



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Кафедра биологии растений и химии

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

**Лабораторная работа
Качественные реакции анионов
I, II и III аналитических групп**



Лабораторная работа Качественные реакции анионов I, II и III аналитических групп.

Качественные реакции анионов

Цель: провести анализ качественных реакций анионов в растворе.

Материалы и оборудование: водный раствор смеси солей анионов; растворы реактивов, необходимые для проведения систематического анализа; дистиллированная вода; спиртовки; предметные стекла; пробирки для полумикроанализа; микроскоп; центрифуга, водяная баня.

Анионы разделяют на три аналитические группы по растворимости бариевых и серебряных солей (табл.).

Таблица. Растворимость бариевых и серебряных солей

| Но- мер груп- пы | Анионы, образующие группу | Краткая характеристика группы | Групповой реагент и условия его применения |
|---------------------------|---|---|--|
| 1 | SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , BO_2^- , F^- , SiO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} | Бариевые соли мало- растворимы в воде, но растворяются в разбав- ленных кислотах (за исключением сульфата бария) | Хлорид бария в нейтральной или слабо-щелочной среде |
| 2 | Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SCN^- , CN^- , BrO_3^- , ClO^- | Серебряные соли ма- лорастворимы в воде и в азотной кислоте | Нитрат серебра в присутствии азотной кислоты |
| 3 | NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- , MnO_4^- , ClO_3^- | Бариевые и серебряные соли растворимы в воде | Группового реа- гента нет |

Многие анионы обнаруживают с помощью реакций, которые уже использовались для обнаружения катионов. Однако анализ смеси анионов имеет свои особенности, так как, в отличие от катионов, анионы обычно не мешают обнаружению друг друга. Большинство их обнаруживают дробным методом в отдельных порциях анализируемого раствора. К систематическому же анализу прибегают в наиболее сложных случаях, например, когда в растворе присутствуют анионы – восстановители или окислители.

Многие анионы обнаруживают дробным методом в отдельных порциях раствора; строгая последовательность операций при этом не обязательна. К реакциям же отделения прибегают лишь в тех немногих случаях, когда в рас-



творе могут одновременно присутствовать хлорид-, бромид- и иодид-анионы (или сульфат-, сульфит-, сульфид- и тиосульфат-ионы).

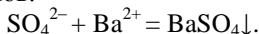
Обычно анализ начинают с предварительных испытаний, позволяющих установить отсутствие некоторых ионов. Затем обнаруживают отдельные анионы, которые могут присутствовать в растворе.

Кислая реакция исследуемого раствора указывает на отсутствие анионов летучих и неустойчивых кислот, например карбонат-иона.

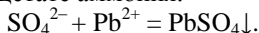
Реакции обнаружения анионов 1-й группы

Обнаружение сульфат-ионов.

1. Если раствор кислый, его нейтрализуют гидроксидом бария. К 3–4 каплям нейтрального или слабощелочного раствора прибавляют 2–3 капли хлорида бария, т. е. группового реагента. Появление осадка указывает на присутствие анионов 1-й группы, а нерастворимость его в 2 н соляной кислоте – на присутствие сульфат-анионов.

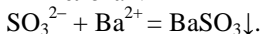


2. *Реакция с ионами свинца.* К 4–5 каплям раствора соли, содержащей сульфат-ионы, добавляют 5–6 капель раствора соли свинца. Сульфат свинца растворяется в щелочах и ацетате аммония.

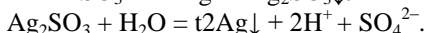
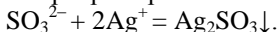


Обнаружение сульфит-ионов.

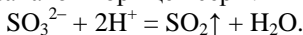
1. *Реакция с ионами бария.* К 4–5 каплям раствора соли, содержащей сульфит-ионы, добавляют 5–6 капель раствора соли бария. Образуется белый осадок, который растворяется в кислотах.



2. *Реакция с ионами серебра.* К 4–5 каплям раствора соли, содержащей сульфит-ионы, добавляют 5–6 капель раствора соли серебра. Образуется белый осадок сульфита серебра, растворимый в азотной кислоте; в избытке сульфит-ионов растворяется с образованием комплексного соединения. При нагревании осадок сульфита серебра чернеет:

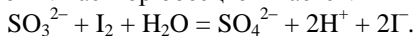


3. *Реакция с минеральными кислотами.* К 4–5 каплям раствора соли, содержащей сульфит-ионы, добавляют 5–6 капель раствора кислоты. Минеральные кислоты разлагают сульфиты с выделением газообразного оксида серы SO_2 с характерным запахом горящей серы.





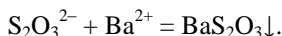
4. *Окислительно-восстановительные реакции: действие окислителей.* К 4–5 каплям раствора I_2 или $KMnO_4$ добавляют 5–6 капель раствора соли, содержащей сульфит-ионы. Раствор обесцвечивается.



5. *Реакция с нитропруссидом натрия.* Нитропруссид натрия $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ окрашивает нейтральные растворы сульфитов в розово-фиолетовый цвет (состав продуктов точно не установлен). Ионы Zn^{2+} усиливают окраску. Ион S^{2-} дает с нитропруссидом фиолетовую окраску и, следовательно, мешает обнаружению сульфит-ионов.

Обнаружение тиосульфат-ионов.

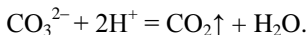
1. *Реакция с ионами бария.* Растворимые соли бария образуют с тиосульфат-ионами белый осадок.



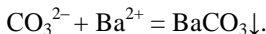
2. *Реакция с нитропруссидом натрия.* Нитропруссид натрия образует с тиосульфат-ионами соединение, окрашенное в синий цвет.

Обнаружение карбонат-ионов.

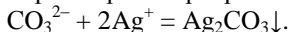
1. *Реакция с минеральными кислотами.* 6–8 капель анализируемого раствора помещают в пробирку прибора для обнаружения газов и приливают 6–8 капель 2 н соляной кислоты. Наблюдается выделение углекислого газа. При пропускании выделяющегося газа через раствор $Ba(OH)_2$ выпадает белый осадок $BaCO_3$. Появление мути указывает на присутствие в растворе карбонат-ионов.



2. *Реакция с ионами бария.* К 4–5 каплям раствора соли, содержащего карбонат-ионы, добавляют 5–6 капель раствора соли бария. $BaCO_3$ растворяется в кислотах.



3. *Реакция с ионами серебра.* Минеральные кислоты разлагают карбонаты с выделением CO_2 . К 4–5 каплям раствора соли, содержащей карбонат-ионы, добавляют 5–6 капель раствора нитрата серебра.



Обнаружение фосфат-ионов.

1. *Реакция с молибденовой жидкостью* ($(NH_4)_2MoO_4 + HNO_3$). К 3 каплям анализируемого раствора прибавляют избыток молибденовой жидкости, нагревают на бане и дают постоять. В присутствии фосфат-ионов выпадает желтый осадок фосфомолибдата аммония.

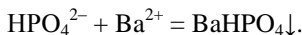
Молибденовая жидкость образует с фосфатами желтый кристаллический осадок фосфомолибдата аммония $(NH_4)_3[PMo_{12}O_{40}]$. Осадок растворяется в избытке фосфатов. 2–3 капли раствора кипятят несколько минут с концен-



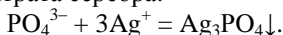
трированной HNO_3 , после чего прибавляют 2–3 капли молибденовой жидкости и слегка нагревают.



2. *Реакция с ионами бария.* Ионы бария образуют с гидрофосфат-ионами белый осадок гидрофосфата бария BaHPO_4 (в нейтральной среде) или фосфата бария (в щелочной среде) $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$. Осадки растворяются в кислотах. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей фосфат-ионы, добавляют 5–6 капель раствора хлорида бария.



3. *Реакция с ионами серебра.* Ионы серебра образуют с фосфат-ионами желтый осадок фосфата серебра Ag_3PO_4 . Осадок растворим в азотной кислоте и аммиаке. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей фосфат-ионы, добавляют 5–6 капель раствора нитрата серебра.



4. *Реакция с магниальной смесью* ($\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$). Магниальная смесь образует с гидрофосфатами белый кристаллический осадок фосфата магния-аммония MgNH_4PO_4 . К 2–3 каплям раствора соли магния приливают 3–4 капли раствора 2М соляной кислоты и 2–3 капли раствора Na_2HPO_4 . К смеси прибавляют по каплям раствор аммиака, перемешивая содержимое пробирки. Выпадает кристаллический осадок MgNH_4PO_4 .

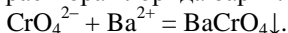


Обнаружение борат-ионов.

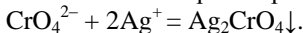
Берут в тигель 5–6 капель анализируемого раствора, выпаривают досуха, дают остыть, приливают 2–3 капли концентрированной серной кислоты и немного этилового спирта. Поджигают смесь. В присутствии иона VO_2^- пламя окрашивается в зеленый цвет.

Обнаружение хромат- и бихромат-ионов.

1. *Реакция с ионами бария.* Ионы бария образуют с хромат- и бихромат-ионами желтый осадок хромата бария BaCrO_4 . К 2–3 каплям раствора, содержащего хромат- или бихромат-ионы, добавляют 3–4 капли ацетатной буферной смеси и 2–3 капли раствора хлорида бария.



2. *Реакция с ионами серебра.* Ионы серебра образуют с хромат- и бихромат-ионами кирпично-красный осадок хромата серебра Ag_2CrO_4 . К 2–3 каплям раствора, содержащего хромат- или бихромат-ионы, добавляют 3–4 капли ацетатной буферной смеси и 2–3 капли раствора нитрата серебра.



3. *Реакция с бензидином* $\text{C}_{12}\text{H}_8(\text{NH}_2)_2$. Бензидин окисляется хромат- и бихромат-ионами с образованием продукта, имеющего синюю окраску. К 2–3



каплям раствора, содержащего хромат- или бихромат-ионы, добавляют 3–4 капли уксусной кислоты и 3–4 капли раствора бензидина.

Обнаружение силикат-ионов.

К 3 каплям анализируемого раствора приливают 2 капли 2 н раствора гидроксида аммония, 3 капли насыщенного раствора хлорида аммония и нагревают на бане в течение 2–3 мин. Выпадение белого студневидного осадка кремниевых кислот указывает на присутствие в растворе силикат-анионов.

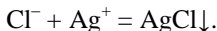
Реакции обнаружения анионов 2-й группы

К 2–3 каплям анализируемого раствора добавляют 3–4 капли нитрата серебра – группового реактива на 2-ю группу. Если полученный осадок не растворяется в 2 н азотной кислоте, это является подтверждением присутствия анионов 2-й группы.

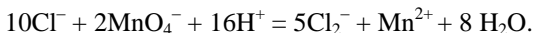
Осаждают анионы 2-й группы раствором нитрата серебра, отделяют центрифугированием и промывают осадок. Используют его для обнаружения хлорид-, бромид- и иодид-ионов.

Обнаружение хлорид-ионов.

1. *Реакция с ионами серебра.* Соли серебра образуют с хлорид-ионами белый творожистый осадок хлорида серебра AgCl . На свету он чернеет. Хлорид серебра растворим в аммиаке, карбонате аммония, тиосульфате натрия. К 4–5 каплям раствора, содержащего хлорид-ионы, добавляют 5–6 капель раствора нитрата серебра.



2. *Окисление перманганатом калия.* Перманганат калия в кислой среде окисляет хлорид-ионы до молекулярного хлора. К 4–5 каплям раствора, содержащего хлорид-ионы, добавляют 5–6 капель концентрированной H_2SO_4 , 5 капель концентрированного раствора KMnO_4 и нагревают (под тягой!). Наблюдается частичное или полное обесцвечивание KMnO_4 и выделяется хлор.

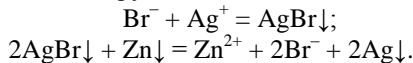


Обнаружение бромид-ионов.

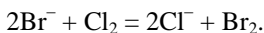
1. *Реакция с ионами серебра.* Ионы серебра образуют с бромид-ионами желтоватый творожистый осадок бромида серебра AgBr . Бромид серебра растворим в тиосульфате натрия с образованием комплексного соединения, но не растворяется в карбонате аммония, а в аммиаке растворяется заметно меньше, чем AgCl . К 4–5 каплям раствора соли, содержащей бромид-ионы, добавляют 5–6 капель раствора нитрата серебра. AgBr легко разлагается при действии цинковой пыли в присутствии воды или 2 н раствора H_2SO_4 . Обра-



зующееся серебро выпадает в виде черного осадка, а ионы Br^- переходят в раствор, где и могут быть обнаружены.

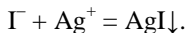


2. *Окисление хлорной водой.* Хлор окисляет бромид-ионы до брома. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей бромид-ионы, добавляют 1–2 капли разбавленной серной кислоты, 0,5 мл органического растворителя (хлороформа, толуола) и 2–3 капли хлорной воды. Слой органического растворителя окрашивается в желто-бурый цвет.

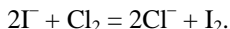


Обнаружение иодид-ионов.

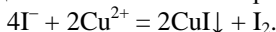
1. *Реакция с ионами серебра.* Ионы серебра образуют с иодид-ионами желтоватый творожистый осадок AgI . Иодид серебра растворим в тиосульфате натрия с образованием комплексного соединения и нерастворим в аммиаке, карбонате аммония. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей иодид-ионы, добавляют 5–6 капель раствора нитрата серебра. Иодид серебра, также как и бромид, легко разлагается при действии цинковой пыли в присутствии воды или 2 н раствора H_2SO_4 .



2. *Окисление хлорной водой.* Хлор окисляет иодид-ионы до иода. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей иодид-ионы, добавляют 1–2 капли разбавленной серной кислоты, 0,5 мл органического растворителя (хлороформа, толуола) и 2–3 капли хлорной воды. Слой органического растворителя окрашивается в красно-фиолетовый цвет. Эта реакция может быть использована для одновременного обнаружения ионов Br^- и I^- .

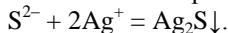


3. *Реакция с ионами меди (II).* Ионы меди (II) окисляют иодид-ионы до иода. При этом образуется осадок белого цвета, который может окрашиваться в бурый цвет за счет выделяющегося иода. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей иодид-ионы, добавляют 5–6 капель раствора соли меди (II).



Обнаружение сульфид-ионов.

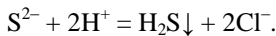
1. *Реакция с ионами серебра.* Ионы серебра образуют с сульфид-ионами черный осадок сульфида серебра Ag_2S . К 4–5 каплям раствора соли, содержащей сульфид-ионы, добавляют 5–6 капель раствора нитрата серебра.



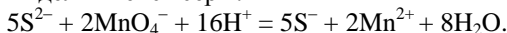
2. *Реакция с соляной кислотой.* При действии соляной кислоты на сульфиды выделяется сероводород. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей сульфид-ионы, добавляют 5–6 капель раствора соляной кислоты. Реакцию



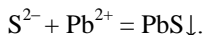
следует проводить под тягой. Доказать выделение сероводорода можно также, держав над пробиркой фильтровальную бумагу, смоченную раствором ацетата свинца.



3. *Окисление перманганатом калия.* Перманганат калия в кислой среде окисляет сульфид-ионы до серы. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей сульфид-ионы, добавляют 5–6 капель концентрированной серной кислоты, 5 капель концентрированного раствора $KMnO_4$ и нагревают (под тягой!). Наблюдается частичное или полное обесцвечивание раствора $KMnO_4$, и появляется муть от выделившейся серы.

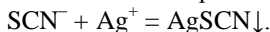


4. *Реакция с ионами свинца.* Ионы свинца образуют с сульфид-ионами осадок черного цвета. На фильтровальную бумагу, смоченную раствором ацетата свинца, наносят каплю раствора соли, содержащей сульфид-ионы. Бумага чернеет.

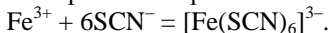


Обнаружение роданид-ионов.

1. *Реакция с ионами серебра.* Ионы серебра образуют с роданид-ионами белый творожистый осадок $AgSCN$. Роданид серебра растворим в аммиаке, карбонате аммония, тиосульфате натрия. К 4–5 каплям раствора соли, содержащей роданид-ионы, добавляют 5–6 капель раствора нитрата серебра.



2. *Реакция с ионами железа (III).* Тиоцианат-ионы образуют с ионами железа (III) растворимый комплекс красного цвета. К 4–5 каплям раствора, содержащего тиоцианат-ионы, прибавляют 4–5 капель раствора соли железа (III) и наблюдают появление красного окрашивания:

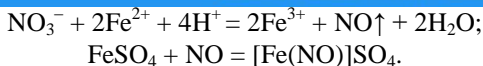


Реакции обнаружения анионов 3-й группы

Обнаружение нитрат-ионов.

1. *Реакция с дифениламином (C_6H_5)₂NH.* На часовое стекло помещают 2–3 капли раствора дифениламина в концентрированной серной кислоте, вносят в него стеклянной палочкой немного анализируемого раствора и перемешивают. В присутствии нитрат-иона появляется синее окрашивание.

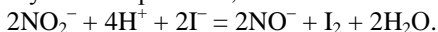
2. *Реакция с сульфатом железа (II).* Сульфат железа (II) в присутствии H_2SO_4 образует с нитрат-ионами комплексное соединение бурого цвета. К 2 каплям раствора соли, содержащего нитрат-ионы, добавляют кристаллик сульфата железа (II), по стенке пробирки приливают 1 каплю концентрированной H_2SO_4 .



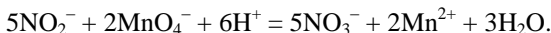
Все приведенные реакции для нитрат-ионов дают и нитрит-ионы, а значит, присутствие NO_2^- мешает обнаружению NO_3^- . Перед проведением реакций на нитрат-ионы сначала проверяют раствор на нитрит-ионы и, в случае их присутствия, NO_2^- удаляют, а затем обнаруживают нитрат-ионы.

Обнаружение нитрит-ионов.

1. *Восстановление иодид-ионами.* В кислой среде нитриты окисляют иодид-ионы до иода. К 4–5 каплям раствора, содержащего нитрит-ионы, прибавляют 4–5 капель серной кислоты и 4–5 капель иодида калия. Если реакцию проводить в присутствии крахмала, появляется синее окрашивание.



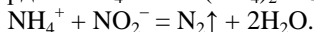
2. *Окисление перманганатом калия.* KMnO_4 в кислой среде окисляет нитриты до нитратов. К 5 каплям раствора KMnO_4 добавляют 2–3 капли разбавленной серной кислоты, нагревают. Затем добавляют 4–5 капель раствора, содержащего нитрит-ионы. Наблюдается обесцвечивание раствора.



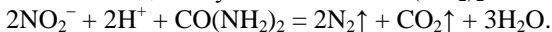
3. *Реакция с реактивом Грисса (смесью сульфаниловой кислоты и 1-амино-2-нафтола).* На стеклянную пластинку наносят 2 капли анализируемого раствора, прибавляют каплю реактива Грисса. В результате реакции образуется азокраситель ярко-красного цвета.

Реакции характерны для нитрит-ионов, но не для нитрат-ионов и позволяют определить NO_2^- в присутствии NO_3^- .

Удаление NO_2^- -ионов. Удаление NO_2^- -ионов достигается осторожным нагреванием раствора с твердым NH_4Cl или $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$:



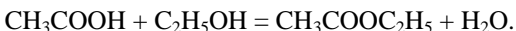
Подобно солям аммония действует мочевины $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ в кислой среде:



Обнаружить NO_3^- в присутствии NO_2^- можно только после удаления нитрит-ионов описанными выше методами.

Обнаружение ацетат-ионов.

Реакция с этиловым спиртом. Соли уксусной кислоты при действии этилового спирта в присутствии серной кислоты образуют этилацетат, обладающий характерным приятным запахом. К 2 каплям раствора ацетата добавляют по 2–3 капли концентрированной серной кислоты и этилового спирта, смесь нагревают.





Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



ЛИТЕРАТУРА

Основная

1. Ахметов, Н. С. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Н. С. Ахметов. – М.: Высш. шк., 2006. – 743. .
2. Барковский, Е. В. Аналитическая химия: Учеб. пособие/ Е. В. Барковский. – Мн.: Высш. шк., 2004. – 351 с.
3. Барковский, Е. В. Введение в химию биогенных элементов и химический анализ: Учеб. пос./ Е. В. Барковский, С. В. Ткачев и др. – М.: Высш. шк., 1997. –126 с.
4. Болдырев, А. И. Физическая и коллоидная химия. – М.: Высш. шк., 1983.
5. Гольбрайх, З. Е. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие/ З. Е. Гольбрайх.– М.:ООО «Издательство Астрель»,2004.–383с
6. Грандберг, И.И. Органическая химия: Учеб. для студ. вузов обучающихся на агрономических специальностях/ И. И. Грандберг. – М.: Дрофа, 2004. –672 с.
7. Князев Д. А. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Д. А. Князев, С. Н. Смарицын. – М.: Высш. шк., 1990. – 430 с.
8. Руководство к изучению курса “Общая и неорганическая химия”: Пособие для студентов нехимических специальностей / И. Е. Шиманович [и др.]; под ред. И.Е. Шимановича. – 3-е изд. – Минск: РИВШ, 2008. – 112 с.
9. Химия. Лабораторный практикум: учеб. пособие/А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная, И. В. Ковалева, Т. В. Булак.–Минск: ИВЦ Минфина, 2015. – 320 с.
10. Угай Я. А. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Я. А. Угай. 4-е изд. – М.: Высш. шк., 2004. – 440 с.
11. Химия: учебно-методический комплекс: Учебно-методическое пособие / О. В. Поддубная, И.В. Ковалева и др. – Горки: БГСХА, 2011. – 452 с. ISBN 978-985-467-359-2
12. Хмельницкий, Р. А. Физическая и коллоидная химия: Учебник для вузов/ Р. А. Хмельницкий. – М.: Высш. шк., 1988.
13. Цитович, Н. К. Курс аналитической химии: Учебник для вузов/ Н. К. Цитович. – М.: Высш. шк., 1987. – 403 с.
14. Цыганов, А. Р. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие / А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная. – Минск: ИВЦ Минфина, 2013. – 236 с.
15. Щербина, А.Э. Органическая химия. Задачи и упражнения: Учеб. пособие / А.Э. Щербина, Л.Г. Матусевич, И.В. Сенько. – Минск : Новое знание, 2007. – 304 с.

Дополнительная

1. Белясова, Н.А. Биохимия и молекулярная биология: Учеб. пособие/ Н.А. Белясова. – Минск: Книжный дом, 2004. – 416 с.
2. Введение в лабораторный практикум по неорганической химии: Учеб. пособие / В.В. Свиридов, Г.А.Попкович и др. – Мн : Выш. шк., 2003. – 96 с.
3. Дорохова, Е. Н. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: Учебник для почвенно-агрохимических специальностей / Е. Н. Дорохова, Г. В. Прохорова. – М.: Высш. шк., 1991. – 354 с.
4. Жарский, И. М. Теоретические основы химии: сборник задач: Учеб. пособие. – Минск.: Аверсев, 2004. – 397 с.
5. Практикум по общей и биоорганической химии: Учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. В. А. Попкова. – 3-е изд. – М.: Изд. центр «Академия», 2008. – 240 с.
6. Слесарев, В. И. Химия: основы химии живого: Учебник для вузов / В. И. Слесарев. – СПб: Химиздат, 2001. – 784 с.
7. Степин, Б. Д. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Б. Д. Степин, А.А. Цветков. – М.: Высш. шк., 1994. – 608 с.

Справочники:

1. Краткий химический справочник. – М.: Химия, 1977.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



2. Кольман, Я. Наглядная биохимия: Пер. с нем/ Я.Кольман, К.Г. Рем. – М.: Мир, 2000. – 469 с.
3. Лидин, Р.А. Химические свойства неорганических веществ/ Под ред. Р.А. Лидина. – 5-е изд., стер. – М.: КолосС, 2008, – 480 с.

Составители

Поддубная Ольга Владимировна
Ковалева Ирина Владимировна