



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



Кафедра биологии растений и химии

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

**Лабораторная работа
Задача на смесь анионов**



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



Лабораторная работа Задача на смесь анионов Обнаружение анионов в смеси веществ

Цель: провести систематический анализ водного раствора, содержащего смесь анионов трех аналитических групп.

Задачи: а) ознакомиться с техникой проведения систематического анализа раствора, в котором содержится смесь анионов трех групп; б) научиться доказывать содержание отдельных анионов в водном растворе их солей.

Выдан водный раствор, содержащий смесь анионов трех аналитических групп. Проведите систематический анализ этого раствора согласно предложенной методике и определите, какие анионы находятся в растворе.

Иногда обнаружение анионов требует специальной подготовки сухого вещества; беспрепятственное обнаружение возможно лишь в присутствии катионов калия, натрия и аммония. Что же касается катионов 2–5-й групп вместе с магнием (II), то они мешают обнаружению анионов (дают осадки, проявляют окислительно-восстановительные свойства и т. п.). Чтобы удалить катионы «тяжелых металлов» и перевести все соли в натриевые, анализируемое вещество необходимо прокипятить с карбонатом натрия.

Около 0,1 г сухого вещества смешивают в тигле с 0,4 г карбоната натрия, приливают 50–60 капель воды и кипятят 5 мин, добавляя воду взамен испарившейся. Затем содержимое тигля переносят в центрифужную пробирку, центрифугируют и отделяют осадок. Полученный центрифугат называют содовой вытяжкой. В ней и обнаруживают анионы 1–3-й групп, нейтрализовав содовую вытяжку уксусной кислотой для удаления избытка карбоната натрия.

Анализ содовой вытяжки начинают с проб на анионы 1-й и 2-й групп в отдельных порциях раствора. Поскольку карбонат-ион был введен при получении вытяжки, его обнаруживают в части сухого вещества действием соляной кислоты.

Систематический анализ смеси анионов

Анализируемый раствор может содержать следующие ионы:
 SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SCN^- , NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- .

Предварительные испытания.

1. *Определение pH раствора.* Если $\text{pH} \leq 2$, в растворе не могут присутствовать анионы неустойчивых кислот, разлагающихся в кислой среде: SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , NO_2^- .



При $pH \leq 5$ в растворе не могут присутствовать одновременно анионы-окислители и анионы-восстановители, например, Γ и NO_2^- .

2. *Проба на выделение газов.* К 5–6 каплям раствора прибавляют 2 капли разбавленной H_2SO_4 и нагревают. Если выделяется:

CO_2 (бесцветный газ без запаха) – раствор содержал ионы CO_3^{2-} ;

H_2S (бесцветный газ с резким характерным запахом) – раствор содержал ионы S^{2-} ;

NO_2 (бурый газ с резким запахом) – раствор содержал ионы NO_3^- ;

SO_2 (бесцветный газ с запахом горячей серы) – раствор содержал ионы SO_3^{2-} .

3. *Проба на анионы-окислители (NO_2^- , NO_3^- , CrO_4^{2-}).*

К 5–6 каплям анализируемого раствора прибавляют 2 капли разбавленной H_2SO_4 , 1–2 капли свежеприготовленного раствора крахмала и 2–3 капли раствора KI . Появление синей окраски свидетельствует о наличии анионов-окислителей.

4. *Проба на анионы-восстановители:*

а) к 5–6 каплям анализируемого раствора прибавляют 1–2 капли разбавленной H_2SO_4 , 2–3 капли разбавленного раствора $KMnO_4$ и при необходимости (если раствор не обесцветился) осторожно нагревают смесь. Исчезновение розовой окраски свидетельствует о наличии любого из следующих ионов: SO_3^{2-} , Cl^- , Br^- , Γ^- , SCN^- ;

б) к 3–4 каплям анализируемого раствора прибавляют 1 каплю разбавленной H_2SO_4 и 2–3 капли раствора йода. Обесцвечивание раствора свидетельствует о присутствии анионов $S_2O_3^{2-}$, SO_3^{2-} или S^{2-} .

5. *Дробное открытие некоторых анионов.*

В отдельных порциях анализируемого раствора открывают те анионы, обнаружению которых не мешают другие анионы, присутствующие в растворе. Обычно на этой стадии возможно открытие анионов S^{2-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SCN^- , NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- .

Обнаружение S^{2-} .

К нескольким каплям анализируемого раствора добавляют разбавленную HCl , над раствором помещают фильтровальную бумагу, обработанную $Pb(CH_3COO)_2$. Если она чернеет, в растворе присутствует S^{2-} .

Обнаружение SO_4^{2-} .

К нескольким каплям анализируемого раствора прибавляют несколько капель раствора $Ba(NO_3)_2$. Образующийся белый осадок, не растворяющийся при добавлении разбавленной HCl , свидетельствует о наличии SO_4^{2-} .

Обнаружение SO_3^{2-} и S^{2-} .



Если проба на присутствие восстановителей раствором I_2 дала положительный результат, SO_3^{2-} и S^{2-} обнаруживают в отдельной порции раствора. Для обнаружения SO_3^{2-} и S^{2-} при совместном присутствии необходимо использовать систематический ход анализа, так как эти ионы мешают определению друг друга:

а) к капле щелочного исследуемого раствора прибавляют каплю нитропруссид натрия. Появление красно-фиолетовой окраски указывает на присутствие S^{2-} . Если сульфид-ион обнаружен, к 5 каплям раствора прибавляют немного твердого $CdCO_3$ и взбалтывают. Отделив осадок, проверяют полноту осаждения каплями нитропруссид. Если нужно, добавляют еще $CdCO_3$ и снова взбалтывают содержимое пробирки. Добившись полноты осаждения, отбрасывают осадок и исследуют центрифугат, содержащий SO_3^{2-} и другие анионы;

б) к 2 каплям центрифугата (или первоначального раствора, если сульфид-ион отсутствует) прибавляют 3–4 капли 2М HCl и нагревают. Образование белой или желтоватой мути (сера) указывает на присутствие тиосульфат-иона;

в) к оставшемуся центрифугату прибавляют до полного осаждения раствор соли стронция. Выпавший осадок тщательно промывают, взмучивают с 3–4 каплями воды. К полученной мутной жидкости прибавляют 2–3 капли 2М соляной кислоты и по каплям раствор I_2 .

Если раствор обесцвечивается, присутствуют ионы SO_3^{2-} .

Обнаружение CO_3^{2-} .

Упаривают каплю анализируемого раствора на предметном стекле, накрывают другим стеклом. На границу раздела стекол наносят каплю разбавленной соляной кислоты. В присутствии CO_3^{2-} появляются пузырьки газа. Реакции мешает NO_2^- ион.

Обнаружение PO_4^{3-} .

К 1–2 каплям анализируемого раствора прибавляют несколько капель 6М HNO_3 и нагревают до кипения (для удаления восстановителей), после чего добавляют молибденовую жидкость ($(NH_4)_2MoO_4 + HNO_3$). Появление желтого кристаллического осадка свидетельствует о наличии PO_4^{3-} .

Обнаружение SCN^- .

К порции анализируемого раствора добавляют $AgNO_3$. Искомый анион обнаруживают в осадке с помощью раствора соли $Fe(III)$. Появляется темно-красная окраска. Если окраска розовая (что говорит о малой концентрации SCN^-), прибавляют 8–10 капель амилового спирта или диэтилового эфира и встряхивают. Слой органического растворителя окрашивается в красный цвет.

Обнаружение G^- .



Добавляют H_2SO_4 и хлорную воду, над раствором помещают бумагу, обработанную крахмалом. Если она синее, в растворе есть Γ^- .

Обнаружение NO_2^- .

На стеклянную пластинку наносят 2 капли анализируемого раствора, прибавляют каплю реактива Грисса. В присутствии нитрит-ионов смесь окрашивается в ярко-красный цвет.

Обнаружение NO_3^- .

Несколько капель анализируемого раствора нагревают с твердой солью аммония (например, NH_4Cl) для удаления NO_2^- , добавляют $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ для удаления CrO_4^{2-} , осадок отбрасывают. Появление синего окрашивания после добавления дифениламина в присутствии серной кислоты свидетельствует о наличии NO_3^- .

Обнаружение CH_3COO^- :

а) несколько капель анализируемого раствора помещают в фарфоровую чашку и выпаривают досуха. Далее растирают с твердым KHSO_4 или NaHSO_4 . В присутствии ацетат-ионов появляется запах уксуса;

б) добавляют AgNO_3 . Осадок отбрасывают, а в раствор вносят соль Fe^{3+} . Появление бурого осадка свидетельствует о наличии CH_3COO^- .

Выполнив систематический анализ образца неизвестного неорганического вещества (или смеси веществ), установите катионы и анионы.



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. Смартыгин. – 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 биорганической 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