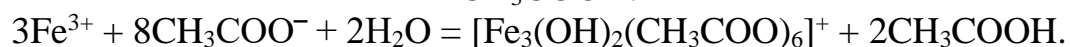
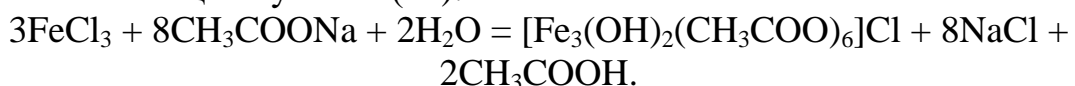
Аніони органічних кислот входять у склад численних лікарських засобів, як у формі активної діючої так і у формі наповнювачів. Реакції тотожності лікарських засобів вимагають проведення характерних реакцій на окремі функціональні групи (у випадку речовин-неелектролітів) чи окремі йони (в тому числі аніони). Для виконання таких реакцій необхідно знати специфічні умови їх виявлення у сумішах: кислотність середовища, наявність органічних розчинників, способи виділення.

### Реакції ацетат-йонів.

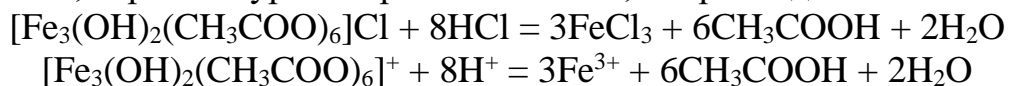
**Дослід 1.** У пробірку налити 3 – 5 крапель розчину  $\text{CH}_3\text{COONa}$ , додати стільки ж крапель розчину  $\text{HCl}$ , нагріти до кипіння. Відчувається характерний запах оцту:



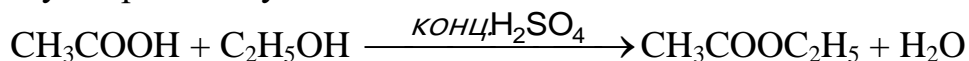
**Дослід 2.** У пробірку налити 6 - 7 крапель розчину  $\text{CH}_3\text{COONa}$  і додати 2 - 3 краплі розчину  $\text{FeCl}_3$ . Звернути увагу на появу червоно-бурого забарвлення розчину. Обережно нагріти до кипіння. Випадає червоно-бурий осад основного ацетату заліза(III):



При додаванні розведених мінеральних кислот комплексні катіони руйнуються, червоно буре забарвлення зникає, наприклад:

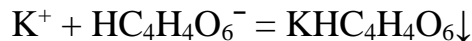
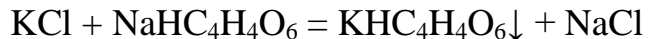


**Дослід 3.** У пробірку налити 4 - 5 крапель концентрованого розчину  $\text{CH}_3\text{COONa}$ , стільки ж крапель концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 1 - 2 краплі розчину  $\text{AgNO}_3$  (каталізатор) і 4 - 5 крапель етанолу. Нагріти до кипіння. Відчувається характерний фруктовий запах етилацетату, який підсилюється при обережному нагріванні суміші:



### Реакції гідротартрат-йонів.

**Дослід 1.** У пробірку налити 4 - 5 крапель розчину  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ , додати стільки ж крапель розчину  $\text{KCl}$ . Охолодити пробірку холодною водою, а стінки пробірки в середині розчину потерти скляною паличкою. Спостерігати утворення білого кристалічного осаду:



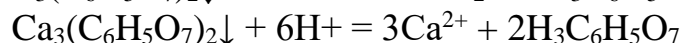
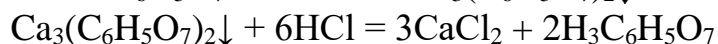
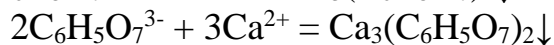
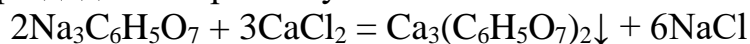
Реакція йде краще у присутності ацетат-іонів. Для зменшення розчинності осаду в суміш додають етиловий спирт.

**Дослід 2.** Реакція з резорцином. У пробірку налити 3 - 5 крапель розчину  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ , та 3 - 4 краплі концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , додати кілька кристаликів резорцину і обережно нагріти пробірку. Спостерігати через ~30 секунд появу вишнево-червоного забарвлення розчину.

Дослід 3. До 15 - 20 крапель водного розчину  $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  додати 1 - 2 краплі ~1% розчину  $\text{FeSO}_4$  і 1 - 2 краплі ~10% розчину  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Спостерігати жовте забарвлення розчину, яке поступово зникає (протягом 1 - 5 хвилин). До майже безбарвного розчину додавати по краплях 2 М. розчин  $\text{NaOH}$  до появи інтенсивного блакитного забарвлення розчину.

### Реакції цитрат-іонів.

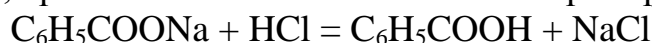
**Дослід 1.** У пробірку налити 5 - 7 крапель розчину  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ , додати стільки ж крапель розчину  $\text{CaCl}_2$ . Звернути увагу на те, що розчин залишається прозорим. Прозорий розчин у пробірці нагріти до кипіння. Спостерігати помутніння розчину і утворення білого осаду, який розчиняється при додаванні розчину  $\text{HCl}$ :



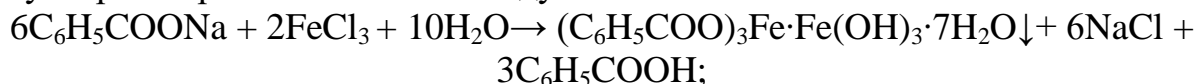
**Дослід 2.** У пробірку налити 3 - 5 крапель розчину  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ , додати стільки ж крапель оцтового ангідриду й обережно нагріти суміш. Спостерігати через хвилину поступову появу червоного забарвлення.

### Реакції бензоат-іонів.

**Дослід 1.** У пробірку налити 5 - 10 крапель розчину  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COONa}$ , додати стільки ж крапель розчину  $\text{HCl}$ . Спостерігати утворення нерозчинної бензойної кислоти, кристалики якої плавають на поверхні розчину:



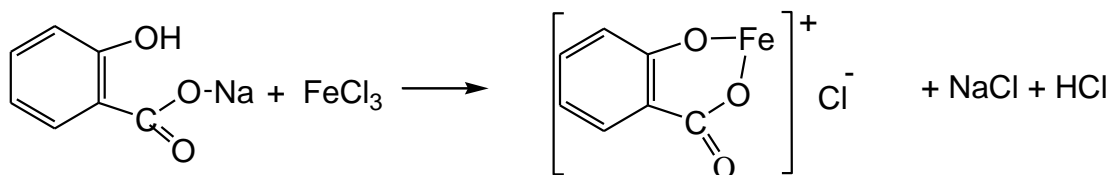
**Дослід 2.** У пробірку налити 5 - 6 крапель нейтрального розчину  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COONa}$  і додавати повільно, по краплях при перемішуванні розчин  $\text{FeCl}_3$  до утворення рожево-жовтого осаду:



Якщо реакцію проводити в кислому середовищі, то осад не утворюється, тому що основна сіль розчинна в кислотах, а малорозчинна бензойна кислота може випасти в осад. Якщо реакцію проводити в лужному середовищі, то з розчину буде випадати бурий осад гідроксиду заліза(III).

### Реакції саліцилат-іонів.

**Дослід 1.** У пробірку налити 5 - 6 крапель розчину, що містить саліцилат-іони, додати 1 краплю розчину  $\text{FeCl}_3$ . Спостерігати появу синьо-фіолетового (або червоно-фіолетового) забарвлення розчину:



До розчину додавати краплями HCl до зникнення синьо-фіолетового(або червоно-фіолетового) забарвлення.

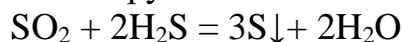
### Особливі випадки в аналізі аніонів.

Серед особливих випадків в аналізі аніонів найбільш характерним є аналіз теоретично можливої суміші  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ . Для визначення  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$  при їх спільній присутності необхідно проводити систематичний хід тому, що вказана вище суміш аніонів може існувати лише у лужному розчині.

Якщо до такої суміші за методиками якісного аналізу аніонів додати сильну кислоту, наприклад HCl, то відбудуться такі хімічні реакції:



Утворені  $\text{H}_2\text{S}$  і  $\text{SO}_2$  реагують між собою з утворенням дисперсної вільної сірки блідо-жовтого кольору:



У залежності від співвідношення компонентів буде утворюватись жовтуватий осад вільної сірки, а також  $\text{SO}_2$  (у випадку надлишку йонів  $\text{SO}_3^{2-}$ ) або  $\text{H}_2\text{S}$  (у випадку надлишку йонів  $\text{S}^{2-}$ ). Отже, якщо в суміші йонів  $\text{SO}_3^{2-}$  та  $\text{S}^{2-}$  буде надлишок йонів  $\text{SO}_3^{2-}$ , то підкислення такого розчину дасть ефект, який подібний до реакції на йони  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  (осад вільної сірки і газ  $\text{SO}_2$ ), і буде зроблено помилковий висновок про наявність в аналізованому розчині йонів  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ . Якщо досліджуваний розчин буде містити суміш йонів  $\text{SO}_3^{2-}$  і  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , то при підкисненні будуть утворюватись ті ж самі продукти, що і для йонів  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ . При цьому буде допущена помилка: «неповідкриття» йонів  $\text{SO}_3^{2-}$ .

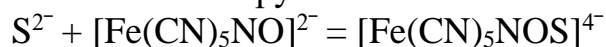
У присутності йонів  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  або  $\text{S}^{2-}$  і  $\text{SO}_3^{2-}$  важко визначити  $\text{SO}_4^{2-}$ , через те, що в ході аналізу при підкисненні розчину та дії групового реагенту  $\text{BaCl}_2$  утворюється майже білий осад сірки, який схожий на осад  $\text{BaSO}_4$ . Отже, для якісного аналізу сульфуровмісних аніонів потрібно використовувати систематичний аналіз, який передбачає певну послідовність виконання дослідів.

### Систематичний аналіз сульфуровмісних йонів $\text{S}^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{SO}_4^{2-}$ .

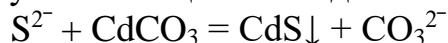
Систематичний аналіз передбачає наступну послідовність аналітичних досліджень:

1. Виявлення та відокремлення йонів  $\text{S}^{2-}$ .

До окремої порції досліджуваного розчину додають розчин NaOH та розчин натрій нітропрусиду. У присутності йонів  $\text{S}^{2-}$  утворюється комплексна сполука червоно-фіолетового кольору:



У випадку позитивної реакції на йони  $\text{S}^{2-}$  із окремої порції розчину видаляють  $\text{S}^{2-}$ , додаючи суспензію щойно осадженого  $\text{CdCO}_3$ :

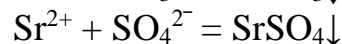
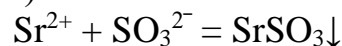


Утворений осад CdS разом з надлишком нерозчинного  $\text{CdCO}_3$  відділяють центрифугуванням. У центрифугаті залишаються, ймовірно, йони  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ , наявність чи відсутність яких визначають у наступних дослідях.



2. Розділення йонів  $S_2O_3^{2-}$ ,  $SO_3^{2-}$  та  $SO_4^{2-}$ .

До центрифугату, одержаного після відділення йонів  $S^{2-}$ , додають розчин солі стронцію. При цьому утворюються осади  $SrSO_4$  та  $SrSO_3$  (іони  $S_2O_3^{2-}$  залишаються у розчині):



Осад відокремлюють центрифугуванням, у центрифугаті визначають йони  $S_2O_3^{2-}$ .

3. Виявлення йонів  $SO_4^{2-}$  та  $SO_3^{2-}$ .

До осаду, одержаного від реакції із сіллю стронцію, додають 2М розчин  $HCl$ :



Неповне розчинення осаду свідчить про присутність у розчині йонів  $SO_4^{2-}$  (відомо, що  $SrSO_4$  не розчиняється у  $HCl$ ). Осад відокремлюють центрифугуванням і не аналізують. Для виявлення йонів  $SO_3^{2-}$  до центрифугату, одержаного після відокремлення осаду  $SrSO_4$ , додають розчин йоду. Якщо присутні йони  $SO_3^{2-}$ , то спостерігається знебарвлення розчину йоду.

Виявлення йонів  $S_2O_3^{2-}$ .

До окремої порції центрифугату, одержаного після відділення осадів  $SrSO_4$  та  $SrSO_3$ , додають 2М розчин  $HCl$ . Поступове утворення жовтувато-білої каламуті (вільна сірка  $S$ ) вказує на присутність йонів  $S_2O_3^{2-}$



Паралельно, щоб упевнитись у наявності йонів  $S_2O_3^{2-}$ , до окремої порції центрифугату, одержаного після відокремлення  $SrSO_4$ , додають розчин йоду. Знебарвлення розчину йоду підтверджує присутність йонів  $S_2O_3^{2-}$ .

### **Аналіз суміші йонів $Cl^-$ , $Br^-$ , $I^-$ .**

Виявлення галогенід-йонів при їх спільній присутності вимагає систематичного ходу аналізу через те, що ці йони однаково реагують з йонами срібла. Якісний аналіз суміші йонів  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $I^-$  рекомендується проводити у такій послідовності:

1. Виявлення йонів  $Cl^-$ .

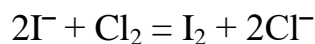
До окремої порції вихідного розчину додають підкислений розчин  $HNO_3$ . При цьому утворюються осади галогенідів срібла. До осаду додають 12% розчин  $(NH_4)_2CO_3$ , в якому розчиняється лише  $AgCl$ . Такий ефект пояснюється тим, що  $(NH_4)_2CO_3$  гідролізує у розчині, утворюючи обмежену кількість  $NH_3$ , яка достатня лише для розчинення  $AgCl$ .

Осад решти галогенідів срібла відокремлюють центрифугуванням і не аналізують.

До центрифугату додають розчин  $HNO_3$ . Утворення білого сирнистого осаду свідчить про присутність йонів  $Cl^-$ .

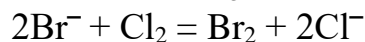
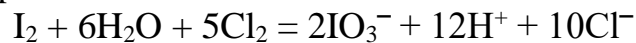
2. Виявлення йонів  $Br^-$  та  $I^-$ .

До окремої порції вихідного розчину, який підкисляють 1М розчином  $H_2SO_4$ , додають хлороформ та по краплям хлорну воду. Червоно-фіолетове забарвлення хлороформного шару свідчить про присутність йонів йоду. Йони йоду є більш сильним відновником, ніж йони бром, тому спочатку окислюються йони йоду:



При подальшому додаванні хлорної води, червоно-фіолетове забарвлення органічного розчинника зникає внаслідок окиснення  $I_2$  до йонів  $IO_3^-$ , які добре розчиняються у воді, а хлороформ забарвлюється вільним бромом у

жовтогарячий колір:



### **Аналіз суміші йонів $\text{NO}_3^-$ і $\text{NO}_2^-$ .**

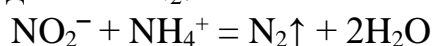
Нітрит-йони заважають виявленню нітрат-йонів, бо в реакціях з відновниками ( $\text{FeSO}_4$ , дифеніламін тощо) їх аналітичні ефекти подібні. Тому якісний аналіз розчину, який може містити йони  $\text{NO}_3^-$  і  $\text{NO}_2^-$  рекомендується вести у такій послідовності:

#### 1. Виявлення йонів $\text{NO}_2^-$ .

Окрему порцію вихідного розчину підкисляють розчином розведеної  $\text{HCl}$ , додають кристалічний антипірін. Смарагдово-зелене забарвлення свідчить про присутність йонів  $\text{NO}_2^-$ . Йони  $\text{NO}_3^-$  не заважають виявленню йонів  $\text{NO}_2^-$  з цим реагентом.

#### 2. Видалення йонів $\text{NO}_2^-$ .

До окремої порції вихідного розчину додають кристалічний  $\text{NH}_4\text{Cl}$  і нагрівають до повного видалення  $\text{N}_2$ :



Повноту видалення йонів  $\text{NO}_2^-$  перевіряють реакцією з калій йодидом у кислому середовищі.

#### 3. Виявлення йонів $\text{NO}_3^-$ .

На розчин, одержаний після видалення йонів  $\text{NO}_2^-$ , діють розчином  $\text{FeSO}_4$  у присутності концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Поява бурого кільця свідчить про присутність йонів  $\text{NO}_3^-$ :

Проведенню реакції заважають йони  $\text{I}^-$ ,  $\text{Br}^-$ , через те, що вони окислюються концентрованою  $\text{H}_2\text{SO}_4$  до  $\text{I}_2$  і  $\text{Br}_2$ . Тому їх попередньо вилучають дією хлорної води у присутності  $\text{HCl}$  при кип'ятінні до повного видалення.

Наведені вище приклади якісного аналізу складних сумішей у фармацевтичній практиці зустрічаються рідко. При аналізі лікарської сировини, субстанцій, лікарських форм, об'єктів судово-медичної експертизи визначають наявність лише декількох певних наперед відомих йонів, уміст яких треба проконтролювати. В аналізі лікарських засобів та субстанцій найчастіше треба визначити в одному зразку хлориди, сульфати та деякі інші аніони.

Питання та вправи:

Як поділяють аніони на групи за розчинністю солей барію та срібла?

Як поділяють аніони за окисно-відновними властивостями?

Як застосовують окисно-відновні властивості аніонів в аналізі суміші аніонів?

Чому пробу на аніони I аналітичної групи з  $\text{BaCl}_2$  виконують у нейтральному або слабколужному середовищі?

Чи свідчить негативна проба з  $\text{BaCl}_2$  про відсутність усіх аніонів I групи?

Які висновки можна зробити на підставі розчинності барієвих солей аніонів I групи?

Чому пробу на аніони II аналітичної групи з  $\text{AgNO}_3$  виконують в азотнокислому середовищі?

Які реакції, в якій послідовності та з якими зовнішніми ефектами перебігають при додаванні хлорної води краплями до підкисленого розчину, що містить аніони  $\text{I}^-$  та  $\text{Br}^-$  у присутності бензолу чи хлороформу?

Яку інформацію про присутність або відсутність аніонів можна

получити на підставі значення рН водного розчину?

Наявність яких аніонів можна виключити в кислому середовищі?

Як визначити нітрит- і нітрат-аніони при їх сумісній присутності у розчині?

Як можна визначити йодид- і тіоціонат-аніони при їх сумісній присутності в розчині?

Чи можливо визначити хлорною водою йодид- і бромід-іони при їх сумісній присутності в розчині? В якій послідовності буде проходити окиснення вказаних йонів?

Як проаналізувати наступні суміші аніонів I-III аналітичних груп:

$\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ;

$\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ ;

$\text{AsO}_4^{3-}$ ,  $\text{AsO}_3^{3-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ;

$\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ;

$\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ .

Складіть схему аналізу і напишіть рівняння реакцій відкриття наступних сумішей аніонів:

$\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{I}^-$ ;

$\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ;

$\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{I}^-$ ;

$\text{Cl}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ;

$\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ;

$\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ;

$\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ;

$\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ;

$\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ .

Аналіз суміші катіонів й аніонів.

Попередні дослідження «Содова витяжка», її призначення в аналізі суміші катіонів й аніонів, умови виконання.

1.6.7. Аналіз сполуки невідомого складу.

Загальні етапи аналізу сполуки невідомого складу.

## **Аналіз сухої солі.**

### **Перевірка розчинності у воді.**

У пробірку помістити декілька кристаликів солі, додати  $\approx 1 - 2$  мл дистильованої води. Суміш акуратно перемішати скляною паличкою і спостерігати, чи розчиняються кристали. Якщо в холодній воді кристали не розчиняються пробірку підігріти. За результатами такої перевірки можливі два варіанти:

сіль розчиняється у воді (див. далі пункт "Аналіз речовини, яка розчинилась у воді");

сіль у воді не розчиняється. Тоді перевіряють розчинність солі у розчині  $\text{CH}_3\text{COOH}$  і, якщо сіль не розчиняється, то наступну порцію солі (1 – 2 кристалики) пробують розчинити у  $\text{HCl}$ . Якщо розчинення не відбувається, то беруть концентровані кислоти, розчин  $\text{NaOH}$ , розчин амоніаку тощо.

### **Аналіз речовини, яка розчинилась у воді.**

У пробірку поміщають приблизно 0,1г солі, додають 4 – 5мл дистильованої води і збовтують до повного розчинення речовини. Звертають увагу на колір утвореного розчину (забарвлені розчини можуть містити

катиони міді, заліза, ніколу, хрому, кобальту; аніони перманганату, хромату, дихромату тощо).

Перевіряють за допомогою універсального індикатора, яке середовище має розчин. Якщо реакція середовища кисла, то робиться припущення, що сіль містить у своєму складі катиони слабкої основи та аніони сильної кислоти. За рахунок гідролізу такої солі розчин має кислу реакцію.

Якщо реакція середовища лужна, то робиться припущення, що сіль містить у своєму складі катиони сильної основи та аніони слабкої кислоти. За рахунок гідролізу такої солі розчин має лужну реакцію.

Нейтральне середовище розчину можливе у двох випадках:

а) сіль містить катиони сильної основи, аніони сильної кислоти, наприклад,  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{BaBr}_2$ ;

б) сіль містить катиони слабкої основи і аніони слабкої кислоти, наприклад,  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ .

### **Визначення катіонів.**

У пробірку налити 2 – 3 краплі розчину, що аналізується, і стільки ж розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Якщо осад утворився, то послідовно перевіряють наявність йонів II, III, IV, V чи VI групи (див наступні підрозділи).

Якщо ж осад не утворився, то роблять такий висновок: сіль не містить катіонів, які утворюють осади з  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (катиони другої, третьої, четвертої, п'ятої та шостої групи). Можуть бути лише катиони першої аналітичної групи. У цьому випадку спочатку в окремій пробі розчину перевіряють наявність йонів амонію (додають розчин  $\text{NaOH}$ , нагрівають і по запаху пересвідчуються в наявності чи відсутності йонів  $\text{NH}_4^+$ ). Якщо немає йонів амонію, то в окремих порціях розчину відомими характерними реакціями перевіряють наявність йонів Калію або Натрію.

### **Перевірка наявності катіонів II аналітичної групи.**

Якщо при дії  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  утворювався осад, то у чисту пробірку наливають 3 – 5 крапель розчину, що аналізується, і додають 1 – 2 краплі розчину  $\text{HCl}$ . Якщо утворюється осад, роблять висновок про наявність катіонів II аналітичної групи. Ці катиони визначають за допомогою відповідних характерних аналітичних реакцій.

### **Перевірка наявності катіонів III аналітичної групи.**

Якщо попередні проби показали відсутність у розчині катіонів I та II аналітичних груп, то проводять групову реакцію на катиони III аналітичної групи. Для цього до 3 – 5 крапель розчину, що аналізується, додають стільки ж крапель розчину сульфатної кислоти і етилового спирту. Утворення осаду вказує на присутність катіонів III аналітичної групи, які визначають за допомогою відповідних характерних реакцій. Спочатку за допомогою натрій родизонату визначають наявність йонів Барію чи Стронцію. Якщо вказані йони не знайдені, то проводять визначення йонів Кальцію: відсутність осаду при дії калій хромату, утворення осаду при дії  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

### **Перевірка наявності катіонів IV аналітичної групи.**

Якщо досліди з попередніх підрозділів дали негативні результати, то у пробірку наливають 3 – 5 крапель розчину, що аналізується, додають краплями при перемішуванні розчин  $\text{NaOH}$ . Якщо спочатку утворюється осад, який розчиняється у надлишку  $\text{NaOH}$ , роблять висновок про наявність катіонів IV аналітичної групи.

Після цього визначають за допомогою відповідних аналітичних реакцій

можливий катіон IV аналітичної групи.

### **Перевірка наявності катіонів V чи VI аналітичних груп**

Якщо у надлишку NaOH осад не розчиняється, роблять висновок про наявність катіонів V чи VI аналітичної групи. Тоді в окремій пробірці перевіряють дію розчину амоніаку на розчин солі. Якщо у надлишку  $\text{NH}_3$  осад розчиняється, то він містить катіони VI групи катіонів.

Після цього визначають за допомогою відповідних аналітичних реакцій можливий катіон VI аналітичної групи.

Якщо у надлишку  $\text{NH}_3$  осад не розчиняється, то він містить катіони V групи катіонів.

Після цього в окремих порціях розчину, що аналізується, визначають за допомогою відповідних аналітичних реакцій можливий катіон V аналітичної групи.

### **Перевірка наявності аніонів.**

Проведені спочатку визначення катіонів полегшують пошук аніону. Для цього, користуючись табличкою розчинності визначають, які саме солі знайденого катіону розчинні у воді, наприклад, якщо було знайдено катіони цинку, то розчинними солями можуть бути:  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{ZnSO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ . Крім того, треба враховувати інформацію, яка була одержана при визначенні реакцій середовища.

### **Проба на аніони I, II чи III аналітичної групи.**

До 2 – 3 крапель нейтрального або слабо-лужного розчину додають 1 – 2 краплі розчину  $\text{BaCl}_2$ . Наявність осаду вказує на наявність у розчині аніонів I аналітичної групи. Якщо така проба дала негативний результат, шукають аніони II аналітичної групи (реакція з  $\text{AgNO}_3$ ). Негативна реакція на аніони II групи вказує на можливу наявність аніонів III аналітичної групи.

Після цього в окремих порціях розчину, що аналізується, визначають за допомогою відповідних аналітичних реакцій можливий аніон.

Попередні спостереження та послідовність проведення якісного аналізу суміші сухих солей.

Питання та вправи

Яку інформацію про склад зразка можна одержати на підставі дослідження його однорідності, форми і кольору кристалів окремих компонентів?

Які катіони й аніони можна виключити, якщо визначувана речовина немає кольору?

Вибір розчинника для переведення твердого зразка в розчин.

Як можна встановити часткову розчинність речовини в воді?

Яка речовина присутня в суміші сухих солей, якщо вона не розчиняється у воді, в 2 М  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , але розчиняється: а) в конц. розчині  $\text{NH}_3$ ; б) в 30% розчині  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ?

В якій послідовності проводять вибір необхідній кислоти для розчинення суміші сухих солей?

Якщо суміш сухих солей розчиняється тільки в  $\text{HCl}$ , чи можлива присутність в ній катіонів I аналітичної групи?

Про присутність яких катіонів можна судити, якщо суміш сухих солей розчиняється в  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ?

Як проводять аналіз розчину на присутність катіонів?

Як визначають аніони в досліджуваному розчині?

На підставі чого можна зробити висновок про несумісність катіонів і аніонів в досліджуваному розчині?

Які аніони повинні бути відсутні в розчині, якщо в ньому визначені: катіони  $Ba^{2+}$ ; катіони  $Ag^{+}$ ?

Які аніони можуть бути присутні в розчині, якщо середовище кисле, лужне, нейтральне?

Який аніон присутній в суміші сухих солей, якщо при дії 1 М розчину  $H_2SO_4$  виділяється: а) газ без запаху; б) газ із запахом палаючої сірки; в) газ рудого кольору?

Що таке «содова витяжка»? В яких випадках вона готується, як нейтралізується? Чи можливо в ній відкривати аніон  $CO_3^{2-}$ ?

Як на підставі результатів проведеного дослідження роблять висновок про склад аналізованого зразка?

### **Список використаної літератури**

Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2-х кн. Кн.1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. М: Высш.шк., 2001. - 604 с.

Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2-х кн. Кн.2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. — М.: Высш. шк., 2001.

Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия: В 2 кн. - М.: Химия, 1990. -846 с.

Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1: Титриметрические и гравиметрические методы анализа. - М.: Дрофа, 2003. - 368 с.

Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2: Физико-химические методы анализа. - М.: Дрофа, 2003. - 384 с.

Алексеев В.Н. Курс качественного химического полумикроанализа. - М: Химия. 1973.

Алексеев В.Н. Количественный анализ. - М. Химия, 1972 - 504 с.

Практикум по аналитической химии / Под ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. - М.: Высшая школа, 1983.-288 с.

Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. - М.: Химия, 1989. - 448 с.

Державна Фармакопея України. - 1-е вид. - Харків: РІРЕГ, 2001. - 556 с.

Державна Фармакопея України. -1-е вид. - Харків: РІРЕГ, 2001. - Доповнення 1. -2004. - 520 с.

Аналiтична хiмiя: навчальний посiбник / О.М. Гайдукевич, В.В. Болотов, Ю.В. Сич та iн. - Х.: Основа, Вид-во НФАУ, 2000. - 432 с.

Практикум з аналiтичної хiмiї: Навч. посiб. для студ. вищ. навч. закл. / В.В. Болотов, Ю.В. Сич, О.М. Свечникова, С.В. Колiсник, О.Г. Кизим, Т.В. Жукова, М.А. Зареченський, Т.А. Бережна; За заг. ред. В.В. Болотова. - Х.: Вид-во НФАУ; Золотiсторiнки, 2003.- 240 с.

Аналитическая химия в схемах и таблицах: Справочник для студ. фармац. вузов / В.В. Болотов, Т.В. Жукова, Е.Е. Микитенко, Е. М. Свечникова, Ю.В. Сыч, Т.А. Костина, И.Ю. Петухова, В.П. Мороз; Под общ.ред. В.В. Болотова. - Х.: Изд-во НФАУ; Золотые страницы, 2002. - 172 с.

Кiлькiсний аналiз. Титриметричний метод аналізу / Петренко В.В., Стрiлець Л.М., Васюк С.О., Дерюгiна Л.І., Дочинець Д.І. - Запорiжжя, 2006. - 215 с.

Аналитическая химия. Проблемы и подходы. (Лучший зарубежный учебник)/под ред. Р. Кельнер, Ж.-М. Мерме, М. Отто, Г.М. Видмер; под общ.ред. акад. Ю.А. Золотова. - М: Мир «АСТ», 2004 - Т. 1. - 608 с. - Т.2. - 728 с.

Пономарев В.Д. Аналитическая химия (в двух частях). Ч. 1. Теоретические основы. Качественный анализ. -М.: Высш. школа, 1982.- 288с.

Пономарев В.Д. Аналитическая химия (в двух частях). Ч. 2. Количественный анализ. -М.: Высш. школа, 1982.- 288 с.

Крешков А.П. Основы аналитической химии. Химия. Т. 1,2, 3. - М.: Химия, 1980.

Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. Под ред. Ю.А. Золотова. - 2-е изд. - М.: Высш. шк., 1999. -351 с.

Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа // Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др. Под ред. Ю.А. Золотова. - 2-е изд. - М.: Высш. шк., 1999.-494 с.

Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Задачи и вопросы по аналитической химии. - М.: Мир, 2001.-267 с.

5. Основы аналитической химии. Практическое руководство / В.И. Фадеева, Т.Н.

Шеховцова, В.М. Иванов и др.; Под ред. Ю.А. Золотова. - М.: Высш. шк., 2001. - 463 с.

Кунце У., Шведт Г. Основы качественного и количественного анализа. - М.: Мир, 1997. - 424 с.

Фритц Дж., Шенк Г. Количественный анализ. - М: Мир, 1978. - 557 с.

Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач/ В.П. Васильев, Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова; Под ред. В.П. Васильева. - 2-е изд. - М.: Дрофа, 2003. - 320 с.

Практикум по аналитической химии / В.П. Васильев, Р.П. Морозова, Л.А. Кочергина; Под ред. В.П. Васильева. М.: Химия, 2000. - 328 с.

Коваленко С.І., Васюк С.О., Портна О.О. Комплексиметрія у фармацевтичномуаналізі. - Вінниця, НОВА КНИГА, 2008. - 184 с.

Аналитическая химия. Химические методы анализа: учеб.пособие / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек, И.Е. Талубь. – М.: Новое знание, 2010. – 542 с.

## ЗМІСТ

[Якісний аналіз катіонів](#)..... 2

[Тестові питання з бази даних «КРОК 1. Фармація»](#).15

[Тестові питання з бази даних «КРОК 1. Фармація»](#).23

[Аналіз суміші катіонів I - III аналітичних груп](#). .... 30

[Реакція йонів  \$Sb^{3+}\$  і  \$Sb\(V\)\$](#)  .....48

[Тестові питання з бази даних «Крок 1. Фармація»](#) .58

[Реакції гідротартрат-йонів](#).....70

[Реакції цитрат-йонів](#).....71

[Реакції бензоат-йонів](#).....71

[Реакції саліцилат-йонів](#).....71

[Особливі випадки в аналізі аніонів](#).....72

[Систематичний аналіз сульфуровмісних йонів  \$S^{2-}\$](#) ,

<u>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></u> .....	72
<u>Аналіз суміші йонів Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup></u> .....	73
<u>Аналіз суміші йонів NO<sub>3</sub><sup>-</sup> і NO<sub>2</sub><sup>-</sup></u> .....	74
<u>Аналіз сухої солі</u> .....	75
<u>Перевірка розчинності у воді</u> .....	75
<u>Аналіз речовини, яка розчинилась у воді</u> .....	75
<u>Визначення катіонів</u> .....	76
<u>Перевірка наявності катіонів II аналітичної групи</u> ..	76
<u>Перевірка наявності катіонів III аналітичної групи</u> .	76
<u>Перевірка наявності катіонів IV аналітичної групи</u> .	76
<u>Перевірка наявності катіонів V чи VI аналітичних груп</u>	77
<u>Перевірка наявності аніонів</u> .....	77
<u>Проба на аніони I, II чи III аналітичної групи</u> .....	77
<u>Список використаної літератури</u> .....	78
<u>ЗМІСТ</u> .....	79