

# Лабораторная работа

## Качественные реакции на ионы

### Цель работы

Проведение химических реакций, имеющих значение для аналитической химии, освоение основных приемов проведения качественного анализа.

*Продолжительность лабораторного занятия – 2 ч.*

### Теоретические положения

Аналитическая химия – наука о методах определения состава вещества.

Качественный анализ можно проводить химическими, физико-химическими и физическими методами.

Химический метод качественного анализа основан на применении аналитических реакций. Аналитические реакции позволяют обнаружить тот или иной ион по видимым внешним эффектам (выпадение осадка, изменение окраски раствора, выделение газа и т.д.)

Химический метод анализа ведут либо после предварительного растворения анализируемого вещества «мокрым» путем, либо без растворения анализируемого вещества – «сухим» путем.

Для проведения анализа «мокрым» путем анализируемое вещество обязательно должно быть переведено в раствор. Важными характеристиками аналитической реакции являются ее чувствительность и избирательность (селективность). Количественно чувствительность обычно характеризуется пределом обнаружения – наименьшим количеством вещества, которое может быть обнаружено с помощью данной реакции; чем ниже предел обнаружения – тем чувствительнее реакция. В настоящее время в качественном анализе используются реакции, позволяющие обнаружить до  $10^{-8}$  г/см<sup>3</sup> определяемого иона.

Селективность реакции зависит от условий проведения реакций. Например, реакция обнаружения никеля с демитилглиоксидом, идущая с образованием ало-красного осадка, селективна на никель, но только в отсутствие иона  $Fe^{2+}$  и при pH = 5–10. Большинство аналитических реакций занимает промежуточное положение, как говорят, отличаются большей или меньшей селективностью. Реакции, обладающие наиболее высокой селективностью, называют специфическими. Известным примером

специфической реакции может служить йод-крахмальная реакция. Специфические реакции очень важны для анализа, но число их пока не велико.

Реакция, при которой реактив (реагент) реагирует с несколькими ионами, вызывая один и тот же видимый эффект называют общими реакциями. Например, общей реакцией для ионов  $Ba^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$  является их взаимодействие с  $SO_4^{2-}$  – ионами, с которыми они образуют белые кристаллические осадки  $BaSO_4$ ,  $CaSO_4$  и  $SrSO_4$ .

Существуют следующие способы выполнения качественных реакций: пробирочный метод, капельный анализ, микрокристаллоскопические реакции.

Пробирочный метод состоит в том, что реактивы смешивают в специальных (центрифужных) пробирках.

Микрокристаллоскопические реакции позволяют обнаружить ионы, которые при взаимодействии с соответствующими реактивами образуют соединения, имеющие характерную форму и окраску кристаллов. Изучение полученных кристаллов проводят с помощью микроскопа. Для этого каплю анализируемого вещества помещают на предметное стекло, рядом наносят каплю реактива, соединяют обе капли стеклянной палочкой, затем рассматривают под микроскопом образовавшиеся в месте соприкосновения капель кристаллы.

Одним из главных достоинств капельного анализа, который проводят на фильтровальной бумаге, является низкий предел обнаружения, основанный на капиллярных и адсорбционных явлениях, происходящих на волокнах фильтровальной бумаги. Для выполнения реакции капиллярной пипеткой отбирают объем исследуемого раствора, затем вертикально поставленный капилляр плотно прижимают к листу фильтровальной бумаги, при этом на бумаге должно получиться влажное пятно диаметром в несколько миллиметров. Соблюдая те же правила, к центру влажного пятна прикасаются другой капиллярной пипеткой с соответствующим реактивом.

Сухим путем анализ можно проводить при нагревании и без нагревания. Один из примеров сухого анализа при нагревании служит образование перлов буры.

При методе окрашивания перлов анализируемое вещество и кристаллогидрат тетрабората натрия (бура)  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  вносят в пламя горелки при помощи платиновой или нихромовой петли и сплавляют, в результате чего образуются так называемые перлы, окрашенные в характерный для данного иона цвет. Например, соли меди дают перлы синего цвета в окислительной части пламени (горячей, богатой кислородом) и перлы красно-бурого цвета в более холодной и бедной кислородом восстановительной части пламени.

Метод окрашивания пламени основан на том, что летучие соли многих металлов при внесении их в несветящуюся часть пламени газовой горелки окрашивают пламя в различные цвета (табл. 26).

Окраска зависит от раскаленных паров свободных металлов, получающихся в результате термического разложения солей при внесении их в пламя горелки. Реакции окрашивания пламени удаются только с летучими солями (хлоридами, карбонатами, нитратами). Нелетучие соли (бораты, силикаты, фосфаты) смачивают кислотой для перевода их в летучие хлориды.

Таблица 26

Реакции окрашивания пламени некоторыми ионами металлов

Ионы металлов	Окраска пламени
Натрия	Интенсивно-желтая
Калия	Фиолетовая
Рубидия и цезия	Розово-фиолетовая
Лития и стронция	Карминово-красная
Бария	Зеленая
Кальция	Кирпично-красная
Меди и бора	Голубая или зеленая (при большой концентрации меди)
Свинца, мышьяка и сурьмы	Бледно-голубая

Сухой путь анализа при нагревании не всегда дает надежные результаты, так как оказывают влияние различные факторы (примеси других веществ, степень нагрева и процентное содержание элемента в анализируемом веществе). Поэтому его используют для предварительного анализа или для подтверждения результатов основного анализа.

При проведении анализа сухим путем без нагревания используют метод растирания порошков (твердофазные реакции). В методе растирания, предложенном в 1898 г. Ф.М. Флавицким исследуемое твердое вещество помещают в фарфоровую ступку и растирают с примерно равным количеством твердого реагента. В результате реакции обычно образуется окрашенное вещество, по окраске которого и судят о наличии определяемого иона. Например, для открытия иона кобальта несколько кристалликов хлорида кобальта растирают с кристаллами роданида аммония. При этом смесь синее вследствие образования комплексной соли тетрародано- (II) кобальтата аммония.

## Задание для домашней подготовки

Каждый студент должен:

1. Ознакомиться с теоретическими положениями теме «Химическая идентификация и анализ вещества» и рекомендуемой литературой [1, 2].
2. Ознакомиться с описанием лабораторной работы.

## Оборудование и реактивы

В работе используются растворы солей  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{BaCl}_2$ ,  $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ,  $\text{NH}_4\text{NCS}$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{KI}$ , реактив Несслера ( $\text{K}_2[\text{HgI}_4]+\text{KOH}$ ), растворы кислот  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , раствор щелочи  $\text{NaOH}$ . Для выполнения работы потребуются пробирки, штатив для пробирок, пипетки.

## Рабочее задание

Каждый студент обязан:

- выполнить аналитические реакции и изучить условия их выполнения;
- записать в лабораторном журнале соответствующие уравнения реакций и указать аналитические эффекты.

## Методика выполнения работы

### Опыт №1. Обнаружение катионов

1. Ион  $\text{NH}_4^+$ .

а) К 1–2 каплям раствора соли аммония добавьте 3–4 капли раствора  $\text{KOH}$ . Едкая щелочь разлагает соли аммония с выделением аммиака:



Реакция протекает при нагревании. Выделение аммиака может быть обнаружено по запаху или с помощью лакмусовой бумаги (влажная лакмусовая бумага окрашивается в синий цвет).

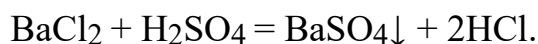
б) К раствору соли аммония прибавьте 1–2 капли реактива Несслера ( $\text{K}_2[\text{HgI}_4]+\text{KOH}$ ). Образуется характерный красно-бурый осадок, растворимый в избытке солей аммония и в кислой среде:



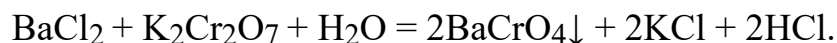
Реакция специфична, обладает высокой чувствительностью, рекомендуется для определения следовых количеств ионов аммония после отделения всех мешающих ионов и ее можно проводить капельным методом на часовом стекле.

## 2. Ион $\text{Ba}^{2+}$ .

а) К 2–3 каплям раствора соли бария прибавьте 2–3 капли раствора серной кислоты или ее соли. Образуется белый осадок, нерастворимый в кислотах:

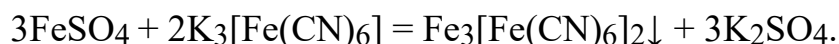


б) К 2–3 каплям раствора соли бария прибавьте 1–2 капли раствора ацетата натрия и 2–3 капли раствора дихромата калия. Образуется желтый осадок, растворимый в сильных кислотах и нерастворимый в уксусной кислоте:



## 3. Ион $\text{Fe}^{2+}$ .

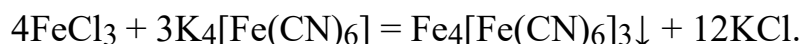
К 1–2 каплям слабокислого раствора, содержащего Fe (II), добавьте 1–2 капли раствора гексацианоферрата (III) калия. Образуется темно-синий осадок «турнбулевой сини»:



Реакция очень чувствительна. Образующийся осадок практически нерастворим в кислотах.

## 4. Ион $\text{Fe}^{3+}$ .

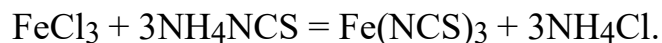
а) К 1–2 каплям раствора соли Fe (III), добавьте 1–2 капли раствора гексацианоферрата (II) калия. Образуется темно-голубой осадок «берлинской лазури»:



Реакция проводится в кислой среде (pH 1–3), так как осадок не растворяется в кислотах. Щелочи разлагают его до бурого осадка  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ .

б) К капле раствора соли железа (III) прибавьте 5 капель дистиллированной воды, 3–5 капель тиоцианата аммония и 1–2 капли

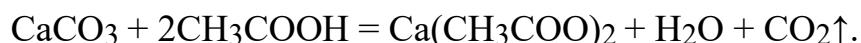
хлороводородной кислоты. Образуется комплексное соединение кроваво-красного цвета:



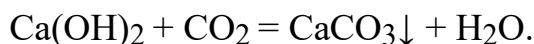
## Опыт №2. Обнаружение анионов

1. Карбонат-ион  $\text{CO}_3^{2-}$ .

Кислоты разлагают карбонаты с выделением углекислого газа:



Углекислый газ можно обнаружить по помутнению известковой воды:



2. Хлорид-ион  $\text{Cl}^-$ .

К 2–3 каплям раствора хлорида натрия прилейте каплю 2 М раствора  $\text{HNO}_3$  и 2–3 капли раствора  $\text{AgNO}_3$ . Выпадает творожистый белый осадок  $\text{AgCl}$ , нерастворимый в кислотах, но растворимый при действии веществ, способных образовывать комплексы с  $\text{NH}_3$ ,  $\text{KCN}$ ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

3. Нитрит-ион  $\text{NO}_2^-$ .

К 1–2 каплям раствора  $\text{KI}$  прибавьте 1 каплю 2 н. раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и 1–2 капли раствора нитрита натрия. Выделившийся  $\text{I}_2$  экстрагируют несколькими каплями бензола или хлороформа. Наблюдается фиолетовая окраска слоя органического растворителя.

## Указания по оформлению отчета

Отчет о работе должен включать:

- а) название выполняемой работы, цель;
- б) перечисление оборудования и реактивов;
- в) краткую методику выполнения опыта;
- г) таблицу 27;
- д) выводы.

Обнаруживаемый ион	Реагент	Уравнение реакции	Аналитический эффект	Условия проведения реакции

### Контрольные вопросы и задачи

1. Что изучает аналитическая химия?
2. Какие реакции называются аналитическими?
3. В чем заключается мокрый путь анализа?
4. Перечислите способы проведения сухого качественного анализа.
5. Какие свойства веществ определяются при идентификации вещества?