

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ
ЗАПОРІЗЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
Кафедра аналітичної хімії

**ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ.
КИСЛОТНО-ОСНОВНЕ ТИТРУВАННЯ**

Модуль 1

**ТЕОРІЯ ТА ПРАКТИКА АНАЛІЗУ АНІОНІВ
І НЕВІДОМОГО ЗРАЗКА**

Змістовий модуль 3

НАВЧАЛЬНИЙ ПОСІБНИК
для студентів 2 курсу
спеціальності 226 «Фармація»

Запоріжжя 2017

УДК 546.2-128.4.061(075.8)

Я 45

Затверджено на засіданні Центральної методичної Ради ЗДМУ

(протокол № __ від «__» _____ 2017 р.)

та рекомендовано для використання в освітньому процесі

Укладачі:

С. О. Васюк – доктор фармацевтичних наук, професор;

А. С. Коржова – кандидат фармацевтичних наук, доцент.

Рецензенти:

С. І. Коваленко – доктор фармацевтичних наук, професор, завідувач кафедри органічної і біоорганічної хімії;

О. І. Панасенко – доктор фармацевтичних наук, професор, завідувач кафедри токсикологічної і неорганічної хімії.

Якісний аналіз. Кисотно-основне титрування. Модуль 1.

Я 45 Теорія та практика аналізу аніонів і невідомого зразка. Змістовий модуль 3 : навчальний посібник для студентів 2 курсу спеціальності «Фармація» / уклад. : С. О. Васюк, А. С. Коржова. – Запоріжжя : ЗДМУ, 2017. – 86 с.

ВСТУП

Аналітична хімія вивчається згідно затвердженої примірної програми 2017 року для студентів ВНЗ III-IV рівнів акредитації України для спеціальності 226 «Фармація» та примірного навчального плану підготовки фахівців другого (магістерського) рівня вищої освіти галузі знань 22 «Охорона здоров'я» у вищих навчальних закладах МОЗ України за спеціальністю 226 «Фармація» кваліфікації освітньої «Магістр фармації».

Згідно навчального плану аналітичну хімію вивчають в III і IV семестрах.

Програма дисципліни структурована на 2 модуля: модуль 1 – «Якісний аналіз, Кисотно-основне титрування», модуль 2 – «Кількісний аналіз. Інструментальні методи аналізу».

Модуль 1 складається з 4 змістових модулів:

1. Аналітична хімія та хімічний аналіз. Теорія розчинів сильних та слабких електролітів. Закон діючих мас та його застосування до різних типів іонних рівноваг в аналітичній хімії. Використання закону діючих мас до рівноваг у гетерогенних системах та його значення в аналітичній хімії. Теорія та практика аналізу катіонів I-III аналітичних груп.

2. Застосування закону діючих мас до кислотно-основної рівноваги та до рівноваги комплексоутворення, їх роль в аналітичній хімії. Теорія та практика аналізу катіонів IV-VI аналітичних груп.

3. Застосування закону діючих мас до окисно-відновної рівноваги. Методи розділення та концентрування. Теорія та практика аналізу аніонів і невідомого зразка.

4. Кисотно-основне титрування та його застосування в хімічному та фармацевтичному аналізі.

Модуль 2 складається з 4 змістових модулів:

1. Окисно-відновне титрування та його застосування в аналізі хімічних сполук та лікарських засобів.

2. Осаджувальне титрування, комплексиметричне титрування. Гравіметричний аналіз. Застосування методів в аналізі хімічних сполук, косметичних та лікарських засобів.

3. Оптичні методи аналізу.

4. Електрохімічні та хроматографічні методи.

ОКИСНО-ВІДНОВНІ РІВНОВАГИ В АНАЛІТИЧНІЙ ХІМІЇ

Окисно-відновні системи

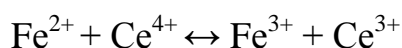
Багато реакцій, які застосовуються в аналітичній хімії, зокрема в якісному аналізі, є окисно-відновними. Широке застосування окисно-відновних реакцій (ОВР) зумовлено тим, що вони часто супроводжуються помітними зовнішніми ефектами (зміна забарвлення розчину, поява або розчинення осаду та інше).

Окисно-відновними, або редокс-реакціями, називаються реакції, в яких відбувається перехід (перерозподіл) електронів між реагуючими частками (атоми, молекули, іони).

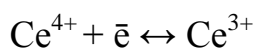
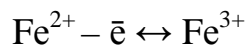
Частку, яка приєднує електрон, називають *окисником*, а яка віддає – *відновником*.

Внаслідок перерозподілу електронів відбувається одночасно *окислення відновника* (підвищення його ступеня окислення) та *відновлення окисника* (зниження його ступеня окислення). Причому число відданих і приєднаних електронів повинно бути однаковим.

Розглянемо окисно-відновну реакцію:



Відповідні *напівреакції* можна записати у вигляді:



Тут у ролі окисника виступають Ce^{4+} -іони, а в ролі відновника – Fe^{2+} -іони.

Окислена та відновлена форма однієї речовини, що приймають участь у напівреакції, складають окисно-відновну пару, *редокс-пару*.

У розглянутій ОВР є дві *редокс-пари* $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ і $\text{Ce}^{4+}/\text{Ce}^{3+}$, кожна з яких має *окислену форму* (Fe^{3+} і Ce^{4+}) та *відновлену форму* (Fe^{2+} і Ce^{3+}).

У будь-якій окисно-відновній реакції приймають участь, принаймні, дві редокс-пари.

Окисно-відновні (ОВ) потенціали

Кількісною мірою окисно-відновної здатності різних редокс-пар є електродний або *окисно-відновний потенціал (E)*.

Абсолютне значення електродного потенціалу неможливо виміряти безпосередньо. Воно визначається як різниця електродних потенціалів, один з яких приймається за стандартний електрод порівняння. В якості електрода порівняння використовують *стандартний водневий електрод*. Потенціал стандартного водневого електрода вважають рівним нулю при всіх температурах.

Таким чином, *потенціал даного електрода* – це електрорушійна сила (ЕРС) елемента, який складається з даного та стандартного водневого електродів.

Залежність окисно-відновного потенціала від концентрації та температури можна визначити з рівняння Нернста:

$$E_{p\text{Ox/Red}} = E_{\text{Ox/Red}}^0 + \frac{RT}{Fn} \cdot \ln \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}}, \text{ де}$$

$E_{p\text{Ox/Red}}$ – реальний ОВ потенціал даної редокс-пари, В;

$E_{\text{Ox/Red}}^0$ – стандартний ОВ потенціал даної редокс-пари, В;

R – універсальна газова стала (8,314 Дж/К·моль);

T – абсолютна температура, при якій перебігає реакція, К;

F – число Фарадея (96500 Кл);

n – число електронів, що приймають участь у напівреакції;

a_{Ox} и a_{Red} – активності відповідно окисленої та відновленої форм даної редокс-пари.

Якщо обидві форми речовини знаходяться в стандартному стані ($a_{\text{Ox}} \approx a_{\text{Red}} \approx 1$ моль/л), тоді $E_{p\text{Ox/Red}} = E_{\text{Ox/Red}}^0$.

Таким чином, *стандартний окисно-відновний потенціал* – це рівноважний потенціал напівреакції, коли активності всіх учасників ОВР дорівнюють 1 моль/л.

Стандартний потенціал залежить тільки від температури, тиску та природи розчинника.

Стандартний потенціал редокс-системи є об'єктивною характеристикою «сили» даного окисника або відновника. *Чим більше позитивне значення потенціала, тим більш сильним окисником є відповідна окислена форма і тим більш слабким відновником – відновлена форма.*

Якщо до рівняння напівреакції входять H^+ , OH^- -іони або які-небудь інші, то їх активності також слід включати до рівняння Нернста. Якщо окислена або відновлена форма знаходиться в твердій фазі, то її активність не входить до рівняння Нернста.

На практиці зручніше користуватися рівнянням Нернста, в якому підставлені числові значення констант, а натуральні логарифми переведені у десятичні. Тоді для температури $25^\circ C$ рівняння Нернста має наступний вигляд:

$$E_{p\text{Ox/Red}} = E_{\text{Ox/Red}}^0 + \frac{0,059}{n} \cdot \lg \frac{[\text{Ox}]}{[\text{Red}]}$$

Окисно-відновні потенціали редокс-пар залежать від природи учасників ОВР та розчинника, температури, тиску, присутності сторонніх електролітів та інших речовин.

Напрямок перебігу окисно-відновних реакцій

Напрямок та повнота перебігу окисно-відновної реакції залежить від *ЕРС* та *константи рівноваги* реакції.

Електрорушійна сила (ЕРС) реакції – це величина, що дорівнює різниці окисно-відновних потенціалів редокс-пар.

За стандартних умов: $E_{PC} = E_{\text{Ox}}^0 - E_{\text{Red}}^0$;

За реальних умов: $E_{PC} = E_{pOx} - E_{pRed}$.

Реакція окислення-відновлення перебігає в прямому напрямку, якщо $E_{PC} > 0$. При $E_{PC} < 0$ перебігає зворотня реакція.

Чим більше значення E_{PC} , тим інтенсивніше перебігає реакція. Практично повністю перебігає реакція, для якої $E_{PC} \geq 0,4$ В. При цьому окисно-відновні реакції йдуть у напрямку утворення більш слабких окисників та відновників.

Напрямок та повноту перебігу окисно-відновної реакції можна оцінити також, розрахувавши її **константу рівноваги**. Константа рівноваги розраховується за формулою:

$$K_p = 10^{\frac{(E_{Ox}^0 - E_{Red}^0) \cdot n_1 \cdot n_2}{0,059}}, \text{ де}$$

E_{Ox}^0 і E_{Red}^0 – стандартні ОВ потенціали редокс-пар (окисника та відновника), які приймають участь у реакції, В;

n_1 і n_2 – число електронів, що перерозподіляються окисником та відновником відповідно.

Якщо $K_p > 1$, то реакція перебігає в прямому напрямку (в напрямку утворення продуктів реакції). При $K_p < 1$ реакція перебігає в сторону утворення вихідних речовин.

Реакція перебігає практично повністю, тобто на 99,99%, якщо $K_p \geq 10^8$.

АНІОНИ

Аналітична класифікація аніонів

Аніони утворюють тільки p - та інколи d -елементи (Cr, Mn) періодичної системи Д. І. Менделєєва, які, виявляючи позитивний ступінь окислення, мають більш сильні поляризуючі властивості, ніж s -елементи.

У зв'язку з цим більшість аніонів є складними, тобто складаються з відповідного елемента та кисню або іншого елемента (CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} , MnO_4^- , SCN^- и др.). Аніони, утворені елементами з негативним ступенем окислення, є простими (Cl^- , Br^- , S^{2-} и др.). Один і той же p -елемент може утворювати прості та складні аніони в залежності від знаку проявленого при цьому ступеня окислення, наприклад, SO_4^{2-} , S^{2-} , SCN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_3^{2-} .

Загально визнаної та повсюдно прийнятої класифікації аніонів за групами не існує. Описано різноманітні класифікації аніонів. Частіше приймають до уваги розчинність солей барію та срібла тих чи інших аніонів та їх окисно-відновні властивості у водних розчинах.

В аналітичній класифікації аніонів, яка базується на утворенні малорозчинних солей барію та срібла, аніони поділяють на три групи.

Група	Аніони	Груповий реагент
I	SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, PO_4^{3-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{3-}$, CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ тощо	розчин BaCl_2 у нейтральному або слабко-лужному середовищі
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SCN^- , $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ тощо	розчин AgNO_3 у 2 М HNO_3
III	NO_3^- , NO_2^- , BrO_3^- , CH_3COO^- , $\text{C}_6\text{H}_4\text{OHCOO}^-$, MnO_4^- тощо	немає

В аналітичній класифікації аніонів, яка базується на їх окисно-відновних властивостях, виділяють три групи аніонів.

Група	Аніони	Груповий реагент
Окисники	BrO_3^- , AsO_4^{3-} , $^*\text{NO}_2^-$, NO_3^- , MnO_4^- , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	розчин KI у сірчаноокислому середовищі
Відновники	S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_3^{3-}	розчин I_2 у KI
	S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_3^{3-} , $^*\text{NO}_2^-$, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , CN^-	розчин KMnO_4 у сірчаноокислому середовищі
Індиферентні	SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, CH_3COO^-	немає

$^*\text{NO}_2^-$ -іони проявляють редокс-амфотерні властивості.

Виділяють також групу аніонів, які під дією мінеральних кислот розкладаються з виділенням газоподібних або летких речовин: SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , NO_2^- , CH_3COO^- .

На відміну від катіонів аніони в більшості випадків не заважають відкриттю один одного, тому часто аніони виявляють окремими реакціями. У зв'язку з цим групові реагенти застосовують не задля розподілу груп, а тільки для виявлення груп аніонів.

Заняття № 7

1. ТЕМА: Якісні реакції аніонів I-III аналітичних груп

2. МЕТА: Вивчити теоритичні основи застосування реакцій окислення-відновлення в якісному аналізі, хіміко-аналітичні властивості аніонів I-III аналітичних груп та придбати навички виконувати якісні реакції цих аніонів

3. ЦІЛЬОВІ ЗАДАЧІ

3.1. Усвідомити теоритичні основи застосування реакцій окислення-відновлення в якісному аналізі.

3.2. Навчитися розраховувати редокс-потенціал, ЕРС, константу рівноваги окисно-відновних реакцій та на основі цих величин з'ясовувати можливість перебігу та напрямок окисно-відновних реакцій.

3.3. Вивчити хіміко-аналітичні властивості аніонів та їх аналітичні класифікації.

3.4. Вивчити якісні реакції аніонів I-III аналітичних груп та умови їх проведення.

3.5. Навчитися виконувати якісні реакції з загальними реаген-тами та реакції виявлення окремих анаонів.

4. ПЛАН І ОРГАНІЗАЦІЙНА СТРУКТУРА ЗАНЯТТЯ

- | | |
|---|--------|
| 4.1. Організаційний момент..... | 3 хв |
| 4.2. Постановка мети і мотивація вивчення теми заняття..... | 7 хв |
| 4.3. Корекція вихідного рівня знань-вмінь..... | 30 хв |
| 4.4. Організація самостійної роботи студентів..... | 5 хв |
| 4.5. Лабораторна робота..... | 120 хв |
| 4.6. Підсумковий контроль: перевірка результатів лабораторної роботи і протоколі..... | 10 хв |
| 4.7. Заключне слово викладача, вказівки до наступного заняття.... | 5 хв |

5. ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ СТУДЕНТІВ

5.1. Повторити теоретичний матеріал з курсу загальної та неорганічної хімії: теорія реакцій окислення-відновлення, окисно-відновні властивості речовин; *p*-елементи: бор, вуглець, азот, фосфор, миш'як, кисень, сірка, хлор, бром, йод, їх положення в періодичній системі Д. І. Менделєєва, електронна будова; властивості кислот: сірчаної, сірчистої, сірководневої, фосфорної, борної, вугільної, миш'якової, миш'яковистої, хлороводневої, бромоводневої, йодо-водневої, азотної, азотистої.

Повторити теоретичний матеріал з курсу органічної хімії: карбонові кислоти – оцтова, винна, бензойна, саліцилова, щавлева, лимонна.

5.2. Вивчити програмний матеріал з даної теми згідно питанням, що наведені нижче.

Питання для підготовки студентів

1. Сутність окисно-відновних реакцій. У чому полягає процес окислення та процес відновлення? Найважливіші окисники та відновники, які застосовують в аналізі, редокс-амфотерні сполуки.

2. Поняття електродного потенціала, природа його виникнення, розрахунок значення електродного потенціала (рівняння Нернста). Поняття редокс-пари.

3. Стандартний редокс-потенціал, реальний редокс-потенціал, формальний редокс-потенціал.

4. Як значення стандартного редокс-потенціала характеризує окисно-відновні властивості редокс-пар? Навести приклади сильних та слабких окисників та відновників, які застосовуються в аналізі.

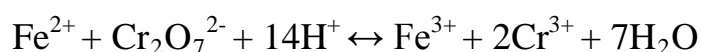
5. Як ураховують при складанні рівняння Нернста агрегатний стан однієї з форм редокс-пари та рН середовища?

6. Вплив різноманітних факторів на значення редокс-потенціала.

7. Електрорушійна сила (ЕРС) системи, константа рівноваги (K_p) реакцій окислення-відновлення, формули їх розрахунків.
8. Можливість, напрямок та повнота перебігу реакцій окислення-відновлення.
9. Які умови потрібно створити, щоб реакція: $\text{AsO}_2^- + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{HAsO}_4^{2-} + 2\text{I}^- + 3\text{H}^+$ перебігала в прямому напрямку? За яких умов її можна змістити в зворотньому напрямку?
10. Загальна характеристика аніонів та аналітичні класифікації аніонів за групами.
11. Чому пробу на аніони I аналітичної групи з BaCl_2 виконують у нейтральному або слабко лужному середовищі, а на аніони II групи с AgNO_3 – в азотнокислому?
12. Чи свідчить негативна проба з BaCl_2 про відсутність всіх аніонів I групи?
13. Які заключення можна зробити на підставі розчинності барієвих солей аніонів I групи?
14. Які реакції, в якій послідовності та з яким зовнішнім ефектом перебігають при додаванні хлорної води краплями до підкисленого розчину, який містить I^- та Br^- -іони в присутності бензолу чи хлороформу? Чи можна цією реакцією виявити I^- та Br^- -іони у разі їх спільної присутності? Чому хлорну воду необхідно додавати краплями?
15. Які аніони та якими реакціями можна виявити в сухій пробі (твердому зразку)?
16. Якісні реакції виявлення аніонів I-III аналітичних груп та умови їх проведення (див. п. 6).

5.3. Розв'язати задачі

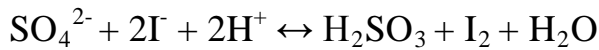
Задача 1. Розрахуйте ЕРС системи:



при $\text{pH} = 0$, $[\text{Fe}^{2+}] = 0,01$ моль/л; $[\text{Fe}^{3+}] = 10^{-6}$ моль/л; $[\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}] = 0,1$ моль/л; $[\text{Cr}^{3+}] = 10^{-6}$ моль/л.

Відповідь: 0,903 В.

Задача 2. Розрахуйте значення K_p , оцініть напрямок та повноту перебігу реакції:



при $\text{pH} = 1$.

Відповідь: 10^{-40} .

5.4. Приклад розв'язання задач:

Задача 1. Визначте, в якому напрямку перебігає ОВР:

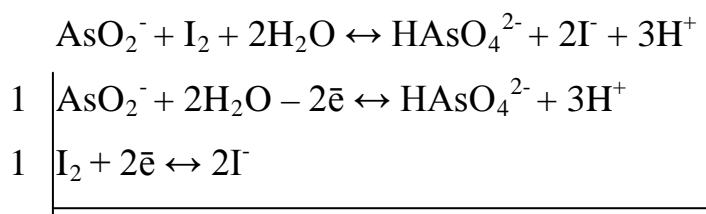
$\text{AsO}_2^- + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{HAsO}_4^{2-} + 2\text{I}^- + 3\text{H}^+$, якщо концентрації реагентів $[\text{HAsO}_4^{2-}] = [\text{AsO}_2^-] = [\text{I}^-] = [\text{I}_2] = 1$ моль/л, $\text{pH} = 0$.

Чи зміниться напрямок даної реакції, якщо реакцію проводити в присутності надлишку гідрокарбонату натрію ($\text{pH} \approx 8$)?

Розв'язання. Для визначення напрямку перебігу ОВР необхідно розрахувати ЕРС або K_p реакції.

Реакція окислення-відновлення перебігає в прямому напрямку, якщо $\text{ЕРС} > 0$ або $K_p > 1$. Практично повністю перебігає реакція, для якої $\text{ЕРС} \geq 0,4$ В або $K_p \geq 10^8$.

Запишемо відповідні напівреакції та у «Справочнике по аналитической химии» Ю. Ю. Лурье знайдемо значення стандартних потенціалів для даних редокс-пар:



$$E_{\text{HAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2}^0 = 0,56 \text{ В}$$

$$E_{\text{I}_2/2\text{I}^-}^0 = 0,54 \text{ В}$$

Розрахуємо ЕРС та K_p даної реакції при концентраціях всіх учасників 1 моль/л і $\text{pH} = 0$:

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+], \text{ звідки } [\text{H}^+] = 10^0 = 1 \text{ моль/л};$$

$$E_{\text{pHAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2} = E_{\text{HAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2}^0 = 0,56 \text{ В};$$

$$E_{\text{pI}_2/2\text{I}^-} = E_{\text{I}_2/2\text{I}^-}^0 = 0,54 \text{ В};$$

$$\text{ЭДС} = E_{\text{pI}_2/2\text{I}^-} - E_{\text{pHAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2} = 0,54 - 0,56 = -0,02 \text{ В} < 0.$$

$$K_p = 10^{\frac{(E_{\text{Ox}}^0 - E_{\text{Red}}^0) \cdot n_1 \cdot n_2}{0,059}} = 10^{\frac{(0,54 - 0,56) \cdot 2 \cdot 2}{0,059}} = 10^{-1,4} < 1.$$

Таким чином, за початкових заданих умов реакція перебігає в зворотньому напрямку.

Розглянемо варіант, коли реакцію проводять у присутності надлишку гідрокарбонату натрію ($\text{pH} \approx 8$). Викликане цим зменшення концентрації H^+ -іонів до 10^{-8} моль/л на значення потенціала редокс-пари $\text{I}_2/2\text{I}^-$ не відобразиться. У разі ж редокс-пари $\text{HAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2^-$, де перетворення окисленої форми в відновлену відбувається за участю H^+ -іонів, значення реального потенціала значно знижується:

$$E_{\text{pHAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2} = E_{\text{HAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2}^0 + \frac{0,059}{2} \cdot \lg \frac{[\text{HAsO}_4^{2-}][\text{H}^+]^3}{[\text{AsO}_2^-]}$$

$$E_{\text{pHAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2} = 0,56 + \frac{0,059}{2} \cdot \lg(10^{-8})^3 = -0,15 \text{ В};$$

$$\text{ЭДС} = E_{\text{pI}_2/2\text{I}^-} - E_{\text{pHAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2} = 0,54 - (-0,15) = 0,69 \text{ В} > 0.$$

$$K_p = 10^{\frac{(E_{\text{pOx}} - E_{\text{pRed}}) \cdot n_1 \cdot n_2}{0,059}} = 10^{\frac{(0,54 - (-0,15)) \cdot 2 \cdot 2}{0,059}} = 10^{46,8} > 1.$$

Таким чином, якщо в реакції приймають участь H^+ -іони, то змінюючи pH середовища можна змінювати напрямок окисно-відновної реакції.

Якщо іони водню утворюються в ході реакції, їх потрібно зв'язувати, додаючи до розчину луг чи речовини, подібні гідрокарбонату. Якщо H^+ -іони витрачаються при реакції, то її потрібно проводити в кислому середовищі.

Відповідь: у зворотньому; зміниться.

Література:

1. Аналітична хімія: навч. посіб. для фармац. вузів та ф-тів III-IV рівня акредитації / В. В. Болотов, О. М. Свечнікова, С. В. Колісник, Т. В. Жукова та ін. – Х.: Вид-во НФаУ; Оригінал, 2004. – 480 с.
2. Аналітична хімія : Якісний та кількісний аналіз; навчальний конспект лекцій / В. В. Болотов, О. М. Свечнікова, М. Ю. Голік, К. В. Динник, Т. В. Жукова, М. А. Зареченський, О. Г. Кизим, С. В. Колісник, Т. А. Костіна, О. Є. Микитенко, В. П. Мороз, І. Ю. Петухова, Ю. В. Сич, Л. Ю. Клименко; за загальною редакцією проф. Болотова В. В. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 424 с.
3. Аналітична хімія : навч. довідк. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / В. В. Болотов, О. А. Євтіфєєва, Т. В. Жукова, Л. Ю. Клименко, О. Є. Микитенко, В. П. Мороз, І. Ю. Петухова; за заг. ред. В. В. Болотова. – Х.: НФаУ, 2014. – 320 с.
4. Алексеев В. Н. Качественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 349-370, 463-522.
5. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
6. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения: Учеб. для вузов / Ю. А. Золотов, Е. Н. Дорохова, В. И. Фадеева и др. Под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2002. – С. 177-191.
7. Пономарев В. Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 85-104, 250-269.

8. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 146-175, 418-500.

6. ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

При виконанні лабораторної роботи необхідно суворо дотримуватися правил ТБ роботи в хімічній лабораторії

1. Роботи з концентрованими кислотами, розчинами сульфідів, спиртом проводити під витяжною шафою.
2. Пам'ятати, що сполуки миш'яку – отруйні!
3. Продукти, отримані при виконанні реакцій на AsO_3^{3-} та AsO_4^{3-} -іони, зливають у призначені склянки під витяжною шафою.

Загальні реакції аніонів I аналітичної групи

З хлоридом барію

Виконання реакції. У дві пробірки вміщують по 3-4 краплі розчину досліджуваного іона*, додають по 1-2 краплі розчину BaCl_2 . Спостерігають утворення осадів та вивчають їх розчинність у розчинах HCl і CH_3COOH .

* для реакції іонів $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ та AsO_3^{3-} брати по 10-20 крапель розчину та суміші дати постояти.

Характерні реакції аніонів I аналітичної групи

Реакції SO_4^{2-} -іонів

1. Реакція з хлоридом барію та родизонатом натрію (крапельна реакція)

Виконання реакції. На смужку фільтровального паперу наносять краплю розчину хлориду барію та краплю розчину родизонату натрію. На папері

виникає забарвлена пляма родизонату барію. На цю пляму наносять 1-2 краплі розчину SO_4^{2-} -іонів та відзначають зміни.

2. Реакція з катіонами свинцю

Виконання реакції. У три пробірки вміщують по 3-4 краплі розчину SO_4^{2-} -іонів, додають по 2-3 краплі розчину нітрату свинцю. Спостерігають утворення осаду та відзначають його забарвлення.

Досліджують розчинність осадів у розчинах HCl , NaOH і $\text{CH}_3\text{COONH}_4$.

Реакції SO_3^{2-} -іонів

1. Реакція з мінеральними кислотами

Виконання реакції. У пробірку вміщують 6-7 крапель розчину SO_3^{2-} -іонів і стільки ж крапель 1 М розчину H_2SO_4 . Швидко закривають пробірку пробкою з газовідводною трубкою, вільний кінець якої занурюють у пробірку з розчином перманганату калію, підкисленого сірчаною кислотою. Відзначають зміну кольору розчину в пробірці-прийомнику.

2. Реакція з йодною або бромною водою

Виконання реакції. У пробірку вміщують 2-3 краплі розчину SO_3^{2-} -іонів та по краплям додають йодну або бромну воду. Відзначають зовнішній ефект реакції.

3. Реакція відновлення металевим цинком у кислому середовищі

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-4 краплі розчину SO_3^{2-} -іонів, додають 2 краплі розчину хлороводневої кислоти та декілька шматочків металевого цинку. До отвору пробірки підносять смужку фільтровального паперу, змоченого розчином ацетату свинцю. Спостерігають зміну кольору паперу.

Реакції $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ -іонів

1. Реакція з мінеральними кислотами

Виконання реакції. У пробірку вміщують 6-7 крапель розчину $S_2O_3^{2-}$ -іонів і стільки ж крапель 2 М розчину HCl . Швидко закривають пробірку пробкою з газовідвідною трубкою, вільний кінець якої занурюють у пробірку з розчином перманганату калію або розчином йоду. Відзначають зовнішній ефект реакції.

2. Реакція з йодною водою

Виконання реакції. У пробірку вносять 4-5 крапель розчину $S_2O_3^{2-}$ -іонів, додають по краплям розчин йоду. Відзначають зовнішній ефект реакції.

3. Реакція з нітратом срібла

Виконання реакції. У пробірку вміщують 2-3 краплі розчину $S_2O_3^{2-}$ -іонів і додають 2-3 краплі розчину нітрату срібла. Спостерігають утворення осаду, відзначають його колір та зміну кольору у часі.

Реакції PO_4^{3-} -іонів

1. Реакція з нітратом срібла

Виконання реакції. У пробірку вміщують 4-5 крапель розчину PO_4^{3-} -іонів і додають 2-3 краплі розчину нітрату срібла. Спостерігають утворення осаду та відзначають його колір.

2. Реакція з магнезійною сумішшю ($MgSO_4$, NH_3 і NH_4Cl)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 2-3 краплі розчину PO_4^{3-} -іонів, додають 3-4 краплі розчину магнезійної суміші. Відзначають колір отриманого осаду та випробовують його розчинність у HCl .

3. Реакція з молібденовою рідиною (розчин $(NH_4)_2MoO_4$ і NH_4NO_3 у HNO_3)

Виконання реакції. У три пробірки вміщують по 3-4 краплі розчину PO_4^{3-} -іонів і додають по 6-7 крапель молібденової рідини. Суміш нагрівають на водяній бані при температурі не вище $50^\circ C$. Спостерігають колір та вигляд осаду.

Вивчають розчинність осадів у HNO_3 , NaOH і розчині NH_3 .

Реакції $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ -іонів

1. Реакція забарвлення полум'я складними ефірами борної кислоти

Виконання реакції. У фарфорову чашку вміщують 6-8 крапель розчину $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ -іонів, випаровують насухо та охолоджують. До сухого залишка додають при перемішуванні скляною паличкою 2-3 краплі конц. H_2SO_4 та 5-6 крапель етилового спирту, перемішують та підпалюють. Відзначають колір полум'я.

Реакції CO_3^{2-} -іонів

1. Реакція з мінеральними кислотами

Виконання реакції. У пробірку вміщують 8-10 крапель розчину CO_3^{2-} -іонів, додають 8-10 крапель 2 М розчину HCl і відразу пробірку закривають пробкою з газовідвідною трубкою, вільний кінець якої швидко занурюють у розчин з вапняною або барітовою водою. Відзначають зовнішній ефект реакції.

2. Реакція з сульфатом магнію

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-5 крапель розчину CO_3^{2-} -іонів і додають 3-5 крапель насиченого розчину сульфату магнію. Спостерігають утворення осаду та вивчають його розчинність у кислотах.

Реакції $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ -іонів

1. Реакція з хлоридом кальцію

Виконання реакції. У дві пробірки вміщують по 2-3 краплі розчину $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ -іонів, додають по 2-3 краплі розчину хлориду кальцію та спостерігають утворення осаду.

Вивчають розчинність осадів у розчинах HCl і CH_3COOH .

2. Реакція з перманганатом калію в кислому середовищі

Виконання реакції. У пробірку вміщують 2-3 краплі розчину $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ -іонів, додають 3-5 крапель 1 М розчину сірчаної кислоти, нагрівають суміш до $70\text{-}80^\circ\text{C}$ і повільно, по краплям додають розчин перманганату калію. Відзначають зовнішній ефект реакції.

Реакції AsO_3^{3-} -іонів

1. Реакція з нітратом срібла

Виконання реакції. У три пробірки вміщують по 3-5 крапель розчину AsO_3^{3-} -іонів, додають по 3-5 крапель розчину нітрату срібла. Спостерігають утворення осаду.

Вивчають розчинність осадів у розчинах HCl , HNO_3 і NH_3 .

2. Реакція з сульфід-іонами

Виконання реакції. У чотири пробірки вміщують по 3-4 краплі розчину AsO_3^{3-} -іонів, по 4-5 крапель розчину хлороводневої кислоти і по краплям додають розчин сульфиду натрію або сірководневої води.

Вивчають розчинність отриманих осадів у розчинах HCl , NaOH , NH_3 і Na_2S .

3. Реакція з розчином йоду

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-5 крапель розчину AsO_3^{3-} -іонів, 2-3 краплі насиченого розчину NaHCO_3 і по краплям додають розчин йоду. Відзначають зовнішній ефект реакції.

Реакції AsO_4^{3-} -іонів

1. Реакція з нітратом срібла

Виконання реакції. У три пробірки вміщують по 3-5 крапель розчину AsO_4^{3-} -іонів, додають по краплям розчин нітрату срібла до утворення осаду.

Вивчають розчинність осадів у розчинах HCl , HNO_3 і конц. розчині NH_3 .

2. Реакція з магнезіальною сумішшю ($MgSO_4$, NH_3 і NH_4Cl)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-5 крапель розчину AsO_4^{3-} -іонів, додають 3-4 краплі розчину магнезіальної суміші. Пробірку струшують, стінки пробірки потирають скляною паличкою. Відзначають колір отриманого осаду та випробовують його розчинність у HCl .

3. Реакція з молібденовою рідиною (розчин $(NH_4)_2MoO_4$ і NH_4NO_3 у HNO_3)

Виконання реакції. У три пробірки вміщують по 3-3 краплі розчину AsO_4^{3-} -іонів, додають по 6-7 крапель молібденової рідини та нагрівають на водяній бані декілька хвилин до утворення осаду. Відзначають колір осаду.

Вивчають розчинність осадів у HNO_3 , $NaOH$ і розчині NH_3 .

4. Реакція з сульфід-іонами

Виконання реакції. У чотири пробірки вміщують по 3-4 краплі розчину AsO_4^{3-} -іонів, додають по 4-5 крапель концентрованого розчину хлороводневої кислоти і по краплям додають розчин сульфиду натрію або сірководневої води до утворення осаду, відзначають його колір та вигляд.

Вивчають розчинність отриманих осадів у розчинах HCl , $NaOH$, NH_3 і Na_2S .

5. Реакція з йодидом калію

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-5 крапель розчину AsO_4^{3-} -іонів, додають 1-2 краплі конц. розчину хлороводневої кислоти, 3-4 краплі йодиду калію та 5-6 крапель хлороформу. Суміш збовтують та спостерігають забарвлення органічного шару.

Реакції тартрат-іонів $C_4H_4O_6^{2-}$

Реакція з хлоридом калію

Виконання реакції. У пробірку вміщують 4-5 крапель розчину $C_4H_4O_6^{2-}$ -іонів, додають кристалик хлориду калію, 2-3 краплі етанолу та краплю розчину ацетату натрію. Відзначають колір утвореного осаду.

Реакції цитрат-іонів $C_6H_5O_7^{3-}$

Реакція з хлоридом кальцію

Виконання реакції. У пробірку вміщують 5-6 крапель розчину $C_6H_5O_7^{3-}$ -іонів, додають 5-6 крапель розчину хлориду кальцію. Суміш нагрівають на киплячій водяній бані до випадіння осаду. При охолодженні пробірки осад розчиняється.

Загальні реакції аніонів II аналітичної групи

З нітратом срібла

в розчині 2 М азотної кислоти

Виконання реакції. У дві пробірки вміщують по 3-4 краплі розчину досліджуваного іона, додають по 2-3 краплі розчину нітрату срібла, 2-3 краплі 2 М розчину азотної кислоти. Спостерігають утворення осадів та вивчають їх розчинність у 12%-вому розчині $(NH_4)_2CO_3$ і розчині NH_3 .

Характерні реакції аніонів II аналітичної групи

Реакції Cl^- -іонів

1. Реакція з дихроматом калію – реакція утворення хлористого хромилу

Виконання реакції. В одну пробірку вміщують біля 50 мг твердого NaCl, змішаного з потрійним об'ємом твердого $K_2Cr_2O_7$. Суміш змочують 4-5 краплями розчину конц. сірчаної кислоти. Пробірку поміщають на киплячу водяну баню, при цьому починає виділятися бурий газ. Скляну паличку змочують розчином гідроксиду натрію або розчином конц. гідроксиду амонію та обережно, *не торкаючись стінок пробірки*, вносять її в пробірку. При цьому хлорид хромилу, що виділяється, реагує з розчином лугу на

скляній паличці, утворюючи хромат-іони. Через декілька хвилин обережно виймають скляну паличку та занурюють її в наступну пробірку, в яку попередньо помістили 2-3 краплі розчину сірчаної кислоти, 3-4 краплі суміші ізоамілового спирту з ефіром і 3-4 краплі розчину пероксиду водню. Відзначають забарвлення органічного шару.

2. Реакція з окисниками ($KMnO_4$)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 5-6 крапель розчину Cl^- -іонів, додають 5 крапель 10%-вого розчину перманганату калію, 2-3 краплі розчину конц. сірчаної кислоти та підігрівають на киплячій водяній бані. Краплю отриманої суміші наносять на йодид-крахмальну бумагу та відзначають колір.

Реакції Br^- -іонів

Реакція з окисниками (хлорна вода)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-4 краплі розчину Br^- -іонів, додають 2-3 краплі розчину сірчаної кислоти, 4-5 крапель хлороформу і по краплям при постійному струшуванні свіжовиготовлену хлорну воду. Відзначають забарвлення органічного шару.

Реакції I^- -іонів

Реакція з окисниками (хлорна вода)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-4 краплі розчину I^- -іонів, додають 2-3 краплі розчину сірчаної кислоти, 4-5 крапель хлороформу і по краплям при постійному струшуванні свіжовиготовлену хлорну воду. Відзначають появу забарвлення органічного шару, його знебарвлення.

Реакції SCN^- -іонів

1. Реакція з солями кобальту(II)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 6-7 крапель розчину SCN^- -іонів, додають 2-3 краплі розчину нітрату кобальту, 5-6 крапель суміші ізоамілового спирту з ефіром і струшують суміш. Відзначають появу забарвлення органічного шару.

2. Реакція з солями заліза(III)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 2-3 краплі розчину SCN^- -іонів і додають 3-4 краплі розчину нітрату заліза(III). Відзначають колір розчину.

Реакції S^{2-} -іонів

1. Реакція з мінеральними кислотами

Виконання реакції. У пробірку вміщують (під тягою!) 3-4 краплі розчину S^{2-} -іонів, додають 3-4 краплі розчину хлороводневої кислоти. Відчувається характерний запах. До отвору пробірки підносять стрічку фільтровального паперу, змоченого розчином ацетату свинця. Спостерігають зміну кольору паперу.

2. Реакція з солями кадмію

Виконання реакції. У пробірку вміщують (під тягою!) 2-3 краплі розчину S^{2-} -іонів, додають 2-3 краплі розчину нітрату кадмію, відзначають утворення осаду та його колір.

3. Реакція з нітропрусидом натрію

Виконання реакції. У пробірку вміщують (під тягою!) 2-3 краплі розчину S^{2-} -іонів, додають 3-4 краплі розчину лугу або аміаку і краплю розчину нітропрусиду натрію. Відзначають забарвлення розчину.

Реакції бензоат-іонів $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$

Реакція з хлоридом заліза(III)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 5-6 крапель розчину $C_6H_5COO^-$ -іонів і повільно по краплям додають розчин хлориду заліза(III) до утворення осаду. Відзначають колір осаду.

Характерні реакції аніонів III аналітичної групи

Реакції NO_3^- -іонів

1. Реакція з дифеніламіном

Виконання реакції. У фарфорову чашку вміщують 3-4 краплі розчину дифеніламіну і краплю розчину NO_3^- -іонів, перемішують та спостерігають колір суміші.

2. Реакція з металевим Al або Zn

Виконання реакції. У пробірку вміщують 5-6 крапель розчину NO_3^- -іонів, 5-6 крапель розчину гідроксиду натрію та декілька шматочків металевого алюмінію або цинку. Суміш поміщають на киплячу водяну баню. Відчувається характерний запах аміаку, який виявляють за посинінням червоного лакмусового паперу, змоченого водою.

3. Реакція з сульфатом заліза(II) и конц. сірчаною кислотою

Виконання реакції. У пробірку вміщують 4-5 крапель розчину NO_3^- -іонів, 6-8 крапель розчину сульфату заліза(II) і обережно по стінці пробірки додають 2-3 краплі розчину конц. сірчаної кислоти. Спостерігають появу забарвленого кільця.

4. Реакція з антипірином

Виконання реакції. У фарфорову чашку вміщують 3-4 краплі розчину NO_3^- -іонів, 5 крапель 5%-вого розчину антипірину та 3-4 краплі розчину конц. сірчаної кислоти. Відзначають появу забарвлення розчину.

Реакції NO_2^- -іонів

1. Реакція з мінеральними кислотами

Виконання реакції. У пробірку вміщують 2-3 краплі розчину NO_2^- -іонів, додають 2-3 краплі розчину сірчаної кислоти. Виділяються забарвлені пари оксидів азоту.

2. Реакція з йодидом калію

Виконання реакції. У пробірку вміщують 2-3 краплі розчину NO_2^- -іонів, 3-4 краплі розчину сірчаної кислоти, краплю свіжовиготовленого розчину крохмалю і 2-3 краплі йодиду калію. Відзначають колір суміші.

3. Реакція з антипірином

Виконання реакції. У фарфорову чашку вміщують 3-4 краплі розчину NO_2^- -іонів, 5 крапель 5%-вого розчину антипірину та 1 краплю розчину конц. сірчаної кислоти. Відзначають появу забарвлення розчину.

Реакція виявлення NO_2^- -іонів та NO_3^- -іонів при їх сумісній присутності в розчині

У фарфорову чашку вміщують по 2-3 краплі розчинів NO_2^- -іонів та NO_3^- -іонів і додають 5-6 крапель 5%-вого розчину антипірину. У центр чашки обережно додають **одну краплю розчину** конц. сірчаної кислоти. З'являється зелене забарвлення нітрузоантипірину (виявлення NO_2^- -іонів). Додають ще 5 крапель розчину конц. сірчаної кислоти. З'являється червоне забарвлення нітроантипірину (виявлення NO_3^- -іонів).

Реакції BrO_3^- -іонів

1. Реакція з сульфатом марганцю в кислому середовищі

Виконання реакції. У пробірку вміщують 5-6 крапель розчину BrO_3^- -іонів, 3-4 краплі розчину сірчаної кислоти, 5-6 крапель розчину сульфату марганцю. Розчин забарвлюється. Пробірку поміщають на киплячу водяну баню. Відзначають випадіння осаду та його колір.

2. Реакція з бромід- або йодид-іонами в кислому середовищі

Виконання реакції. У пробірку вміщують 3-4 краплі розчину BrO_3^- -іонів, 2-3 краплі розчину сірчаної кислоти, 4-5 крапель хлороформу, 2-3 краплі бромід- або йодид-іонів. Суміш струшують та відзначають забарвлення органічного шару.

Реакції ацетат-іонів CH_3COO^-

1. Реакція з мінеральними кислотами

Виконання реакції. У пробірку вміщують 5-6 крапель розчину CH_3COO^- -іонів, додають 2-3 краплі розчину сірчаної кислоти та поміщають на киплячу водяну баню. З'являється характерний запах.

2. Реакція з хлоридом заліза(III)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 6-7 крапель розчину CH_3COO^- -іонів, додають 2-3 краплі розчину хлориду заліза(III). Розчин забарвлюється. Пробірку поміщають на киплячу водяну баню на декілька хвилин. Спостерігають випадіння осаду.

3. Реакція утворення ефірів

Виконання реакції. У пробірку вміщують 4-5 крапель конц. розчину CH_3COO^- -іонів або декілька кристалів CH_3COONa , додають 3-4 краплі розчину конц. сірчаної кислоти та 5-6 крапель етилового спирту. Суміш нагрівають на киплячій водяній бані 1-2 хвилини. З'являється приємний запах утвореного етилацетату.

Реакції саліцилат-іонів $\text{C}_6\text{H}_4\text{OHCOO}^-$

Реакція з хлоридом заліза(III)

Виконання реакції. У пробірку вміщують 5-6 крапель розчину $\text{C}_6\text{H}_4\text{OHCOO}^-$ -іонів, додають краплю розчину хлориду заліза(III), відзначають колір розчину.

7. НАГЛЯДНІ МАТЕРІАЛИ, ТЗ НАВЧАННЯ І КОНТРОЛЮ

7.1. Табличний фонд за темою заняття.

7.2. Навчальні посібники.

7.3. Картки для виявлення вихідного рівня знань-умінь; контрольні питання; тести.

МЕТОДИ РОЗДІЛЕННЯ І КОНЦЕНТРУВАННЯ РЕЧОВИН В АНАЛІТИЧНІЙ ХІМІЇ

При проведенні хімічного аналізу часто доводиться виявляти речовину в присутності інших речовин, або, коли її концентрація дуже мала, або, коли концентрація незначна і є домішки заважаючих речовин. У таких випадках необхідно проводити *розділення* або *концентрування* речовин.

Розділення – це операція (процес), у результаті якої компоненти, які складають суміш, відділяють один від одного, причому їх концентрації можуть відрізнятися або бути близькими одна до одної.

Концентрування – це операція (процес), у результаті якої підвищується відношення концентрації мікрокомпоненту до концентрації макрокомпоненту. У цих випадках концентрації компонентів, які розділяють, різко відмінні.

Розрізняють *індивідуальне* (виділення одного або послідовно декількох мікрокомпонентів) і *групове* концентрування (одночасне виділення декількох мікрокомпонентів).

Розрізняють також *абсолютне* і *відносне* концентрування.

При абсолютному концентруванні мікрокомпоненти переходять з більшої маси зразка до меншої, при цьому підвищується концентрація мікрокомпоненту.

При відносному концентруванні збільшується відношення між мікрокомпонентами і перешкоджаючими макрокомпонентами.

Класифікація методів розділення і концентрування

До найбільш поширених методів розділення і концентрування відносяться наступні.

Методи випаровування основи, в якій утримується компонент, що концентрують. Розрізняють *упарювання* (по закінченні процесу

випаровування частина основи залишається в системі) та *випарування* (випарування основи, при якому остання видаляється повністю).

Озолення – метод, при якому вихідний досліджуваний матеріал шляхом термічної обробки у повітрі перетворюють у мінеральний залишок – золу. Застосовують тоді, коли визначаємий компонент розподілений у великій масі основи, яку можна спалити.

Осадження та співосадження. Осадження засновано на різній розчинності сполук. Співосадження полягає в одночасному осадженні зазвичай розчинного мікрокомпоненту з випаданим в осад макрокомпонентом з одного й того ж розчину внаслідок утворення змішаних кристалів, адсорбції та ін.

Кристалізація – метод, який застосовують для концентрування домішок.

Екстракція – сукупність методів, заснованих на використанні відмінної розчинності компонента, що вилучають, у двох контактуючих фазах, які не змішуються (двох рідких або рідкій та твердій).

Сорбційні методи – засновані на використанні різноманітностей у спроможності компонентів, які розділяють або концентрують, поглинатися речовинами-носіями.

Хроматографічні методи – засновані на різноманітності у спорідненості компонентів, які розділяють, і які пересуваються з рухомою фазою, до нерухомої фази.

СПІВОСАДЖЕННЯ

Зазвичай при утворенні твердої фази в осад переходять в більшій або меншій кількості такі компоненти, котрі самі по собі не осаджуються за даних умов. Це явище називається *співосадженням*.

Наприклад, при осадженні BaSO_4 із розчину захоплюються осадом іони MnO_4^- , Cl^- , Fe^{3+} та інші, причому захоплені домішки не відмиваються водою.

Головними причинами співосадження буває *адсорбція*, *оклюзія*, *ізоморфізм* та деякі інші.

Адсорбцією називається поглинання речовини поверхнею твердого тіла (адсорбента).

Процес адсорбції є зворотнім, тобто адсорбовані частинки знаходяться в рівновазі з частинками в розчині.

Адсорбція іонів на поверхні осаду має ряд особливостей, пов'язаних із вибірковою адсорбцією іонів іонним кристалом із зарядом іонів. Осад адсорбує з розчину ті іони, котрі утворюють найменш розчинну сполуку з одним з іонів осаду. У першу чергу на поверхні осаду адсорбуються іони, що входять до складу осаду та у розчині є у надлишку. За рештою рівних умов адсорбція іону збільшується зі збільшенням його заряду. Кількість адсорбованих іонів зростає також зі збільшенням поверхні осаду, тобто дрібнокристалічні та аморфні осади адсорбують більше іонів, ніж великокристалічні. Зі збільшенням температури адсорбція зменшується.

Оклюзією називається вид співосадження, при якому відбувається захоплювання домішок з розчину всередину кристалу.

Причинами оклюзії є: адсорбція іонів на поверхні кристалів, що ростуть (внутрішня адсорбція), захоплення маточного розчину, який потрапляє до порожнин та тріщин в осаді (інклюдія), утворення хімічних сполук між осадом і співосаджуваними домішками (хімічна оклюзія).

Ізоморфізм – властивість іонів заміщувати один одного в кристалі з утворенням змішаних кристалів або твердих розчинів.

Прикладами ізоморфної інклюдії можуть служити часткове заміщення іонів NH_4^+ на іони K^+ в $\text{MgNH}_4\text{PO}_4\downarrow$, іонів Br^- на іони Cl^- в $\text{AgBr}\downarrow$, іонів Ba^{2+} на іони Pb^{2+} в $\text{BaSO}_4\downarrow$.

У процесів співосадження є свої негативні та позитивні сторони. Співосадження часто є джерелом похибок при розділенні або виділенні елементів методом осаждения, оскільки відбувається заґрязнення осаду. У той же час на процесах співосадження засновано виділення мікродомішок з розчину та їх концентрування.

ЕКСТРАКЦІЯ

Екстракція – це процес розподілення речовини між двома незмішними (або обмежено змішними) рідинами, зазвичай між водою та органічним розчинником.

Таке розподілення розчиненої речовини між двома незмішними рідкими фазами є рівноважним процесом, який описують за допомогою закону діючих мас:



де A_B і A_O – речовина A у воді та органічному розчиннику відповідно.

Кількісно цей процес характеризується *законом розподілення Нернста*:

$$P = \frac{[A]_O}{[A]_B},$$

де $[A]_O$ і $[A]_B$ – концентрації однієї й тієї ж речовини в органічній і водній фазах відповідно;

P – константа розподілення.

Константа розподілення P дорівнює відношенню концентрацій (точніше активностей) однієї й тієї ж форми речовини в обох фазах і при постійній температурі є величиною постійною, яка не залежить від загальної концентрації розчиненої речовини.

Часто екстракція супроводжується процесами сольватації, іонізації, полімерізації, хімічними реакціями або іншими перетворюваннями. Тоді рівноважний стан у системі характеризується *коефіцієнтом розподілення E* :

$$E = \frac{[A_1]_O + [A_2]_O + [A_i]_O}{[A_1]_B + [A_2]_B + [A_i]_B}$$

E – це відношення сумарних концентрацій всіх форм речовини, що екстрагують, в органічній фазі до сумарної концентрації всіх його форм у водній фазі.

Практично зручніше екстрагуванність виражати через *ступінь вилучення* (відсоток екстракції) R , який представляє собою виражене у % відношення сумарної кількості речовини, що екстрагують, в органічній фазі до її загальної кількості в обох фазах:

$$R = \frac{E}{E + \frac{V_B}{V_O}} \cdot 100$$

де V_B і V_O – об'єми водної та органічної фаз відповідно.

Зазвичай достатнім вилученням речовини вважають, коли ступінь вилучення складає 99 або 99,9 %.

Ефективність екстракційного розподілення двох речовин характеризують *фактором розділення*:

$$F = \frac{E_1}{E_2},$$

де E_1 і E_2 – коефіцієнти розподілення першої та другої речовини.

Якщо одноразова екстракція не забезпечує достатнього ступеня вилучення, то R можна підвищити за рахунок збільшення об'єму екстрагенту або удаючись до багаторазової послідовної екстракції. Тоді ступінь вилучення після n -кратної екстракції дорівнює:

$$R = \left[1 - \frac{1}{\left(1 + E \cdot \frac{V_O}{V_B} \right)^n} \right] \cdot 100, \text{ звідки}$$

$$n = \lg \left(\frac{1}{1 - \frac{R}{100}} \right) : \lg \left(1 + E \cdot \frac{V_o}{V_B} \right)$$

Метод екстракції широко застосовується в якісному та кількісному фармацевтичному аналізі.

ХРОМАТОГРАФІЯ

Хроматографія – це фізико-хімічний процес розділення речовин, заснований на розподіленні компонентів між двома фазами – *нерухомою фазою* (НФ) і *рухомою фазою* (РФ).

Рухома фаза (газ, рідина) в процесі хроматографування безперервно переміщується вздовж нерухомої фази (тверде тіло, рідина), так що частки речовин, які хроматографують, переносяться разом з РФ та можуть багаторазово переходити з рухомої фази до нерухомої та навпаки.

Існують різні підходи до класифікації хроматографічних методів.

Класифікація за механізмом розділення речовин

Адсорбційна хроматографія – заснована на використанні неоднакової спроможності розділяємих компонентів адсорбуватися на поверхні твердого сорбенту.

Розподільна хроматографія – заснована на використанні різної розчинності розділяємих речовин у нерухомій фазі або на відмінності в розчинності речовин у рухомій та нерухомій рідких фазах.

Іонообмінна хроматографія – заснована на використанні різної здібності іонів розподіляємих компонентів, які знаходяться в рухомій фазі до обміну з іонами нерухомої фази.

Хеміхроматографія – заснована на використанні різної здібності компонентів розділяємої суміші вступати в ті або інші хімічні реакції з

реагентами, які входять до складу нерухомої фази. При цьому виділяють такі види хеміхроматографії, як *осадова, окисно-відновна, лігандна (комплексоутворювальна), біоспецифічна* хроматографія.

Ексклюзивна (ситова, проникаюча) хроматографія – заснована на використанні відмінностей між розмірами та формами молекул розділяємих речовин.

Інші хроматографічні методи, наприклад, електрохроматографія (електрофорез), заснована на використанні неоднакової спроможності різних іонів у розчині переміщуватися під дією зовнішнього електричного поля.

Класифікація за агрегатним станом фаз

Рухома фаза може являти собою газ або рідину, а нерухома фаза – тверду речовину або рідину. У залежності від природи фаз виділяють: газорідинну та газоадсорбційну, рідинно-рідинну, рідинно-адсорбційну та високоефективну рідинну хроматографії.

Класифікація за технікою експерименту

Зазвичай розрізняють *колоночну, капілярну, площинну (тонкошарову, паперову)* хроматографію.

Класифікація за способом отримання хроматографи

За способом отримання хроматограм розрізняють *фронтальну, елюентну (проявну), витисну* хроматографію.

Фронтальна хроматографія. У заповнену сорбентом хроматографічну колонку *безперервно* вводять досліджуваний розчин, що вміщує розчинник та розподіляемі компоненти. На початку хроматографування з колонки виходить чистий розчинник. Потім, коли сорбент насититься найменш сорбованою речовиною, вона з'явиться у розчині, який виходить з колонки (елюаті). Коли сорбент насититься іншою, більш сорбованою речовиною,

елюат буде вміщувати обидві речовини. Таким чином, фронтальна хроматографія дозволяє відділити тільки один компонент.

Елюентна (проявна) хроматографія. Спочатку в хроматографічну колонку, заповнену сорбентом, вводять розчин розділюваних речовин у розчиннику. Потім ці речовини вимивають (елююють) чистим розчинником (елюентом).

При елююванні чистим розчинником компоненти переміщуються вздовж сорбенту з різною швидкістю. Компонент, що є менш спорідненим до нерухомої фази, переноситься швидше. При достатній довжині колонки компоненти повністю розділяються: попервах елююється менш сорбований компонент, потім наступний компонент і так далі. Елюентна хроматографія дозволяє практично повністю розділити компоненти досліджуваної суміші, але призводить до зменшення їх концентрації в елюаті.

Витисна хроматографія. Цей метод відрізняється від попереднього тим, що в якості елюенту застосовують не чистий розчинник, а деяку речовину, в якій спорідненість до сорбенту більше, ніж у компонентів суміші. Речовина, таким чином, відіграє роль *витискача*: вона витісняє компоненти суміші з нерухомої фази.

Тонкошарова хроматографія

Тонкошарова хроматографія (ТШХ) являє собою різновидність площинної хроматографії, при якій адсорбент використовують у вигляді тонкого шару на пластинці.

У 2-3 см від краю пластинки на стартову лінію наносять пробу досліджуваної рідини, та край пластинки занурюють у розчинник, який діє як рухома фаза рідинної адсорбційної хроматографії. Під дією капілярних сил розчинник пересувається вздовж слою сорбенту та з різною швидкістю переносить компоненти суміші. Розділювані компоненти утворюють на пластинці окремі зони (плями), положення яких на хроматограмі

характеризується *коефіцієнтом рухомості* R_f , який обчислюють з експериментальних даних за формулою:

$$R_f = \frac{x}{L},$$

де x – відстань від стартової лінії до центра зони;

L – відстань, яку пройшов розчинник за той же час.

На величину R_f впливають якість та активність сорбенту, його вологість, товщина шару, якість розчинника, температура та інші фактори. Тому на практиці часто користуються *відносним коефіцієнтом рухомості* R_s :

$$R_s = \frac{R_f}{R_{f_{ст}}},$$

де $R_{f_{ст}} = \frac{x_{ст}}{L}$

Стандартна речовина (свідок) у тому ж розчиннику наноситься на стартову лінію поряд з досліджуваною пробою і, таким чином, хроматографується в тих же умовах.

По закінченні хроматографування зони на хроматограмі проявляють хімічним або фізичним способом. При хімічному способі пластинку обробляють розчином реактиву, який взаємодіє з компонентом суміші.

У теперішній час ТШХ є одним із важливіших методів аналітичної хімії.

Розподільна паперова хроматографія

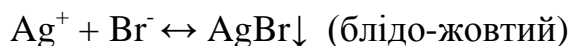
Розподільна хроматографія заснована на використанні різниці в розчинності розподіляємої речовини в двох контактуючих незмішних рідких фазах. При переміщенні рідкої РФ здовж рідкої ж НФ хроматографовані речовини безперервно перерозподілюються між обома рідкими фазами.

Осадова хроматографія

Осадова хроматографія заснована на використанні хімічних реакцій осадження розподіляємих компонентів з реагентом-осадником, який входить до складу нерухомої фази. Розділення відбувається внаслідок *неоднакової розчинності сполук, що утворюються* і які переносяться рухомою фазою з різною швидкістю: менш розчинні речовини уносяться з РФ повільніше, ніж більш розчинні.

Наприклад, для розділення галогенід-іонів Cl^- , Br^- і I^- , які одночасно знаходяться у досліджуваному водному розчині, використовують хроматографічну колонку, заповнену сорбентом – оксидом алюмінію або кремнію, просоченим розчином нітрату срібла.

Крізь хроматографічну колонку пропускають водний розчин, який вміщує суміш розподіляємих аніонів. Аніони взаємодіють з катіонами срібла Ag^+ , утворюючи малорозчинні осадки галогенідів срібла:



Розчинність галогенідів срібла у воді збільшується в послідовності: $\text{PP}(\text{AgI}\downarrow) = 8,3 \cdot 10^{-17} < \text{PP}(\text{AgBr}\downarrow) = 5,3 \cdot 10^{-13} < \text{PP}(\text{AgCl}\downarrow) = 1,78 \cdot 10^{-10}$.

Тому спершу буде утворюватися жовтий осад йодиду срібла, як найменш розчинного і на хроматограмі буде спостерігатися жовта (верхня) зона. Потім утворюється зона осаду бромиду срібла блідо-жовтого кольору (середня зона). В останню чергу утворюється білий осад хлориду срібла – нижня біла зона, яка темніє на світлі внаслідок розкладання хлориду срібла з виділенням металевого срібла.

У результаті отримують *первинну осадову хроматограму*.

Для більш чіткого розділення зон після отримання первинної хроматограми крізь колонку пропускають чистий розчинник до отримання *вторинної осадової хроматограми* з чітким розділенням зон осадів.

АНАЛІЗ СУМІШ АНІОНІВ I-III АНАЛІТИЧНИХ ГРУП

Попередні випробування

Визначення рН середовища

Якщо $\text{pH} < 2$, то в досліджуваному розчині відсутні аніони нестійких кислот, які розкладаються в кислому середовищі: SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- .

У кислому середовищі при $\text{pH} \leq 5$ також не можуть бути присутніми одночасно аніони-відновники і аніони-окисники, наприклад, I^- і NO_2^- , I^- і AsO_4^{3-} , NO_2^- і AsO_3^{3-} та ін., оскільки вони реагують один з одним.

У лужному середовищі можуть бути присутніми всі аніони.

Проба на присутність аніонів I аналітичної групи

У пробірку вміщують 4-5 крапель досліджуваного розчину, доводять (при необхідності) значення рН до 7-9, додають 4-5 крапель розчину хлориду барію.

Утворення осаду вказує на присутність аніонів I аналітичної групи.

Якщо осад не випадає, то зазначені аніони відсутні в розчині, але $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ і AsO_3^{3-} можуть бути присутніми, оскільки їх осад утворюються тільки з концентрованих розчинів.

У разі утворення осаду отриману суміш розчину з осадом підкислюють розчином хлороводневої кислоти. Якщо осад розчинився не повністю, то це означає, що в досліджуваному розчині присутні SO_4^{2-} -іони. Повне розчинення осаду вказує на відсутність SO_4^{2-} -іонів в досліджуваному розчині.

Проба на присутність аніонів II аналітичної групи

У пробірку вміщують 4-5 крапель досліджуваного розчину, додають 4-5 крапель розчину нітрату срібла і 2-3 краплі розведеної азотної кислоти.

Віпадиння осаду свідчить про присутність у розчині аніонів II аналітичної групи.

Проба на присутність аніонів-окисників

У пробірку вміщують 5-6 крапель досліджуваного розчину, додають 2 краплі розведеної сірчаної кислоти, 5 крапель хлороформу, 2-3 краплі розчину йодиду калію та збовтують.

Поява фіолетового забарвлення хлороформного шару указує на можливу присутність аніонів – BrO_3^- , AsO_4^{3-} , NO_2^- , NO_3^- , MnO_4^- , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.

Проба на присутність аніонів-відновників

▪ До 5-6 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі розведеної сірчаної кислоти, 2-3 краплі розчину перманганату калію.

Якщо розчин знебарвився, то в ньому можуть бути присутні аніони – S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_3^{3-} , NO_2^- , Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , CN^- .

Якщо розчин не знебарвився, то його обережно нагрівають на водяній бані до 70-80°C, оскільки $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ -іони окисляються тільки при нагріванні.

▪ До 3-4 крапель досліджуваного розчину додають краплю розведеної сірчаної кислоти та 2-3 краплі розчину йоду.

Знебарвлення розчину указує на можливу присутність у ньому аніонів – S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_3^{3-} .

Проба на присутність аніонів нестійких кислот

У пробірку вміщують 4-5 крапель досліджуваного розчину, додають 1-2 краплі розведеної сірчаної кислоти і обережно нагрівають на киплячій водяній бані.

Виділення бульбашок газу вказує на можливу присутність у розчині аніонів SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , S^{2-} , NO_2^- .

Жовто-бурий колір газів оксидів азоту свідчить про наявність NO_2^- -іонів у розчині з можливою присутністю і інших аніонів нестійких кислот. Помутніння розчину при його підкисленні свідчить про наявність у ньому $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ -іонів, які розкладаються з виділенням елементарної сірки.

Виявлення аніонів

З урахуванням даних, отриманих у попередніх випробуваннях, роблять заключення про можливу присутність тих чи інших аніонів у досліджуваному розчині, після чого виявляють їх *дробним методом* і, застосовуючи *систематичний хід аналізу* для деяких сумішей аніонів.

Виявлення SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, S^{2-} -іонів

Якщо проба на присутність відновників розчином I_2 була позитивною, то в окремій порції початкового розчину виявляють аніони SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, S^{2-} .

Виявлення і відділення S^{2-} -іонів

До краплі лужного досліджуваного розчину додають краплю розчину нітропрусиду натрію. Поява червоно-фіолетового забарвлення указує на присутність S^{2-} -іонів.

Якщо S^{2-} -іони виявлено, то до 5 крапель розчину додають трохи твердого CdCO_3 , взбовтують, суміш центрифугують і перевіряють повноту осадження, діючи на краплю розчину нітропрусидом натрію:



Осад 1 промивають, жовтий колір осаду підтверджує присутність S^{2-} -іонів. S^{2-} -іони також виявляють за виділенням $\text{H}_2\text{S}\uparrow$ при дії на осад 1 розведеної хлороводневої кислоти.

Виявлення $S_2O_3^{2-}$ -іонів

До 2 крапель розчину 1 (або початкового досліджуваного розчину, якщо S^{2-} -іони відсутні) додають 3-4 краплі 2 М розчину HCl і суміш нагрівають на киплячій водяній бані. Утворення білої або жовтуватої каламуті (сірка) указує на присутність $S_2O_3^{2-}$ -іонів.

Виявлення SO_3^{2-} -іонів і SO_4^{2-} -іонів

Якщо виявлено $S_2O_3^{2-}$ -іони, то до розчину 1, що залишився, додають розчин $Sr(NO_3)_2$ або $SrCl_2$ до повного осадження. Утворений осад ($SrSO_3\downarrow$, $SrSO_4\downarrow$) ретельно промивають (для відділення $S_2O_3^{2-}$ -іонів), збовтують з 3-4 краплями води і ділять каламутну рідину на дві частини.

Виявлення SO_3^{2-} -іонів. До однієї частини додають 2-3 краплі 2 М розчину HCl і по краплям розчин I_2 . Знебарвлення його свідчить про присутність SO_3^{2-} -іонів.

Виявлення SO_4^{2-} -іонів. На іншу порцію осаду діють 2 краплями розчину $BaCl_2$ (для переведення $SrSO_4\downarrow$ в менш розчинну сіль – $BaSO_4\downarrow$) і надлишком 2 М розчину HCl. Нерозчинність у ній осаду указує на присутність SO_4^{2-} -іонів.

SO_4^{2-} -іони також виявляють у попередніх випробуваннях.

Виявлення CO_3^{2-} -іонів

у присутності SO_3^{2-} і $S_2O_3^{2-}$ -іонів

Якщо попередньо була виявлена присутність SO_3^{2-} і $S_2O_3^{2-}$ -іонів, то їх попередньо окислюють додаванням 5-6 крапель 3%-вого розчину H_2O_2 . Потім CO_3^{2-} -іони виявляють реакцією з мінеральними кислотами.

Виявлення Cl^- , Br^- , I^- іонів

Якщо в попередніх дослідженнях виявлено присутність аніонів II аналітичної групи, то в окремій порції початкового розчину виявляють аніони Cl^- , Br^- , I^- .

Виявлення Cl^- , Br^- , I^- іонів

До 3-4 крапель досліджуваного розчину додають декілька крапель розчину AgNO_3 , 2-3 краплі розведеної азотної кислоти, домагаються повноти осадження. Осад відділяють центрифугуванням і промивають водою:

<u>осад 1</u>	<u>розчин 1</u>
$\text{AgCl}\downarrow, \text{AgBr}\downarrow, \text{AgI}\downarrow$	відкидають

Розчинення $\text{AgCl}\downarrow$ та виявлення Cl^- іонів

Осад 1 ретельно збовтують 1 хвилину з 20-30 краплями 12%-вого розчину $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Суміш центрифугують і промивають:

<u>осад 2</u>	<u>розчин 2</u>
$\text{AgBr}\downarrow, \text{AgI}\downarrow$	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+, \text{Cl}^-$

До розчину 2 додають по краплям розчин KBr . При наявності в ньому Cl^- іонів утворюється інтенсивне помутніння (за рахунок утворення $\text{AgBr}\downarrow$), що свідчить про наявність Cl^- іонів у досліджуваному розчині.

Переведення Br^- , I^- іонів у розчин

До осаду 2 додають 5-6 крапель води, 5-6 крапель 1 М розчину сірчаної кислоти і декілька шматочків металевого цинку, суміш нагрівають на киплячій водяній бані протягом декілька хвилин, після чього осад відділяють центрифугуванням і відкидають:

<u>осад 3</u>	<u>розчин 3</u>
Zn↓, Ag↓	Br ⁻ , I ⁻
відкидають	

Виявлення Br⁻, I⁻-іонів

2 краплі розчину 3 підкислюють 2-3 краплями розчину сірчаної кислоти, додають 4-5 крапель хлороформу і виявляють Br⁻, I⁻-іони дією хлорної води, додаючи її по краплям.

Виявлення PO₄³⁻, AsO₃³⁻, AsO₄³⁻-іонів

Якщо в попередніх дослідженнях виявлено прсутність аніонів I аналітичної групи, то в окремій порції початкового розчину виявляють аніони PO₄³⁻, AsO₃³⁻, AsO₄³⁻.

Відділення AsO₄³⁻ і PO₄³⁻-іонів від AsO₃³⁻-іонів

До 5-6 крапель досліджуваного розчину додають 5-6 крапель магнезіальної суміші. Якщо осад випадає не зразу, потирають стінки пробірки скляною паличкою. Через 15 хвилин утворений осад відділяють центрифугуванням і промивають водою, яка містить декілька крапель NH₄OH:

<u>осад 1</u>	<u>розчин 1</u>
MgNH ₄ AsO ₄ ↓, NH ₄ MgPO ₄ ↓	AsO ₃ ³⁻

Виявлення AsO_3^{3-} -іонів

Розчин 1 підкислюють декількома краплями 2 М розчину HCl, нагрівають на киплячій водяній бані і додають до нього H_2S . Випадіння жовтого осаду, який розчиняється в NH_4OH та знову випадає при підкисленні розчину, свідчить про присутність AsO_3^{3-} -іонів.

Виявлення AsO_4^{3-} и PO_4^{3-} -іонів

Осад 1 розчиняють у декількох краплях 2 М розчину CH_3COOH і в окремих порціях розчину виявляють AsO_4^{3-} і PO_4^{3-} -іони.

Виявлення AsO_4^{3-} -іонів. До 2-3 крапель отриманного розчину додають 2-3 краплі концентрованої хлороводневої кислоти, 1 краплю розчину йодиду калію і 2-3 краплі хлороформу. Поява при збовтуванні фіолетового забарвлення органічного шару свідчить про присутність AsO_4^{3-} -іонів.

Виявлення PO_4^{3-} -іонів. До 3-4 крапель отриманого розчину додають 3-4 краплі молібденової рідини в присутності винної кислоти. Суміш нагрівають на водяній бані при температурі не вище $50^\circ C$. Випадіння жовтого осаду підтверджує наявність PO_4^{3-} -іонів.

На підставі одержаних результатів досліджень роблять висновок про виявлені аніони в досліджуваному розчині.

Заняття № 8

1. ТЕМА: Підсумкове заняття з теорії та практики аналізу аніонів I-III аналітичних груп, методам розділення і концентрування

2. МЕТА: Закріпити знання з теорії та практики аналізу аніонів I-III аналітичних груп, перевірити засвоєння студентами вивченого матеріалу та вміння застосовувати його для аналізу та рішення розрахункових задач

3. ЦІЛЬОВІ ЗАДАЧІ

3.1. Перевірити та закріпити знання з окисно-відновних рівноваг та їх ролі в аналітичній хімії.

3.2. Перевірити знання з методів розділення та концентрування речовин в аналітичній хімії.

3.3. Закріпити вміння розв'язувати розрахункові задачі з вивчених тем.

3.4. Сформувати чіткі уявлення про дробний аналіз аніонів і систематичний хід аналізу деяких сумішей аніонів I-III аналітичної груп.

4. ПЛАН І ОРГАНІЗАЦІЙНА СТРУКТУРА ЗАНЯТТЯ

4.1. Організаційний момент	5 хв
4.2. Письмовий контроль рівня знань	30 хв
4.4. Індивідуальна бесіда	80 хв
4.5. Тестовий контроль.....	40 хв
4.6. Перевірка протоколів.....	20 хв
4.8. Заключне слово викладача, вказівки до наступного заняття..	5 хв

5. ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ СТУДЕНТІВ

5.1. Повторити теоритичний матеріал занять 9 і 10.

5.2. Повторити характерні реакції та аналіз суміші аніонів I-III аналітичних груп.

5.3. Вивчити програмний матеріал з даної теми згідно запропо-нованому переліку питань, розв'язати наведені нижче задачі, проробити тестові завдання.

Питання з вивченого розділу якісного аналізу

I. Окисно-відновні рівноваги в аналітичній хімії

1. Окисно-відновні реакції, їх механізм.
2. Окисно-відновні потенціали редокс-пар.
3. Потенціал реакції (ЕРС). Напрямок перебігу окисно-відновний реакцій.
4. Вплив різних факторів на значення ОВ потенціалів і напрямок перебігу реакцій окислення-відновлення.
5. Повнота перебігу окисно-відновних реакцій. Константа рівноваги ОВР.
6. Застосування окисно-відновних реакцій в якісному аналізі.

II. Методи розділення і концентрування речовин в аналітичній хімії

1. Сутність і класифікація методів розділення і концентрування. Значення в аналітичній хімії.
2. Осадження і співосадження. Поняття адсорбції, оклюзії, ізоморфізму.

3. Екстракція в аналітичній хімії. Принцип методу екстракції. Основні закони і кількісні характеристики.

III. Хроматографічні методи аналізу

1. Хроматографія, сутність методу.
2. Класифікація хроматографічних методів аналізу.
3. Адсорбційна хроматографія.
4. Розподільна хроматографія.
5. Площинна хроматографія.
6. Осадова хроматографія.

IV. Хіміко-аналітичні властивості і аналіз аніонів

I-III аналітичних груп

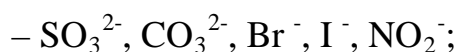
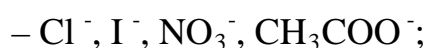
1. Загальна характеристика аніонів. Аналітичні класифікації аніонів. Принцип розділення аніонів на аналітичні групи і групові реагенти. Роль групових реагентів в аналізі аніонів.

2. Хіміко-аналітичні властивості аніонів I-III аналітичних груп.

3. Якісні реакції аніонів I аналітичної групи (SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, PO_4^{3-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{3-}$), II аналітичної групи (Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , S^{2-} , $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$) і III аналітичної групи (NO_3^- , NO_2^- , BrO_3^- , CH_3COO^- , $\text{C}_6\text{H}_4\text{OHCOO}^-$).

4. Аналіз суміші аніонів I-III аналітичних груп.

5. Укладіть схему ходу аналізу і напишіть рівняння реакцій виявлення наступних сумішей аніонів:



- $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, S^{2-} , NO_3^- , NO_2^- ;
- SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , Cl^- , Br^- , NO_3^- ;
- PO_4^{3-} , Cl^- , Br^- , S^{2-} , NO_3^- .

5.3. Розв'язати задачі

Задача 1. З 40 мл водного розчину екстрагують нікель(II) у вигляді диметилглюксимату 10 мл хлороформу, коефіцієнт розподілення нікелю(II) між хлороформом і водою дорівнює 410. Розрахуйте ступінь вилучення нікелю(II) у хлороформ при цих умовах.

Відповідь: 99%.

Задача 2. Коефіцієнт розподілення оксихінолята заліза(III) між водою і бензолом при $\text{pH}=12$ дорівнює 15. Розрахуйте молярну концентрацію заліза(III) у водній фазі після екстракції його з 50 мл водного 0,1 М розчину чотирма порціями бензолу по 10 мл.

Відповідь: $3,9 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

Задача 3. Для стандартних розчинів речовин А і В були отримані наступні значення R_f – відповідно 0,56 і 0,34. При хроматографуванні в тих же умовах невідомого розчину на пластинці були отримані дві плями, розташовані на відстані 5,7 см і 4,3 см. Розчинник теж пройшов відстань у 12,6 см. Встановіть, чи присутні в досліджуваному розчині речовини А і В.

5.4. Приклад розв'язання задач

Задача 1. Коефіцієнт розподілення йоду між хлороформом і водою складає 133. Визначте відношення об'ємів органічної і водної фаз, при якому ступінь вилучення йоду з водного розчину в хлороформ складає 99,9%

Рішення. У формулу розрахунку ступеню вилучення підставляємо данні умови задачі та знаходимо відношення V_B/V_O :

$$99,9 = \frac{133}{133 + \frac{V_B}{V_O}} \cdot 100, \text{ звідки}$$

$$\frac{V_B}{V_O} = \frac{133}{99,9 - 133} \cdot 100 = 0,13.$$

Об'єм органічної фази повинен бути більше об'єму водної фази в 1:0,13 = 7,7 рази.

Відповідь: 7,7 разів.

Приклад виконання завдання з аналізу суміші аніонів I-III аналітичних груп:

Завдання. Визначте склад контрольної задачі, в якій може знаходитись тільки **3 аниони**. Запишіть хімізм реакцій за наведеним описом зовнішнього вигляду лабораторної проби, переліку реакцій з різними реагентами та отриманому при цьому зовнішньому ефекті.

Контрольна задача – прозорий, безбарвний розчин, без запаху, рН = 9. При якісному дробному аналізі отримані наступні результати:

1. А. п. з розчином хлориду барію утворює білий осад, яких після відділення від розчину частково розчиняється в хлороводневій кислоті, при цьому відбувається виділення бульбашок безбарвного газу без запаху.

2. А. п. при дії нітрату срібла в азотнокислому середовищі осаду не утворює.

3. Проба на аніони-окисники з йодидом калію в кислому середовищі – позитивна.

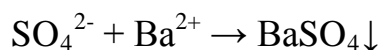
4. Проба на аніони-відновники з перманганатом калію в кислому середовищі – позитивна, з розчином йоду – негативна.

5. А. п. початкового розчину з розчином сірчаної кислоти виділяє газ, який має забарвлення і запах, а пропускання газу крізь вапняну воду зумовлює її помутніння.

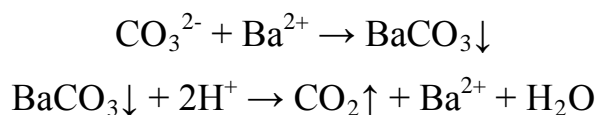
Розв'язання. Проводимо аналіз отриманих результатів на підставі зазначених аналітичних ефектів.

Оскільки контрольна задача є безбарвним розчином, то виключається присутність у розчині забарвлених аніонів (CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^-). При $\text{pH} = 9$ у розчині можуть бути присутніми всі аніони.

1. А. п. з розчином хлориду барію *утворює білий осад*, отже, в суміші присутні аніони I аналітичної групи. Оскільки осад після відділення від розчину *частково розчиняється в хлороводневій кислоті*, виходить, що є суміш осадів: нерозчинного та розчинного в HCl . Нерозчинним осадом в HCl є тільки BaSO_4 . Отже в розчині присутній SO_4^{2-} -іон:



Оскільки при частковому розчиненні осаду в HCl виділяється газ, то в пробі можуть бути присутніми деякі аніони летких кислот, які, у той же час, входять до I аналітичної групи (SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-}). Відділення *безбарвного газу без запаху* свідчить про наявність у розчині тільки CO_3^{2-} -іону:



2. А. п. при дії розчину нітрату срібла в азотнокислому середовищі осаду не утворює, отже, відсутні аніони II аналітичної групи – Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , S^{2-} , $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$.

3. Позитивна проба з йодидом калію в кислому середовищі свідчить про наявність деяких некторіх аніонів-окисників (BrO_3^- , AsO_4^{3-} , NO_3^- , NO_2^-).

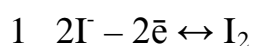
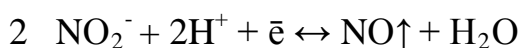
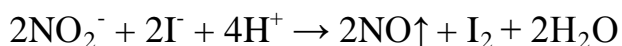
4. Позитивна проба з перманганатом калію в кислому середовищі свідчить про наявність аніонів-відновників (SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, Cl^- , Br^- , I^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, AsO_3^{3-} , NO_2^- , S^{2-} , SCN^- , CN^-).

Але з розчином йоду реакція негативна, отже, сильні відновники – SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_3^{3-} , S^{2-} – відсутні.

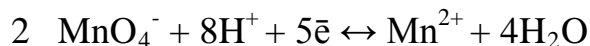
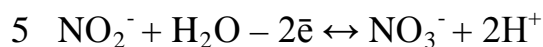
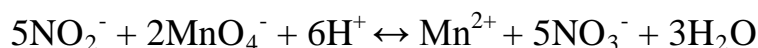
За пунктом 1 однозначно виявлено 2 аніони, отже, залишилось виявити ще 1 аніон.

Оскільки цей аніон виявляє і окисні властивості (пункт 3), і відновні властивості (пункт 4), то є явною його редокс-амфотерність.

Таким аніоном може бути тільки NO_2^- -іон, який виступає в якості окисника з йодидом калію, та в якості відновника при взаємодії з перманганатом калію. Підтвердженням цього є значення потенціалів відповідних редокс-пар.



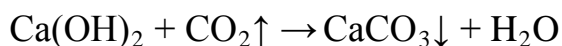
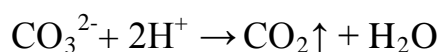
$$E_{\text{NO}_2^-, 2\text{H}^+/\text{NO}\uparrow}^0 = 0,98\text{В}; \quad E_{\text{I}_2/2\text{I}^-}^0 = 0,54\text{В}.$$



$$E_{\text{NO}_2^-/\text{NO}_3^-, 2\text{H}^+}^0 = 0,94 \text{ В}; \quad E_{\text{MnO}_4^-, 8\text{H}^+/\text{Mn}^{2+}}^0 = 1,51 \text{ В}.$$

5. Аналітичні ефекти, описані в пункті 5, підтверджують наявність у початковому розчині CO_3^{2-} і NO_2^- -іонів, які при дії розчину сірчаної кислоти розкладаються з виділенням газоподібних продуктів – $\text{CO}_2\uparrow$, $\text{NO}\uparrow$, $\text{NO}_2\uparrow$.

$\text{CO}_2\uparrow$ зумовлює помутніння вапняної води:



$\text{NO}\uparrow$, $\text{NO}_2\uparrow$ – газоподібні продукти жовто-бурого кольору.

Висновок: до складу контрольної задачі входять наступні аніони – SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , NO_2^- .

Література:

1. Алексеев В. Н. Качественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 349-370, 463-522.
2. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения: Учеб. для вузов / Ю. А. Золотов, Е. Н. Дорохова, В. И. Фадеева и

др. Под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2002. – С. 177-203, 207-236.

4. Пономарев В. Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 85-104, 250-270.

5. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 146-176, 233-262, 450-500.

5.5. Опрацювати тестові завдання

1. Висновок про можливість та напрямок перебігу окисно-відновних процесів можна зробити на підставі:

- A. ЕРС реакції.*
- B. Концентрації реагуючих речовин.
- C. Величин стандартних редокс-потенціалів.
- D. Протікання конкуруючих реакцій з учасниками ОВ процесу.
- E. Природи окисно-відновних пар.

2. Висновок про повноту перебігу окисно-відновних процесів можна зробити на підставі:

- A. Константи рівноваги.*
- B. Концентрації реагуючих речовин.
- C. Величин стандартних редокс-потенціалів.
- D. Перебігу конкуруючих реакцій з учасниками ОВ процесу.
- E. Природи окисно-відновних пар.

3. Величина стандартного потенціалу залежить від:

- A. Температури.*
- B. Тиску*.
- C. Природи розчинника*.

- D. Іонної сили.
- E. Концентрації реагентів.

4. Величина формального потенціалу залежить від:

- A. Температури.*
- B. Тиску.*
- C. Природи розчинника.*
- D. Іонної сили.*
- E. Концентрації сторонніх електролітів.*

5. Окисно-відновна реакція перебігає до кінця (99,9%), якщо:

- A. $K_p \geq 10^8$.*
- B. $K_p < 10^8$.
- C. $K_p \leq 10^{-8}$.
- D. $K_p = 1-10^7$.
- E. $K_p = 10^{-8} - 10^7$.

6. Окисно-відновна реакція перебігає в прямому напрямку, якщо:

- A. $\Delta DС > 0$.*
- B. $\Delta DС < 0$.
- C. $K_p \leq 10^{-8}$.
- D. $K_p > 1$.*
- E. $K_p < 1$.

7. Для яких редокс-пар величина потенціалу залежить від рН середовища:

- A. $\text{HAsO}_4^{2-}, 3\text{H}^+/\text{AsO}_2^-$.*
- B. $\text{MnO}_4^-, 8\text{H}^+/\text{Mn}^{2+}$.*
- C. $\text{I}_2/2\text{I}^-$.
- D. $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$.
- E. $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$.

8. Для яких редокс-пар величина потенціалу не залежить від рН середовища:

- A. $\text{Br}_2/2\text{Br}^-$.*
- B. $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$.*
- C. $\text{I}_2/2\text{I}^-$.*
- D. $\text{MnO}_4^-/\text{MnO}_2\downarrow, 4\text{OH}^-$.
- E. $\text{BrO}_3^-, 6\text{H}^+/\text{Br}^-$.

9. Коефіцієнт розподілення E залежить від:

- A. Концентрації речовини в обох фазах.*
- B. рН водної фази.*
- C. Температури.*
- D. Об'єму органічної фази.
- E. Об'єму водної фази.

10. Ступінь вилучення R залежить від:

- A. Співвідношення об'ємів органічної і водної фаз.*
- B. рН водної фази.*
- C. Кількості екстракцій.*
- D. Природи розчинника.
- E. Концентрації речовини, яку екстрагують.

11. В яких випадках застосовують реекстракцію в аналітичних цілях:

A. Коли визначення речовини, яку екстрагують, в органічній фазі утруднено.*

- B. Для переведення речовини, яку екстрагують, у стан іонів.
- C. Для підсилення забарвлення речовини, яку екстрагують.
- D. Для послаблення забарвлення речовини, яку екстрагують.
- E. Для підвищення «сольватації» молекулами екстрагенту.

12. Для яких цілей застосовують двумірну хроматографію на папері:

A. Для розділення речовин, серед яких одні мають близькі R_f в одному розчиннику та різні – в іншому.*

B. Для розділення речовин, з яких одна переноситься одним рухомих розчинником, а друга – іншим.

C. Для розділення двох речовин з однаковими значеннями R_f в обох розчинниках.

D. Для підвищення чутливості хроматографічного методу.

E. Для отримання забарвлених зон на хроматограмі.

13. Від яких факторів залежить швидкість переміщення та значення R_f :

A. Від природи речовини та складу застосованого розчинника.*

B. Від концентрації досліджуваної речовини.

C. Від тиску парів застосованого розчинника.

D. Від методу проявлення плями.

E. Від розмірів пластинки для хроматографування.

14. Чим відрізняється розподільна хроматографія від адсорбційної:

A. У розподільній хроматографії речовини поглинаються рідинами, а в адсорбційній – поверхнею твердого сорбенту.*

B. Розрізень немає.

C. Розподільна хроматографія дає можливість точніше розділити суміш речовин.

D. У розподільній хроматографії використовують більш низькі температури.

E. Адсорбційна хроматографія дозволяє точніше розділити суміші речовин.

15. Що лежить в основі розділення сумішей речовин методом осадової хроматографії:

- A. Неоднакова розчинність сполук, що утворюються.*
- B. Утворення осадів компонентів суміші з реагентом-осадником.
- C. Різні значення добутоків розчинності утворених сполук неоднотипного складу.
- D. Відмінність у розчинності розподіляємих речовин у двох незмішних рідких фазах.
- E. Відмінність між розмірами часток розподіляємих компонентів та розмірами пор нерухомої фази.

16. Згідно класифікації аніонів, заснованій на утворенні малорозчинних солей барію та срібла, до I аналітичної групи відносяться:

- A. $C_4H_4O_6^{2-}$, $C_6H_5O_7^{3-}$, SO_4^{2-} , SO_3^{2-} та ін.*
- B. SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , S^{2-} , SCN^- та ін.
- C. PO_4^{3-} , $B_4O_7^{2-}$, NO_3^- , BrO_3^- та ін.
- D. $C_2O_4^{2-}$, AsO_3^{3-} , $C_6H_5COO^-$, Cl^- та ін.
- E. SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, NO_3^- та ін.

17. Згідно класифікації аніонів, заснованій на утворенні малорозчинних солей барію та срібла, до II аналітичної групи відносяться:

- A. I^- , S^{2-} , SCN^- , $C_6H_5COO^-$ та ін.*
- B. Cl^- , Br^- , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} та ін.
- C. S^{2-} , SCN^- , NO_2^- , CH_3COO^- та ін.
- D. SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, PO_4^{3-} та ін.
- E. NO_3^- , NO_2^- , BrO_3^- , CH_3COO^- та ін.

18. Згідно класифікації аніонів, заснованій на утворенні малорозчинних солей барію та срібла, до III аналітичної групи відносяться:

- A. BrO_3^- , CH_3COO^- , $C_6H_4OHCOO^-$, MnO_4^- та ін.*
- B. NO_3^- , NO_2^- , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} та ін.
- C. PO_4^{3-} , NO_3^- , NO_2^- , BrO_3^- та ін.
- D. NO_3^- , NO_2^- , Cl^- , MnO_4^- та ін.

Е. NO_2^- , BrO_3^- , SCN^- , $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ та ін.

19. Які аніони проявляють окисні властивості:

А. NO_3^- , AsO_4^{3-} , BrO_3^- *

В. BrO_3^- , CrO_4^{2-} , S^{2-}

С. AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , NO_3^-

Д. MnO_4^- , Cl^- , Br^-

Е. AsO_4^{3-} , MnO_4^- , CO_3^{2-}

20. Які аніони проявляють відновні властивості:

А. $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_3^{3-} , Cl^- , SCN^- та ін.*

В. S^{2-} , BrO_3^- , AsO_4^{3-} та ін.

С. Cl^- , Br^- , I^- , BrO_3^- та ін.

Д. S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ та ін.

Е. S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_4^{3-} та ін.

21. Які аніони не проявляють окисно-відновні властивості (індиферентні аніони):

А. SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ та ін.*

В. SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-} та ін.

С. CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , Cl^- , Br^- та ін.

Д. PO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, SO_4^{2-} та ін.

Е. SO_4^{2-} , CH_3COO^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_4^{3-} та ін.

22. Які аніони з нітратом срібла утворюють осад, розчинний у карбонаті амонію:

А. Хлорид-іони.*

В. Бромід-іони.

С. Сульфід-іони.

Д. Йодид-іони.

Е. Тіоціанат-іони.

23. Які аніони при нагріванні з алюмінієм у лужному середовищі виділяють газ, що викликає посиніння червоного лакмусового папірця, змоченого водою:

- A. Нітрат-іони.*
- B. Нітрит-іони.
- C. Ацетат-іони.
- D. Карбонат-іони.
- E. Тіосульфат-іони.

24. Які аніони з солями заліза(III) спочатку дають забарвлення чайно-червоного кольору, а при нагріванні – осад червоно-бурого кольору:

- A. Ацетат-іони.*
- B. Йодид-іони.
- C. Тіоціанат-іони.
- D. Бромат-іони.
- E. Бензоат-іони.

25. Які аніони з хлоридом барію утворюють білий осад, частково розчинний у хлороводневій кислоті:

- A. Сульфат- і карбонат-іони.*
- B. Сульфат- і хлорид-іони.
- C. Хлорид- і бромид-іони.
- D. Ацетат- і сульфат-іони.
- E. Сульфат- і сульфід-іони.

26. Які аніони з розчином нітрату срібла в азотнокислому середовищі утворюють чорний осад, розчинний в конц. азотній кислоті при нагріванні:

- A. Сульфід-іони.*
- B. Ацетат-іони.

C. Фосфат-іони.

D. Бромат-іони.

E. Бромід-іони.

27. Які аніони при підкисленні досліджуваного розчину виділяють газ, що має запах і викликає помутніння розчину в пробірці:

A. Тіосульфат-іони.*

B. Сульфід-іони.

C. Карбонат-іони.

D. Сульфід-іони.

E. Нітрит-іони.

28. Які аніони з солями кадмію утворюють жовтий осад:

A. Сульфід-іони.*

B. Саліцилат-іони.

C. Тартрат-іони.

D. Цитрат-іони.

E. Тіоціанат-іони.

29. Які аніони утворюють з катіонами барію осад, спроможний адсорбувати на собі перманганат-іони, забарвлюючись при цьому в фіолетово-червоний колір:

A. Сульфат-іони.*

B. Фосфат-іони.

C. Сульфід-іони.

D. Тіосульфат-іони.

E. Сульфід-іони.

30. Які аніони в азотнокислому середовищі з нітратом срібла утворюють осад світло-жовтого кольору, нерозчинний у розчині карбонату амонію і частково розчинний у концентрованому розчині аміаку:

- A. Бромід-іони.*
- B. Хлорид-іони.
- C. Йодид-іони.
- D. Тіоціанат-іони.
- E. Бромат-іони.

31. Які аніони присутні у досліджуваному розчині, якщо при його підкисленні виділяється забарвлений газ, що має запах:

- A. Нітрит-іони.*
- B. Карбонат-іони.
- C. Тіосульфат-іони.
- D. Сульфід-іони.
- E. Сульфід-іони.

32. Які аніони при взаємодії з червоною плямою родизонату барію руйнують його, викликаючи знебарвлення:

- A. Сульфат-іони.*
- B. Хлорид-іони.
- C. Оксалат-іони.
- D. Сульфід-іони.
- E. Арсенат-іони.

33. Які аніони з нітратом срібла в нейтральному середовищі утворюють осад шоколадного кольору:

- A. Арсенат-іони.*
- B. Фосфат-іони.
- C. Арсеніт-іони.

D. Тіосульфат-іони.

E. Сульфід-іони.

34. Які аніони утворюють з молібденовою рідиною в присутності винної кислоти жовтий осад:

A. Фосфат-іони.*

B. Арсенат-іони.

C. Арсеніт-іони.

D. Бензоат-іони.

E. Бромат-іони.

35. Які аніони є у розчині, якщо при проведенні реакції з розчином йоду реакція середовища стає кислою:

A. Сульфід-іони.*

B. Сульфід-іони.

C. Тіосульфат-іони.

D. Карбонат-іони.

E. Фосфат-іони.

36. Які аніони з антипірином у кислому середовищі дають смарагдово-зелене забарвлення:

A. Нітрит-іони.*

B. Нітрат-іони.

C. Фосфат-іони.

D. Бромат-іони.

E. Ацетат-іони.

37. Які аніони з солями марганцю(II) утворюють червоний розчин, який переходить у бурий осад:

A. Бромат-іони.*

- В. Йодид-іони.
- С. Тіоціанат-іони.
- Д. Ацетат-іони.
- Е. Бромід-іони.

38. Які аніони з нітратом срібла в нейтральному середовищі утворюють білий осад, який швидко розкладається до чорного осаду:

- А. Тіосульфат-іони.*
- В. Сульфід-іони.
- С. Хлорид-іони.
- Д. Нітрат-іони.
- Е. Сульфід-іони.

39. Які аніони з солями заліза(II) в присутності конц. сірчаної кислоти утворюють буре кільце:

- А. Нітрат-іони.*
- В. Ацетат-іони.
- С. Бромат-іони.
- Д. Цитрат-іони.
- Е. Тіоціанат-іони.

40. Які аніони з солями кобальту дають синє забарвлення органічного шару:

- А. Тіоціанат-іони.*
- В. Тіосульфат-іони.
- С. Бромат-іони.
- Д. Оксалат-іони.
- Е. Ацетат-іони.

41. Яким розчином просочують фільтрований папір для виявлення сірководня, що виділяється при дії сильних кислот на сульфід-іони:

- A. Ацетатом свинцю.*
- B. Ацетатом барію.
- C. Ацетатом стронцію.
- D. Ацетатом кальцію.
- E. Ацетатом натрію.

42. Які аніони знебарвлюють розчин йоду тільки при $\text{pH} = 8,5$:

- A. Арсеніт-іони.*
- B. Саліцилат-іони.
- C. Арсенат-іони.
- D. Оксалат-іони.
- E. Фосфат-іони.

43. Які аніони утворюють осад з солями кальцію тільки при кип'ятінні:

- A. Цитрат-іони.*
- B. Оксалат-іони.
- C. Карбонат-іони.
- D. Тартрат-іони.
- E. Сульфат-іони.

44. Які аніони при взаємодії з нітропрусидом натрію в лужному середовищі або аміачному середовищі утворюють продукт фіолетового кольору:

- A. Сульфід-іони.*
- B. Сульфат-іони.
- C. Ацетат-іони.
- D. Тіосульфат-іони.
- E. Саліцилат-іони.

45. Якого кольору продукт взаємодії нітрат-іонів з антипірином:

- A. Червоний.*
- B. Жовтий.
- C. Зелений.
- D. Білий.
- E. Чорний.

46. Якого кольору продукт взаємодії нітрит-іонів з антипірином:

- A. Зелений.*
- B. Жовтий.
- C. Червоний.
- D. Фіолетовий.
- E. Чорний.

47. Які аніони з аміловим спиртом і конц. сірчаною кислотою при нагріванні утворюють продукт із характерним приємним запахом:

- A. Ацетат-іони.*
- B. Тіосульфат-іони.
- C. Нітрит-іони.
- D. Оксалат-іони.
- E. Тіоціанат-іони.

48. Які аніони утворюють з катіонами заліза(III) в нейтральному середовищі рожево-жовтий осад:

- A. Бензоат-іони.*
- B. Цитрат-іони.
- C. Тартрат-іони.
- D. Оксалат-іони.
- E. Саліцилат-іони.

49. Які аніони після підкислення розчину азотною кислотою виділяють безбарвний газ, що не має запаху:

- A. Карбонат-іони.*
- B. Сульфід-іони.
- C. Ацетат-іони.
- D. Тіосульфат-іони.
- E. Тіоціанат-іони.

50. Які аніони з солями заліза(III) утворюють розчин червоного кольору:

- A. Тіоціанат-іони.*
- B. Бромід-іони.
- C. Йодид-іони.
- D. Бромат-іони.
- E. Цитрат-іони.

51. При якому значенні рН у розчині не можуть існувати аніони SO_3^{2-} , S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, NO_2^- , CO_3^{2-} :

- A. $\text{pH} < 2$.*
- B. $\text{pH} = 2-4$.
- C. $\text{pH} = 5-4$.
- D. $\text{pH} > 2$.
- E. $\text{pH} > 5$.

52. Які аніони при додаванні хлориду заліза(III), хлороводневої кислоти і хлороформу дають фіолетове озабарвлення хлороформного шару:

- A. Йодид-іони.*
- B. Бромід-іони.
- C. Тіоціанат-іони.

D. Бромат-іони.

E. Бензоат-іони.

53. Які аніони в кислому середовищі при додаванні хлорної води краплями дають фіолетове забарвлення хлороформного шару, а потім знебарвлюються:

A. Йодид-іони.*

B. Ацетат-іони.

C. Бромід-іони.

D. Тіоціанат-іони.

E. Саліцилат-іони.

54. Які аніони після упарювання, додавання до сухого залишку конц. сірчаної кислоти та етилового спирту утворюють продукт, що горить зеленим полум'ям:

A. Тетраборат-іони.*

B. Фосфат-іони.

C. Бромат-іони.

D. Ацетат-іони.

E. Цитрат-іони.

55. Які аніони при підкисленні розчину виділяють газ без запаху, який призводить до помутніння баритової води:

A. Карбонат-іони.*

B. Тіосульфат-іони.

C. Сульфід-іони.

D. Сульфат-іони.

E. Сульфід-іони.

56. При якому значенні рН у розчині не можуть співіснувати аніони-окисники та аніони-відновники:

- A. $\text{pH} \leq 5$.*
- B. $\text{pH} < 9$.
- C. $\text{pH} = 5-7$.
- D. $\text{pH} > 7$.
- E. $\text{pH} > 5$.

57. Які аніони при додаванні етилового спирту і сірчаної кислоти при нагріванні дають характерний запах:

- A. Ацетат-іони.*
- B. Нітрат-іони.
- C. Тіосульфат-іони.
- D. Нітрит-іони.
- E. Тетраборат-іони.

58. Які аніони при підкисленні розчину і додаванні хлорної води дають оранжеве забарвлення хлороформного шару:

- A. Бромід-іони.*
- B. Йодид-іони.
- C. Бромат-іони.
- D. Сульфід-іони.
- E. Хлорид-іони.

59. Які аніони при підкисленні розчину виділяють газ без запаху, який викликає помутніння вапняної води:

- A. Карбонат-іони.*
- B. Тіосульфат-іони.
- C. Сульфід-іони.
- D. Сульфит-іони.

Е. Хлорид-іони.

60. Які аніони при підкисленні розчину викликають його помутніння та виділяють газ, який викликає помутніння вапняної води:

А. Тіосульфат-іони.*

В. Фосфат-іони.

С. Сульфат-іони.

Д. Оксалат-іони.

Е. Хлорид-іони.

61. Які аніони при підкисленні розчину виділяють газ з характерним запахом, який викликає помутніння вапняної води:

А. Сульфід-іони.*

В. Бромат-іони.

С. Арсенат-іони.

Д. Ацетат-іони.

Е. Сульфат-іони.

62. Які аніони знебарвлюють розчин перманганату калію тільки при нагріванні:

А. Оксалат-іони.*

В. Сульфід-іони.

С. Тіосульфат-іони.

Д. Йодид-іони.

Е. Тіоціанат-ион.

63. Які аніони утворюють з розчином солі свинцю жовтий осад, який розчиняється при нагріванні в воді та знов випадає у вигляді золотистих лусочок після охолодження:

А. Йодид-іони.*

В. Фосфат-іони.

- C. Хлорид-іони.
- D. Арсенат-іони.
- E. Тіоціанат-іони.

64. Досліджуваний розчин з розчином хлориду барію утворює білий осад, який не розчиняється ні в кислотах, ні в лугах. Яким є склад отриманого осаду:

- A. Сульфат барію.*
- B. Сульфід барію.
- C. Карбонат барію.
- D. Оксалат барію.
- E. Фосфат барію.

65. Досліджуваний розчин утворює з розчином хлориду барію білий осад, розчинний в 2 М розчині хлороводневої кислоти з виділенням газу без кольору та запаху. Які аніони присутні в розчині:

- A. Карбонат-іони.*
- B. Сульфід-іони.
- C. Тіосульфат-іони.
- D. Тіоціанат-іони.
- E. Сульфат-іони.

66. Досліджуваний розчин утворює з розчином нітрату срібла білий сирнистий осад, розчинний у розчині аміаку. Вкажіть склад отриманого осаду:

- A. Хлорид срібла.*
- B. Бромід срібла.
- C. Йодид срібла.
- D. Тіоціанат срібла.
- E. Сульфід срібла.

67. При якому значенні рН аніони I аналітичної групи утворюють осад з хлоридом барію:

- A. рН = 7-9.*
- B. рН = 5-7.
- C. рН = 1-2.
- D. рН = 10-12.
- E. рН = 4-9.

68. Які аніони заважають виявленню тіосульфат-іонів реакцією з розчином нітрату срібла:

- A. Сульфід-іони.*
- B. Карбонат-іони.
- C. Оксалат-іони.
- D. Фосфат-іони.
- E. Сульфат-іони.

69. При додаванні до розчину, якій містить аніони III аналітичної групи, розчину сірчаної кислоти і розчину йодиду калію спостерігається виділення вільного йоду. Які аніони присутні в розчині:

- A. Нітрит-іони.*
- B. Нітрат-іони.
- C. Сульфат-іони.
- D. Бромід-іони.
- E. Арсенит-іони.

70. При додаванні до розчину, якій містить аніони II аналітичної групи, нітрату срібла утворюється чорний осад, нерозчинний у розчині аміаку, але розчинний при нагріванні в розчині розведеної азотної кислоти. Які аніони присутні в розчині:

- A Сульфід-іони.*
- B. Йодид-іони.
- C. Хлорид-іони.
- D. Бромід-іони.
- E. Тіоціанат іони.

71. Вкажіть груповий реагент на аніони II аналітичної групи:

- A. Розчин нітрату срібла.*
- B. Розчин нітрату барію.
- C. Розчин гідроксиду натрію.
- D. Розчин аміаку.
- E. Розчин сірчаної кислоти.

72. Вкажіть груповий реагент на аніони I аналітичної групи:

- A. Розчин хлориду барію.*
- B. Розчин хлориду натрію.
- C. Розчин хлориду кадмію.
- D. Розчин хлориду калію.
- E. Розчин хлороводневої кислоти.

73. Дією якого реагенту можна виявити тіосульфат-іони в присутності сульфід-іонів:

- A. Сірчаної кислоти.*
- B. Калію йодиду.
- C. Калію перманганату.
- D. Барію хлориду.
- E. Натрію гідроксиду.

74. Яку кількість досліджуваного розчину необхідно взяти для проведення якісного аналізу на аніони напівмікрометодом:

- A. 2,0 мл.*
- B. 1.0 мл.
- C. 3,0 мл.
- D. 5,0 мл.
- E. 0,5 мл.

75. Яку кількість сухої речовини необхідно взяти для проведення якісного аналізу катіонів та аніонів напівмікрометодом:

- A. 0,1 г.*
- B. 0,5 г.
- C. 0,02 г.
- D. 1,0 г.
- E. 0,25 г.

76. При проведенні якісного аналізу напівмікрометодом беруть аналітичну пробу (а. п.), яка представляє собою:

- A. 2-3 краплі досліджуваного розчину.*
- B. 10-20 крапель.
- C. 5-10 крапель.
- D. 1 крапля.
- E. 5 крапель.

77. При пропусканні надлишку CO_2 , отриманого при дії розведеної мінеральної кислоти на карбонат-іон, крізь вапняну воду утворюється осад (помутніння розчину), який при подальшому пропусканні CO_2 зникає внаслідок утворення продукту:

- A. $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ *
- B. $\text{Ca}(\text{OH})_2$
- C. CaCO_3
- D. H_2CO_3

Е. $\text{CO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

78. При дії хлорної води на суміш бромід- і йодид-іонів у кислому середовищі в присутності хлороформу спостерігається поступова зміна забарвлення органічного шару:

- А. Фіолетове, безбарвне, оранжеве, жовте.*
- В. Фіолетове, оранжеве, безбарвне, жовте.
- С. Фіолетове, оранжеве, жовте, безбарвне.
- Д. Оранжеве, жовте, безбарвне, фіолетове.
- Е. Фіолетове, жовте, безбарвне, оранжеве.

79. За допомогою якого органічного реагенту можна провести виявлення нітрат- і нітрит-іонів при їх сумісній присутності:

- А. Розчину антипірину.*
- В. Розчину дифеніламіну.
- С. Розчину сульфату заліза(II).
- Д. Розчину йодиду калію.
- Е. Розчину сульфату заліза(III).

80. При дії дихромату калію на хлорид-іони в присутності сірчаної кислоти утворюється летка сполука хрому – хлорид хромілу, що має наступний склад:

- А. CrO_2Cl_2 *
- В. CrOCl_2
- С. CrO_2Cl
- Д. $\text{Cr}_2\text{O}_2\text{Cl}_2$
- Е. CrOCl

81. Яку реакцію можна застосувати для виявлення хлорид-іонів у суміші Cl^- , Br^- та I^- при їх сумісній присутності:

- А. Реакція утворення хлористого хромілу.*

- В. Реакція з нітратом срібла.
- С. Реакція окислення хлорною водою.
- Д. Реакція з нітритом натрію.
- Е. Реакція з перманганатом калію.

82. При дії розчину хлориду барію на суміш аніонів осад утворюється після механічного впливу (потирання скляною паличкою по стінкам пробірки). Які аніони присутні в розчині:

- А. Тетраборат-іони.*
- В. Оксалат-іони.
- С. Сульфат-іони.
- Д. Арсенат-іони.
- Е. Карбонат-іони.

83. При дії розчину хлориду барію на суміш аніонів осад утворюється після механічного впливу (потирання скляною паличкою по стінкам пробірки). Які аніони присутні в розчині:

- А. Тіосульфат-іони.*
- В. Оксалат-іони.
- С. Сульфат-іони.
- Д. Арсенат-іони.
- Е. Карбонат-іони.

84. Як можна виявити фосфат-іони в присутності арсенат-іонів:

- А. Реакцією з молібденовою рідиною в присутності винної кислоти.*
- В. Реакцією з молібденовою рідиною.
- С. Реакцією з магnezіальною сумішшю.
- Д. Реакцією з хлоридом барію в нейтральному середовищі.
- Е. Реакцією з мінеральними кислотами.

85. Як можна виявити йодид- і тіоціонат-іони при їх сумісній присутності:

A. Реакцією з солями заліза(III) в присутності органічного екстрагенту.*

B. Реакцією з солями заліза(III).

C. Реакцією з солями кобальту(II) в присутності органічного екстрагенту.

D. Реакцією з хлорною водою в присутності органічного екстрагенту.

E. Реакцією з концентрованою сірчаною кислотою та етиловим спиртом.

86. Якими елементами періодичної системи Д. І. Менделєєва утворюються аніони:

A. *p*-елементами.*

B. *d*-елементами.*

C. *f*-елементами.

D. s^1 - елементами.

E. s^2 - елементами.

87. Розчини яких аніонів є забарвленими:

A. Перманганат-іони.*

B. Хромат-іони.*

C. Дихромат-іони.*

D. Саліцилат-іони.

E. Бромат-іони.

88. Які аніони при підкисленні їх розчинів утворюють вільну кислоту, яка випадає у вигляді білого осаду:

A. Саліцилат-іони.*

B. Бензоат-іони.*

C. Цитрат-іони.

D. Тартрат-іони.

Е. Оксалат-іони.

89. Досліджуваний розчин з катіонами свинцю дає білий кристалічний осад, розчинний у 30%-ному ацетаті амонію. Які аніони є у розчині:

А. Сульфат-іони.*

В. Йодид-іони.

С. Хромат-іони.

Д. Дихромат-іони.

Е. Сульфід-іони.

90. Які аніони з катіонами свинцю утворюють білий осад, розчинний у гарячій воді та який знов утворюється при охолодженні в формі голок:

А. Хлорид-іони.*

В. Йодид-іони.

С. Сульфат-іони.

Д. Фосфат-іони.

Е. Сульфід-іони.

90. Які аніони з нітратом срібла в нейтральному середовищі утворюють осад жовтого кольору:

А. Фосфат-іони.*

В. Арсеніт-іони.*

С. Арсенат-іони.

Д. Оксалат-іони.

Е. Сульфід-іони.

6. НАГЛЯДНІ МАТЕРІАЛИ, ТЗ НАВЧАННЯ І КОНТРОЛЮ

6.1. Табличний фонд за темою заняття.

6.2. Навчальні посібники.

6.3. Картки для виявлення вихідного рівня знань-умінь; контрольні питання; тести.

Заняття № 9

1. ТЕМА: Аналіз суміші сухих солей

2. МЕТА: Закріпити теоретичні знання і практичні навички з аналізу сумішей катіонів та аніонів і навчитися застосовувати їх для проведення аналізу суміші сухих солей невідомого складу

3. ЦІЛЬОВІ ЗАДАЧІ

3.1. Закріпити теоретичні знання основних етапів і способів аналізу невідомої речовини.

3.2. Навчитися на засадах знань хіміко-аналітичних властивостей катіонів і аніонів робити вірні висновки про сумісність та несумісність катіонів і аніонів у суміші.

3.3. Навчитися складати схеми систематичного або дробного аналізу суміші катіонів і аніонів у відповідності до результатів аналізу.

3.4. Оволодіти практичними навичками та методикою аналізу суміші сухих солей і навчитися робити вірні висновки за результатами проведеного дослідження.

4. ПЛАН І ОРГАНІЗАЦІЙНА СТРУКТУРА ЗАНЯТТЯ

- | | |
|---|--------|
| 4.1. Організаційний момент..... | 3 хв |
| 4.2. Постановка мети і мотивація вивчення теми заняття..... | 7 хв |
| 4.3. Корекція вихідного рівня знань-вмінь..... | 30 хв |
| 4.4. Організація самостійної роботи студентів..... | 5 хв |
| 4.5. Лабораторна робота..... | 120 хв |
| 4.6. Підсумковий контроль: перевірка результатів лабораторної роботи і протоколі..... | 10 хв |
| 4.7. Заключне слово викладача, вказівки до наступного заняття.... | 5 хв |

5. ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ СТУДЕНТІВ

5.1. Повторити теоретичний матеріал попередніх занять з аналітичної хімії: якісні реакції катіонів та аніонів із загальними і характерними реагентами, умови проведення цих реакцій; дробний і систематичний аналіз катіонів I-VI аналітичних груп згідно кислотно-основної класифікації; аналіз суміші аніонів I-III аналітичних груп.

5.2. Вивчити матеріал з аналізу суміші речовин невідомого складу.

Питання для підготовки студентів

1. Основні етапи аналізу речовин невідомого складу.
2. Попередні спостереження та випробування суміші сухих солей. Яку інформацію про склад зразка можна отримати на підставі дослідження його однорідності, форми і кольору кристалів окремих компонентів? Які катіони і аніони можна виключити, якщо досліджувана речовина не є забарвленою?
3. Підбір розчинника для переведення твердого зразка у розчин.
4. Як можна встановити часткову розчинність речовини в воді?
5. Яка речовина присутня у суміші сухих солей, якщо вона не розчиняється в воді, в 2 М CH_3COOH , HCl , H_2SO_4 , але розчиняється: а) у конц. розчині NH_3 ; б) у 30% розчині $\text{CH}_3\text{COONH}_4$?
6. В якій послідовності підбирають потрібну кислоту для розчинення суміші сухих солей?
7. Якщо суміш солей розчиняється тільки в HCl , чи можуть бути присутніми в ній катіони I аналітичної групи?
8. Про відсутність яких катіонів можна судити, якщо суміш сухих солей розчиняється в H_2SO_4 , HCl ?
9. Як проводять аналіз розчину на наявність катіонів?
10. Як виявляють аніони в досліджуваному розчині?
11. На підставі чого можна зробити висновок про несумісність катіонів і аніонів в досліджуваному розчині?

12. Які аніони повинні бути відсутніми в розчині, якщо в ньому виявлено: катіони Ba^{2+} ; катіони Ag^+ ?
13. Які аніони можуть бути присутніми в розчині, якщо середовище кисле, лужне, нейтральне?
14. Який аніон присутній у суміші сухих солей, якщо при дії 1 М розчину H_2SO_4 виділяється газ без запаху; з запахом сірки, що горить; бурого кольору?
15. Що таке «содовая витяжка»? В яких випадках вона готується, як нейтралізується? Чи можна в ній виявляти CO_3^{2-} -іон?
16. Як на підставі результатів проведеного дослідження роблять висновок про склад досліджуваного зразка?

Література

1. Алексеев В. Н. Качественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 522-557.
2. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Пономарев В. Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 271-277.
4. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 501-515.

6. ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Кожний студент одержує контрольну задачу, яка представляє собою суміш двох сухих солей невідомого складу. Аналіз проводять у послідовності, що наведена нижче.

АНАЛІЗ СУМІШІ СУХИХ СОЛЕЙ

Одержану суміш подрібнюють у ступці, висипають на лист білого паперу і проводять ретельний огляд проби, у тому числі і під мікроскопом. Звертають увагу на форму, колір і запах кристалів, на підставі чого роблять припущення про наявність (або відсутність) тих чи інших іонів.

Попередні випробування

Забарвлення полум'я пальника

Досліджують поведінку зразка в полум'ї газового пальника (обуглення, випаровування, забарвлення полум'я) і роблять відповідні припущення.

Вибір розчинника

Розчинність досліджуваної речовини в різних розчинниках вивчають, відбираючи невеликі його порції (2-5 мг). Спочатку перевіряють розчинність у воді при кімнатній температурі та (у разі необхідності) при нагріванні. Якщо речовина нерозчинна або частково розчинна в воді, то випробовують її розчинність у кислотах: розведеної оцтовій, розведених та концентрованих (при необхідності) хлороводневій і азотній кислотах, спостерігаючи за тим, чи виділяються газоподібні продукти.

Підготовка суміші до аналізу та переведення досліджуваного зразка в розчин

Досліджувану суміш розділяють на три частини: для аналізу катіонів, для аналізу аніонів, для контролю (арбітражна).

Біля 50 мг суміші розчиняють у 3 мл підбраного розчинника, регулюють рН середовища.

Виявлення катіонів

Аналіз суміші доцільно починати з виявлення катіонів, оскільки наявність деяких з них буде свідчити про відсутність ряду аніонів. Для аналізу катіонів беруть 1 мл розчину, що приготували, і проводять систематичний хід аналізу.

Виявлення аніонів

Для аналізу аніонів беруть 2 мл приготованого розчину і попередньо осаджують з нього катіони розчином Na_2CO_3 (отримують «содову витяжку»). Надлишок Na_2CO_3 нейтралізують різними кислотами (CH_3COOH , H_2SO_4 , HNO_3) в залежності від аніонів, які виявляють. Аналіз аніонів проводять дробним методом з елементами систематичного ходу аналізу.

На підставі всіх отриманих результатів дослідження роблять *висновок про склад сухих солей*.

7. НАГЛЯДНІ МАТЕРІАЛИ, ТЗ НАВЧАННЯ І КОНТРОЛЮ

7.1. Табличний фонд за темою заняття.

7.2. Навчальні посібники.

7.3. Картки для виявлення вихідного рівня знань-умінь; контрольні питання; тести.

ЗМІСТ

Вступ.....	3
Окисно-відновні рівноваги в аналітичній хімії.....	5
Аніони.....	9
Заняття № 7. Якісні реакції аніонів I-III аналітичних груп.....	11
Методи розділення і концентрування речовин в аналітичній хімії.....	30
Заняття № 8. Підсумкове заняття з теорії та практики аналізу аніонів I-III аналітичних груп, методам розділення і концентрування.....	47
Заняття № 9. Аналіз суміші сухих солей.....	81