

**Учреждение образования
«БЕЛОРУССКАЯ ГОСУДАРСТВЕННАЯ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ АКАДЕМИЯ»**

Кафедра химии

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

Лабораторная работа

**Качественные реакции I группы катионов
(K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Mg^{2+})**

Лабораторная работа

Качественные реакции I группы катионов (K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Mg^{2+})

Цель работы: Провести аналитические реакции первой группы катионов.

Задачи: а) изучить качественные реакции обнаружения катионов первой аналитической группы; б) ознакомиться с техникой проведения качественного анализа растворов, содержащих катионы первой аналитической группы; в) научиться определять наличие катионов калия, натрия и аммония в водных растворах их солей.

Материалы и оборудование: водные растворы солей катионов калия, натрия, аммония, магния; реактив Несслера, раствор натрий гексанитристокобальтата (III); уксусная кислота; винная (виннокаменная) кислота $H_2C_4H_4O_6$ и гидротартрат натрия $NaHC_4H_4O_6$; дипикриламином $[C_6H_2(NO_2)_3]_2NH$; уранилацетат $UO_2(CH_3COO)_2$; дигидроантимонат калия KH_2SbO_4 ; едкие щелочи – NaOH или KOH; гидроксид аммония NH_4OH ; гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 ; 8-оксихинолин в аммиачной среде (pH 9,5–12,7); раствор NH_4Cl ; дистиллированная вода; спиртовки; нихромовая проволока; предметные стекла; лакмус; пробирки для полумикроанализа, микроскоп.

Общая характеристика группы

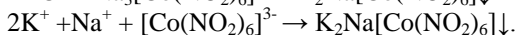
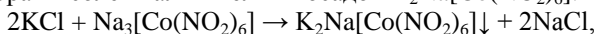
Большинство солей, образованных катионами K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} растворимы в воде. Растворимы также и гидроксиды этих катионов. Гидроксиды калия и натрия являются сильными основаниями, гидроксиды аммония и магния относятся к слабым основаниям. Соли натрия и калия (сульфаты, нитраты, хлориды) гидролизу не подвергаются, соли же аммония, магния и сильных кислот гидролизу подвергаются (в результате гидролиза растворов этих солей создается кислая среда).

Водные растворы солей катионов I группы бесцветны. Группового реактива I группа катионов не имеет.

Реакции обнаружения катионов I группы

Реакции катионов калия

1. Гексанитристокобальтат (III) натрия – $Na_3[Co(NO_2)_6]$ дает с растворами солей калия желтый осадок $K_2Na[Co(NO_2)_6]$.

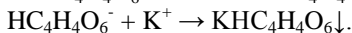
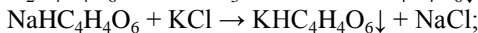
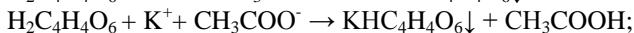
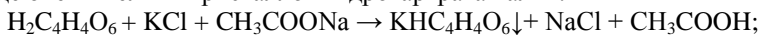


Эта реакция очень чувствительная – предельное разбавление этой реакции определения калия составляет 1:13000.

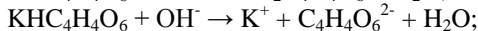
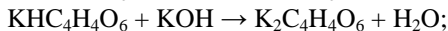
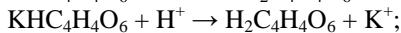
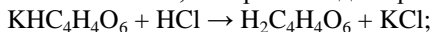
Реакцию выполняют следующим образом: к 1–2 каплям соли калия добавляют 2–3 капли предварительно приготовленного раствора кобальтинитрита натрия, раствор перемешивают. Реакцию нужно вести в слабокислой (уксуснокислой) или нейтральной среде. Сильные кислоты разрушают кобальтинитрит натрия с выделением азотистой кислоты. Щелочная среда также недопустима. При действии щелочей кобальтинитрит натрия разрушается с образованием бурого осадка гидроксида кобальта (III).

Нужно иметь в виду, что ион аммония с кобальтинитритом натрия также дает желтый осадок, и, следовательно, в присутствии иона аммония эту реакцию использовать для открытия иона калия нельзя.

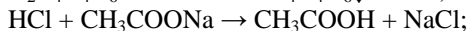
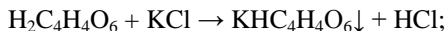
2. Винная (виннокаменная) кислота $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ и гидротартрат натрия $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ осаждают ионы калия из нейтральных растворов в виде очень мелких кристаллов гидротартрата калия:



Гидротартрат калия представляет собой белое кристаллическое вещество, хорошо растворимое в минеральных кислотах и щелочах, но мало растворимое в воде и в органических кислотах (уксусной, муравьиной и др.). Однако повышение температуры значительно увеличивает растворимость гидротартрата калия в воде и в органических кислотах. При растворении его в минеральных кислотах образуется винная кислота, а в щелочах – средняя соль или соответственно двойная соль этой кислоты, которые в воде хорошо растворимы:



В связи с тем, что при взаимодействии ионов калия с винной кислотой образуется свободная минеральная кислота, и поэтому создается кислая среда раствора. Эту реакцию следует проводить в присутствии ацетата натрия. В реакции обменного разложения ацетата натрия с образующейся в реакции минеральной кислотой, ацетат натрия нейтрализует ее и тем самым создает уксуснокислую среду, в которой осадок $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ нерастворим:



Таким образом, при изучении химического взаимодействия катионов калия с гидротартратом натрия или винной кислотой необходимо соблюдать следующее неперемное условие: реакцию следует вести на холоду и в нейтральной среде. Если при этом оказывается, что среда, в которой необходимо обнаружить ионы калия, кислая, ее нейтрализуют гидроксидом натрия (по лакмусу); если же щелочная – нейтрализуют кислотой (лучше уксусной).

3. Капельная реакция с дипикриламином $[\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3]_2\text{NH}$ (характерная реакция). На полоску фильтровальной бумаги наносят 1–2 капли нейтрального исследуемого раствора и 1 каплю раствора дипикриламина. В присутствии катионов калия появляется оранжево-красное пятно дипикриламина калия $[\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3]_2\text{NK}$. Обнаружению калия этой реакцией мешают катионы NH_4^+ . Мешающие определению калия катионы магния и аммония в присутствии фосфатов в микрокристаллоскопической реакции образуют кристаллы, представленные на рисунке 19.



Рис. 19 – Кристаллы фосфата магния-аммония

Реакции обнаружения катиона Na^+

1. Уранилацетат $\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2$ образует с ионом натрия желтоватый кристаллический осадок уранилацетата натрия – $\text{Na}(\text{UO}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_3$.



Реакцию выполняют *микрокристаллоскопически*: каплю раствора соли натрия наносят на чистое и сухое предметное стекло, осторожно выпаривают досуха и наносят на сухой остаток 1–2 капли уранилацетата. После охлаждения смотрят выпавшие кристаллы под микроскопом (рис. 20). Кристаллы имеют форму треугольников, тетраэдров или октаэдров.

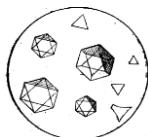
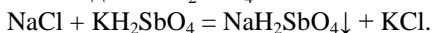


Рис. 20. – Кристаллы натрия уранилацетата

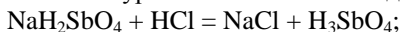
Эта реакция чувствительна и специфична: даже 20-кратный избыток ионов различных катионов не мешает открытию иона натрия. Открываемый минимум данной реакции – 8×10^{-4} мкг, предельное разбавление 1:1250. Реакцию следует проводить в нейтральной или уксуснокислой среде (реактивный уранилацетат содержит в своем составе уксусную кислоту).

2. Дигидроантимонат калия KH_2SbO_4 с катионом натрия в нейтральных и слабощелочных растворах образует белый кристаллический осадок NaH_2SbO_4 :



С повышением температуры растворимость NaH_2SbO_4 значительно увеличивается.

В разбавленных щелочах этот осадок не растворяется, а с минеральными кислотами вступает в химическое взаимодействие с образованием ортосурьмяной кислоты, которая тотчас же разлагается с выделением метасурьмяной кислоты в виде аморфного осадка:



Следовательно, в кислой среде открывать катионы натрия дигидроантимонатом калия нельзя, т. к. в этой среде образуется осадок даже в отсутствии ионов натрия:



Образующийся осадок имеет аморфное строение, однако по внешнему виду отличить его от кристаллического осадка довольно трудно. Таким образом, кислая среда всегда вызывает «переоткрытие» катионов натрия (дигидроантимонатом калия), т. к. всякий кислый раствор, если он не содержит эти катионы, будет давать осадок. Катионы всех остальных аналитических групп (за исключением Ag^+ , Ni^{2+} , Co^{2+}) в той или иной степени с дигидроантимонатом калия также образуют осадок: или в виде соответствующей соли ортосурьмяной кислоты, или же в виде HSbO_3 за счет гидролиза их солей и создания тем самым кислой среды раствора.

Таким образом, при открытии катионов натрия дигидроантимонатом калия должны соблюдаться следующие условия:

- а) концентрация ионов натрия должна быть достаточна велика;
- б) производить эту реакцию следует на холоду;

в) анализируемый раствор должен быть нейтральным или слабощелочным, но ни в коем случае не кислым;

г) в нем должны отсутствовать почти все остальные катионы;

д) следует перемешать содержимое пробирки стеклянной палочкой и слегка потереть ею стенки пробирки (для создания центров кристаллизации).

Реакции обнаружения катиона NH_4^+

1. Едкие щелочи – NaOH или KOH – вытесняют из раствора солей аммония газообразный аммиак при нагревании полученной смеси:
 $NH_4Cl + NaOH = NaCl + NH_3\uparrow + H_2O$.

Эта реакция очень специфична. Выделение аммиака обнаруживают по запаху или посинению лакмусовой бумаги, предварительно смоченной водой, которую удерживают над пробиркой, не касаясь ее стенок.

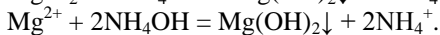
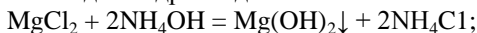
2. Реактив Несслера – $K_2[HgI_4]$ в присутствии KOH образует с ионами аммония характерный красно-бурый осадок: $NH_4Cl + 2K_2[HgI_4] + 4KOH = [OHg_2NH_2]I\downarrow + KCl + 7KI + 3H_2O$.

Реакцию следует проводить с некоторым избытком реактива Несслера, т. к. при избытке солей аммония осадок не образуется (растворяется в избытке аммония).

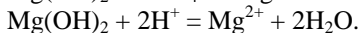
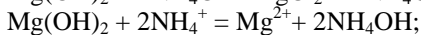
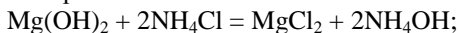
Реакция чувствительна и специфична. Однако нужно иметь в виду, что реактив Несслера в своем составе содержит щелочь (KOH); большинство же катионов со щелочами дают нерастворимые в воде основания, и многие из них окрашены (например, гидроксид железа (III) – красно-бурого цвета).

Реакции обнаружения катиона магния Mg^{2+}

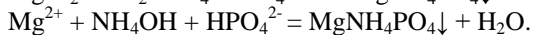
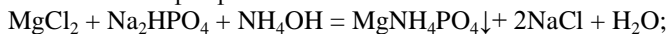
1. Гидроксид аммония NH_4OH образует с растворами солей магния белый осадок гидроксида магния:



В присутствии солей аммония гидроксид аммония NH_4OH не дает осадка с ионами магния Mg^{2+} . Это объясняется тем, что гидроксид магния $Mg(OH)_2$ хорошо растворяется в избытке аммонийных солей и в растворах кислот:

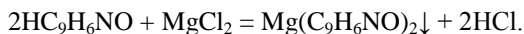


2. Гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 в присутствии NH_4OH и NH_4Cl осаждает из растворов солей магния белый кристаллический осадок магний-аммоний фосфата:



Присутствие в растворе NH_4Cl необходимо для того, чтобы при действии NH_4OH не образовался осадок $\text{Mg}(\text{OH})_2$. При большом избытке хлорида аммония происходит растворение магний-аммоний фосфата. Выпадение осадка можно ускорить трением стеклянной палочки о стенки пробирки. Из разбавленных растворов осадок выпадает медленно. В таких случаях рекомендуется выждать некоторое время. В отсутствие гидроксида аммония ион магния Mg^{2+} дает с гидрофосфатом натрия белый аморфный осадок MgHPO_4 . Эта реакция является фармакопейной.

3. 8-оксихинолин в аммиачной среде (pH 9,5–12,7) образует с ионами магния Mg^{2+} зеленовато-желтый кристаллический осадок оксихинолята магния:



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. Гольбрайх, З. Е. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие/ З. Е. Гольбрайх.–М.:ООО«Издательство Астрель»,2004.–383с
5. Ким, А.М. Органическая химия: Учеб.пособие/ А. М. Ким. – 3-е изд., испр. и доп. – Новосибирск: Сиб. унив. изд-во, 2002. – 971 с.
6. Князев Д. А. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Д. А. Князев, С. Н. Смартыгин. – М.: Высш. шк., 1990. – 430 с.
7. 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.
8. Угай Я. А. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Я. А. Угай. 4-е изд. – М.: Высш. шк., 2004. – 440 с.
9. ХИМИЯ. Неорганическая химия:Учебно-методический комплекс: О. В. Поддубная, И.В. Ковалева. –Горки: БГСХА, 2010. – 169 с.
10. Цитович, Н. К. Курс аналитической химии: Учебник для вузов/ Н. К. Цитович. – М.: Высш. шк., 1987. – 403 с.
11. Цыганов, А. Р. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб.пособие / А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная. – Минск: ИВЦ Минфина, 2013. – 236 с.

Дополнительная:

1. Алешин, В.А. Практикум по неорганической химии/ В.А. Алешин[и др.] –М.: Издат. Центр”академия”, 2004. – 384 с.
2. Волков А.И.Метод молекулярных орбиталей: Учеб.пособие / А.И. Волков. – Минск : Новое знание, 2006. – 133 с.
3. Введение в лабораторный практикум по неорганической химии: Учеб.пособие / В.В. Свиридов, Г.А.Попкович и др. – Мн : Высш. шк., 2003. – 96 с.
4. 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.
5. Жарский, И. М.Теоретические основы химии: сборник задач: Учеб.пособие. – Минск.: Аверсев, 2004. – 397 с.
6. Зайцев, О. С. Исследовательский практикум по общей химия: Учеб.пособие. / О. С. Зайцев. – М.: Изд-во МГУ, 1994. – 480 с.
7. Общая химия. Биофизическая химия. Химия биогенных элементов: Учебник для вузов/ Ю.А. Ершов, В.А. Попков и др. 6-е изд.,стер. М.: Высш. шк., 2007. – 560с.
- 8.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.
- 9.Слесарев, В. И. Химия: основы химии живого: Учебник для вузов / В. И. Слесарев. – СПб: Химиздат, 2001. – 784 с.
10. Степин, Б. Д. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Б. Д. Степин, А.А. Цветков. – М.: Высш. шк., 1994. – 608 с.

Составители
Поддубная Ольга Владимировна
Ковалева Ирина Владимировна
Мохова Елена Владимировна