

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ САМАРСКОЙ ОБЛАСТИ
«НОВОКУЙБЫШЕВСКИЙ НЕФТЕХИМИЧЕСКИЙ ТЕХНИКУМ»

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по УР

_____ В. Б. Семисаженова

« _____ » _____ 2015 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

ПО ПРОГРАММЕ АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

по специальностям 18.02.09 Переработка нефти и газа и 18.02.06

Химическая технология органических веществ

Новокуйбышевск

2015 г.

Настоящие методические указания содержат общие требования по выполнению лабораторных работ для освоения программы аналитическая химия.

Методические указания имеют практическую значимость для преподавателей и обучающихся по специальности 18.02.06 Химическая технология органических веществ и 18.02.09 Переработка нефти и газа.

СОГЛАСОВАНО

Предметно - цикловой комиссией

Председатель _____ М. В. Коряковская

Протокол № _____ от «_____» _____ 2015 г.

Составитель: Коряковская М. В. – преподаватель спец. дисциплин ГАПОУ СО «ННХТ» г. Новокуйбышевска

Эксперты:

Внутренняя экспертиза:

Техническая экспертиза: В. Б. Семисаженова – зам. директора по УР ГАПОУ СО «ННХТ»

Содержательная экспертиза: О. Д. Щелкова – зам. директора по НМР ГАПОУ СО «ННХТ»

**Рецензия на методические указания по выполнению лабораторных работ по программе
аналитическая химия**

Методические указания разработаны преподавателем спец. дисциплин Коряковской М. В. ГАПОУ СО «ННХТ» г. Новокуйбышевска.

Настоящие методические указания предназначены для подготовки квалифицированных кадров по специальности 18.02.06 Химическая технология органических веществ и 18.02.09 Переработка нефти и газа.

Представленные методические указания формируют у обучающихся практические умения и навыки обращения с различными приборами, установками, аппаратурой, лабораторным оборудованием. Методические указания по выполнению лабораторных работ развивают у обучающихся исследовательские умения (наблюдать, сравнивать, анализировать, устанавливать зависимость, делать выводы и обобщения, самостоятельно вести исследования, оформлять результаты), что способствует развитию мышления и приобретению профессиональной уверенности у обучающихся.

Материал изложен грамотно, доступно, в табличной и графической формах, дополнен рисунками и схемами. Рекомендовано использовать при изучении программы аналитическая химия.

Рецензент _____

Рецензия на методические указания по выполнению лабораторных работ по программе физическая и коллоидная химия

Методические указания разработаны преподавателем спец. дисциплин Коряковской М. В. ГАПОУ СО «ННХТ» г. Новокуйбышевска.

Методические указания составлены в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом и учебным планом образовательного учреждения и предназначены для преподавателей для проведения лабораторных работ при изучении дисциплины аналитическая химия.

Лабораторный метод обучения основан на самостоятельном проведении обучающимися эксперимента и исследований, он дает возможность приобретать умения и навыки обращения с оборудованием, проведения измерений и вычислений, обработки результатов, выбора новых путей самостоятельных исследований.

Данные методические указания помогут более глубоко систематизировать, углубить и конкретизировать теоретические знания, выработать способность и готовность использовать теоретические знания на практике, развивать интеллектуальные умения.

Методические указания имеют практическую значимость для преподавателей и обучающихся по специальности 18.02.06 Химическая технология органических веществ и 18.02.09 Переработка нефти и газа.

Рецензент _____

СОДЕРЖАНИЕ

1. Внутренний распорядок и безопасные методы работы в лаборатории
 2. Основы качественного анализа
 3. Хроматографический анализ
 4. Лабораторные работы
 - 4.1 Лабораторная работа № 1 Проба на окрашивание пламени
 - 4.2 Лабораторная работа № 2 Изучение реакций обнаружения катионов
 - 4.3 Лабораторная работа № 3 Реакции обнаружения анионов
 - 4.4 Лабораторная работа № 4 Анализ неизвестного вещества
 - 4.5 Лабораторная работа № 5 Разделение и обнаружение катионов III аналитической группы способом осадочной хроматографии
 - 4.6 Лабораторная работа № 6 Разделение и обнаружение катионов VI аналитической группы (Ni^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}) методом распределительной хроматографии
- Список литературы

1. ВНУТРЕННИЙ РАСПОРЯДОК И БЕЗОПАСНЫЕ МЕТОДЫ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

1. В учебной лаборатории студенту предоставляется определенное место для занятий и все необходимое для работы: оборудование и реактивы, расположенные в соответствии с правилами техники безопасности.

2. В лабораторию студент должен являться в белом опрятном халате, хирургической шапочке и в чистой сменной обуви.

3. Приносить в лабораторию продукты питания и посторонние вещи личного пользования воспрещается.

4. После вводного объяснения преподавателя по лабораторной работе староста группы обязан назначить дежурных студентов.

5. Все лабораторные работы должны производиться в строгой последовательности, указанной преподавателем, при соблюдении правил техники безопасности и обращения с реактивами и предметами лабораторного оборудования. Студенты должны выполнять указания преподавателя и дежурного лаборанта по ходу занятия. Беспорядок и неаккуратность при выполнении аналитических операций часто приводит к необходимости повторения выполнения работы.

6. При работе в лаборатории студент должен соблюдать полную тишину, частоту и порядок.

7. В лаборатории категорически воспрещается: курить, принимать пищу, пробовать на вкус исследуемые вещества.

8. Строго воспрещается выносить из лаборатории различные вещества и предметы лабораторного оборудования.

9. После выполнения лабораторных работ студент обязан отчитаться перед преподавателем о результатах исследований и привести в полный порядок свое рабочее место:

а) тщательно вымыть и прополоскать дистиллированной водой посуду своего комплекта;

б) протереть склянки реактивного набора и привести в порядок свое рабочее место;

в) привести в порядок и выключить использованную аппаратуру;

г) проверить выключение нагревательных приборов, воды.

10. Сдать свое рабочее место дежурному лаборанту и доложить преподавателю об окончании работы.

11. Дежурные студенты обязаны строго следить за наличием всех необходимых принадлежностей для проведения лабораторных работ, при их недостатке обращаться за пополнением к дежурному лаборанту. После окончания работы дежурные студенты должны прибрать и вычистить все принадлежности и рабочие места общего пользования, провести влажную уборку учебной комнаты и сдать ее дежурному лаборанту.

1.1 Работа с кислотами и щелочами

1. Работать с концентрированными кислотами и щелочами необходимо осторожно. Следить затем, чтобы они не попадали на кожу или одежду, так как при этом могут вызвать ожоги тела и порча одежды.

2. При работе с большими количествами концентрированных растворов кислот и щелочей необходимо:

а) надеть резиновые перчатки, фартук и защитные очки;

б) баллоны с указанными жидкостями необходимо поместить на подставку, а затем медленно наклонять и переливать эти растворы через воронки в хорошо вымытые и высушенные склянки;

в) категорически запрещается втягивать ртом через пипетки концентрированные растворы кислот и щелочей;

г) щелочи, которые находятся в твердом состоянии, необходимо набирать из склянок с помощью пинцетов или шпателя. При измельчении твердых щелочей глаза следует защищать специальными очками.

3. Готовя разбавленные растворы концентрированной серной кислоты необходимо помнить, что при разбавлении ее выделяется большое количество тепла, поэтому от прибавления воды к кислоте она может разбрызгиваться и попадать на тело и одежду.

Необходимо осторожно и медленно приливать кислоту к воде, а не наоборот.

1.2 Работа с ядовитыми и вредными веществами

1. При работе в химической лаборатории всегда нужно помнить, что большинство применяемых в лаборатории веществ в той или иной степени ядовиты. Поэтому даже практикуемый в лаборатории метод предварительного определения вещества по запаху следует проводить с большой осторожностью.

2. Опыты, сопровождающиеся выделением ядовитых газов и паров должны выполняться только в вытяжном шкафу с хорошей тягой.

3. При работе с особо опасными веществами в лаборатории должно находиться не менее двух сотрудников.

4. В лаборатории должно быть изолированное помещение или сейф для хранения дневной потребности ядовитых сильнодействующих веществ.

5. Все работы по расфасовке ядовитых и вредных веществ необходимо выполнять в резиновых перчатках и в защитных очках, а при необходимости в противогазе.

6. Для отмеривания вредных и ядовитых веществ следует пользоваться пипетками со специальным приспособлением.

7. В химической лаборатории запрещается прием пищи и хранение продуктов.

8. После работы в лаборатории с вредными и ядовитыми веществами необходимо хорошо вымыть руки.

1.3 Первая помощь при несчастных случаях

Несчастные случаи (ожоги, поражения, отравления) в лабораториях могут быть в результате несоблюдения техники безопасности или в результате неаккуратной работы.

Оказание первой помощи пострадавшему состоит в следующем:

1. При попадании кислот на кожу это место вначале необходимо аккуратно промыть водой, а затем раствором бикарбоната натрия. При попадании на кожу концентрированной серной кислоты перед промыванием водой поврежденного участка тела необходимо осторожно вытереть этот участок сухим ватным тампоном или сухой тряпочкой.

2. При попадании концентрированных растворов едких щелочей на кожу поврежденное место необходимо промыть последовательно водой и разведенной уксусной или лимонной кислотой.

3. При попадании на кожу фенола, брома или других раздражающих веществ необходимо поврежденное место промыть органическим растворителем (спирт, бензин, эфир и т.д.).

4. При отравлениях хлором, бромом, оксидами азота пострадавшему необходимо дать вдыхать пары раствора аммиака, а также дать выпить молока.

5. При термических ожогах тела следует немедленно промыть обожженное место 10%-ным раствором перманганата калия.

6. При порезах рану следует обработать спиртовым раствором йода и перевязать.

7. После оказания первой помощи потерпевшему его необходимо немедленно направить в больницу.

1.4 Меры противопожарной безопасности при работе в лаборатории.

1. При работе особенно осторожно следует обращаться с огнеопасными веществами (эфир, бензин, спирт, сероуглерод, ацетон и др.):

а) при работе с огнеопасными веществами запрещается зажигать спички, газовые горелки, спиртовки; запрещается включать нагревательные приборы;

б) все работы с огнеопасными веществами в лаборатории проводятся под тягой при выключенных нагревательных приборах;

в) все отработанные жидкости, содержащие огнеопасные вещества, должны сливаться в специальные для этих целей предназначенные сосуды.

2. Опасными являются работы со свободным натрием, калием, фосфором. Работы с этими веществами должны вестись в точном соответствии с инструкцией, данной преподавателем.

3. Все работы, связанные с выделением водорода, хлора, брома или другого газа, пара или пыли производятся в вытяжном шкафу.

4. В случае воспламенения горючих жидкостей или других веществ немедленно погасите газовую горелку, выключите нагревательные приборы и тягу и, не трогайте сосуды с огнеопасными веществами, примите меры к тушению пламени:

а) горящие, не смешивающиеся с водой жидкости, прикройте асбестовым покрывалом и затем, если нужно, засыпьте песком. Спирт, ацетон, диметилформамид и другие смешивающиеся с водой вещества гасите водой;

б) фосфор гасите песком или водой;

в) натрий, калий – сухим песком, но не водой и не огнетушителем;

г) во всех случаях (за исключением воспламенения калия и натрия) воспользуйтесь огнетушителем;

д) если на вас загорится одежда – не бегите, а гасите пламя обертыванием пальто, войлоком, одеялом, если можно, гасите водой. Огнетушитель для этой цели применять нельзя.

2. ОСНОВЫ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Аналитическая химия – наука, развивающая теоретические основы анализа химического состава веществ и материалов, разрабатывающая методы идентификации и обнаружения, определения и разделения химических элементов и их соединений, а также методы установления химического строения веществ.

Аналитическая химия относится к прикладным наукам. Методы химического анализа применяются в геологии (состав минералов и горных пород), в контроле качества исходного сырья и готовой продукции, в экологическом мониторинге, в сельском хозяйстве, археологии, биологии, медицине, криминологии и т.д.

В аналитической химии различают качественный и количественный анализ. При помощи методов качественного анализа устанавливают, какие химические элементы или соединения входят в состав изучаемого объекта. Количественный анализ проводится для определения количественного состава изучаемого объекта, т.е. доли или концентрации интересующих химических элементов или соединений.

Качественный анализ, обычно, предшествует количественному анализу, в тех случаях, когда состав анализируемого вещества приблизительно известен, сразу приступают к количественным измерениям.

Качественный и количественный анализ проводят химическими, физическими и физико-химическими методами.

В данном пособии рассматривается качественный анализ неорганических веществ, являющихся электролитами. В водных растворах молекулы электролитов диссоциируют на ионы. Поэтому задачей качественного анализа является открытие ионов. Из всей совокупности встречающихся ионов выбраны наиболее важные в биологическом отношении – ионы биогенных элементов (K^+ , Na^+ , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , Ca^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cl^- , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} и другие) и ионы – токсиканты окружающей среды (Pb^{2+} , Hg^{2+} , NO_2^- , NO_3^-).

Качественный анализ проводят с помощью аналитических реакций, сопровождающихся заметными внешними изменениями, а именно:

1. Изменением окраски раствора
2. Образованием или растворением осадка
3. Выделением газа
4. Образованием кристаллов характерной формы

Вещества, вызывающие характерные реакции, называются реагентами или реактивами.

Большинство аналитических реакций выполняют «мокрым» способом - реакции проводят в растворах. В качестве растворителей используют дистиллированную воду, уксусную и минеральные кислоты, растворы аммиака и щелочей. При анализе неорганических веществ реакции в растворах протекают между ионами анализируемых веществ и реактивов, а механизм протекающих реакций

выражается ионным уравнением. Такие реакции называются характерными для данного иона. Характерные реакции можно проводить пробирочным (в пробирке), капельным (на фарфоровой пластинке или фильтровальной бумаге) или микрокристаллоскопическим (форму выпавших кристаллов наблюдают с помощью микроскопа) способами.

Анализ «сухим» способом проводят без перевода исследуемого твердого вещества в раствор. Этот способ анализа играет вспомогательную роль и применяется для предварительных испытаний. Его осуществляют с помощью таких приемов, как проба на окрашивание пламени и получение окрашенных перлов.

Применяемые в качественном анализе реакции должны быть достаточно чувствительными. Чувствительность аналитических реакций определяет возможность обнаружения вещества (ионов, молекул) в растворе. Она характеризуется предельным разбавлением, предельной концентрацией, минимальным объемом предельно разбавленного раствора и открываемым минимумом (пределом обнаружения).

Наряду с чувствительностью реакций, большое значение для анализа имеет их специфичность. Специфическими называют реакции, аналитический эффект которых характерен только для одного иона в присутствии других ионов. Примером специфической реакции является образование темно-синего осадка «берлинской лазури» при действии гексацианоферрата (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$ на катион Fe^{3+} :



Специфические реакции представляют большой интерес для аналитической химии, так как они позволяют открывать нужный ион в присутствии других ионов из отдельных порций раствора в произвольной последовательности. Такой метод анализа называется дробным. Однако, специфических реакций известно немного. Поэтому в качественном анализе применяют систематический ход анализа, при котором открытие ионов ведется в строгой последовательности, путем выделения групп катионов и анионов с помощью групповых реагентов. После чего внутри каждой группы с помощью тех или иных реакций разделяют и открывают индивидуальные катионы и анионы.

Например, ионы Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} образуют с ионами Cl^- труднорастворимые хлориды $AgCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2 . Эти ионы составляют группу, а HCl называют групповым реагентом.

Существует несколько разновидностей систематического хода анализа: сероводородный, кислотнo - основной, аммиачно - фосфатный.

Систематический анализ используют в основном для обнаружения ионов в сложных многокомпонентных смесях. Он очень трудоемок и в настоящее время часто применяют дробно - систематический метод. При таком подходе используется минимальное число групповых реактивов, что позволяет наметить ход анализа в общих чертах, который затем осуществляется дробным методом.

3. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Хроматографический метод анализа предложен в 1903 году русским физиологом и биохимиком Михаилом Семеновичем Цветом.

Хроматография – это физико-химический метод разделения веществ, основанный на использовании сорбционных процессов в динамических условиях. В простейшем виде эти условия осуществляются при прохождении потока смеси газов, паров, жидкостей или растворенных веществ через колонку со слоем сорбента. Вследствие различной сорбируемости компонентов смеси происходит их разделение по длине колонки за счет многократного повторения сорбции, десорбции и других процессов.

В любом из вариантов хроматографии анализируемые компоненты распределяются между подвижной и неподвижной фазами. Неподвижной фазой служит твердое вещество или пленка жидкости, нанесенная на твердое вещество – носитель. Неподвижную фазу называют сорбентом. Подвижной фазой является жидкость или газ, протекающий через неподвижную фазу. Подвижная фаза в процессе хроматографирования непрерывно перемещается вдоль неподвижной фазы, так что частицы хроматографируемых веществ, переносимые вместе с подвижной фазой, могут многократно переходить из подвижной фазы в неподвижную и наоборот. Разделение веществ с помощью хроматографии основано на различном сродстве разделяемых компонентов к подвижной и неподвижной фазам. Различие в сродстве приводит к различию в скоростях движения частиц разделяемых веществ вместе с подвижной фазой и к их разделению.

Хроматография – современный и высокоэффективный метод, позволяющий быстро и надежно определять содержание отдельных компонентов в смесях, концентрировать и идентифицировать эти компоненты. Новейшими хроматографическими методами можно определять газообразные, жидкие и твердые вещества с молярной массой от единиц до 10^6 г/моль.

Хроматографические методы классифицируют по агрегатному состоянию подвижной и неподвижной фаз; механизму процесса разделения; по технике выполнения и по цели хроматографирования.

По агрегатному состоянию среды для разделения смеси различают газовую, жидкостную и газожидкостную хроматографию.

Газовая хроматография включает газожидкостную и газотвердофазную, жидкостная – жидкостно-жидкостную, жидкостно-твердофазную и жидкостно-гелевую. Первое слово в названии метода характеризует агрегатное состояние подвижной фазы, второе – неподвижной.

По механизму разделения смесей выделяют следующие виды хроматографии:

- адсорбционная хроматография основана на различии в адсорбируемости веществ твердым сорбентом;

- распределительная хроматография – на различии в растворимости разделяемых веществ в неподвижной фазе (газожидкостная хроматография) или на различии в растворимости веществ в подвижной и неподвижной жидких фазах;
- ионообменная хроматография – на разной способности веществ к ионному обмену;
- эксклюзионная хроматография – на различии в размерах и формах молекул разделяемых веществ;
- аффинная хроматография - на специфических взаимодействиях, характерных для некоторых биологических и биохимических процессов;
- осадочная хроматография – на образовании отличающихся по растворимости осадков разделяемых веществ с сорбентом;
- адсорбционно - комплексообразовательная на образовании координационных соединений разной устойчивости в фазе или на поверхности сорбента.

По технике выполнения различают:

- колоночную хроматографию – разделение проводится в специальных колонках;
- плоскостную хроматографию – разделение проводится на специальной бумаге (бумажная хроматография) или в тонком слое сорбента (тонкослойная хроматография).

По цели хроматографирования выделяют:

- аналитическую хроматографию - качественный и количественный анализ;
- препаративную хроматографию - для получения веществ в чистом виде, для концентрирования и выделения микропримесей;
- промышленную (производственную) хроматографию – для автоматического управления процессом (при этом целевой продукт из колонки поступает в датчик).

В качественном анализе для разделения и обнаружения катионов и анионов часто используют плоскостную хроматографию (бумажную и тонкослойную) и ионный обмен в колонках. Бумажная и тонкослойная хроматографии отличаются простотой, экспрессностью, наглядностью разделения, простотой обнаружения хроматографических зон, возможностью анализировать малые количества веществ.

Ионный обмен в колонках используют для отделения катионов от анионов в смесях сложного состава. Эта операция облегчает обнаружение как катионов, так и анионов, делает его более надежным, поскольку позволяет обнаруживать анионы в отсутствие тяжелых металлов, а катионы – в отсутствие таких анионов как силикат, борат, фосфат и других.

4. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

4.1 Лабораторная работа № 1 «Проба на окрашивание пламени»

ЦЕЛЬ: Определить наличие катиона Cr^{3+} и Co^{3+}

РЕАКТИВЫ: соли Cr^{3+} и Co^{3+} , фосфат натрия.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Анализ «сухим» способом проводят без перевода исследуемого твердого вещества в раствор. Этот способ анализа играет вспомогательную роль и применяется для предварительных испытаний. Его осуществляют с помощью таких приемов, как проба на окрашивание пламени и получение окрашенных перлов.

Проба на окрашивание пламени основана на том, что летучие соединения некоторых элементов окрашивают бесцветное пламя в определенный цвет: натрий – в желтый, калий – фиолетовый, барий – зеленый, кальций – кирпично-красный, кобальт – синий, хром – зеленый и т. д.

При анализе «сухим» способом часто применяется метод растирания испытуемого твердого вещества с твердым реагентом. По характерной окраске продуктов реакции судят о присутствии в пробе соответствующих элементов или ионов.

ХОД РАБОТЫ:

1. В ушке платиновой или нихромовой проволоки сплавляют исследуемое вещество с тетраборатом натрия (или фосфатом натрия) и отмечают цвет образовавшегося перла.

2. При растирании кристаллов сульфата кобальта (II) с тиоцианатом аммония появляется синее окрашивание вследствие образования комплексной соли $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$.

Результаты наблюдений заносят в лабораторную тетрадь.

4.2 Лабораторная работа № 2 «Изучение реакций обнаружения катионов»

ЦЕЛЬ: изучить реакции обнаружения катионов, условия их выполнения.

РЕАКТИВЫ: 0,1N раствор KOH, 0,1N раствор NaOH, соли аммония и хрома, реактив Несслера, пероксид водорода.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

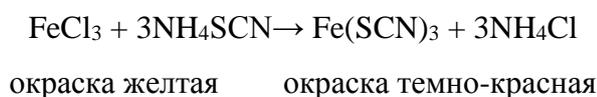
Аналитическая химия – наука, развивающая теоретические основы анализа химического состава веществ и материалов, разрабатывающая методы идентификации и обнаружения, определения и разделения химических элементов и их соединений, а также методы установления химического строения веществ.

Аналитическая химия относится к прикладным наукам. Методы химического анализа применяются в геологии (состав минералов и горных пород), в контроле качества исходного сырья и готовой продукции, в экологическом мониторинге, в сельском хозяйстве, археологии, биологии, медицине, криминологии и т.д.

В аналитической химии различают качественный и количественный анализ. При помощи методов качественного анализа устанавливают, какие химические элементы или соединения входят в состав изучаемого объекта. Количественный анализ проводится для определения количественного состава изучаемого объекта, т.е. доли или концентрации интересующих химических элементов или соединений.

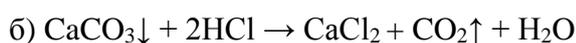
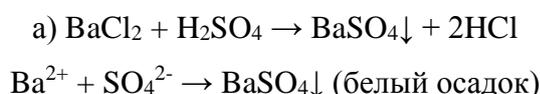
Качественный анализ проводят с помощью аналитических реакций, сопровождающихся заметными внешними изменениями, а именно:

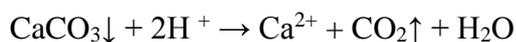
1. Изменением окраски раствора:



В зависимости от соотношения концентраций реагентов могут образовываться комплексы переменного состава $[\text{Fe}(\text{SCN})_n]$, где $n = 1, 2, \dots, 6$.

2. Образованием или растворением осадка:

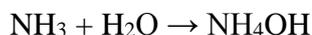




3. Выделением газа:



Выделение аммиака можно определить по резкому запаху и посинению влажной лакмусовой бумаги, за счет образования гидроксида аммония:



Эта реакция является специфической на катион NH_4^+ .

4. Образованием кристаллов характерной формы:

В разбавленных растворах ион Ca^{2+} образует с серной кислотой характерные игольчатые кристаллы $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:

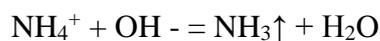


Вещества, вызывающие характерные реакции, называются реагентами или реактивами.

ХОД РАБОТЫ

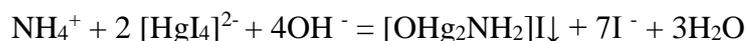
Катион NH_4^+

1. Щелочи KOH и NaOH разлагают соли аммония с выделением газообразного аммиака:



Выполнение реакции: к 3–4 каплям раствора соли аммония добавляют 2–3 капли концентрированного раствора щелочи. Пробирку слегка нагревают и к ее отверстию подносят влажную лакмусовую бумагу. Реакция специфична.

2. Реактив Несслера (смесь комплексной соли $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ и KOH) образует с катионом NH_4^+ осадок, растворимый в избытке солей аммония и кислой среде:

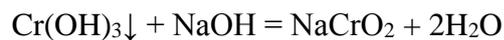
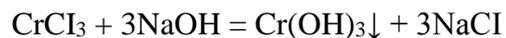


Выполнение реакции: к капле разбавленного раствора соли аммония добавляют 1–2 капли реактива Несслера, при этом выпадает осадок. Проведению реакции мешают катионы тяжелых металлов, удаляемые действием избытка щелочи. Реакция очень чувствительна (0,25 мкг), поэтому ее используют для проверки следов аммония в реакционной смеси.

Катион Cr^{3+}

1. Реакция окисления Cr^{3+} пероксидом водорода.

Окисление катионов Cr^{3+} в щелочной среде пероксидом водорода протекает по следующей схеме:



Выполнение реакции: к 2-3 каплям раствора соли Cr(III) добавляют 4-5 капель 2 н. раствора NaOH, 2-3 капли 3%-ного раствора H₂O₂ и нагревают до перехода окраски. К части раствора после его охлаждения добавляют раствор HNO₃ до появления окраски. Затем приливают 6-8 капель смеси эфира с изоамиловым спиртом и 2-3 капли раствора пероксида водорода. Смесь перемешивают. Появление интенсивно окраски органического слоя указывает на образование надхромовой кислоты H₂CrO₆.

Результаты наблюдений заносят в лабораторную тетрадь.

4.3 Лабораторная работа № 3 «Реакции обнаружения анионов»

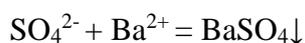
ЦЕЛЬ: изучить реакции обнаружения анионов и условия их выполнения.

РЕАКТИВЫ: 2Н раствор HNO_3 , 2М HCl , 0,01Н раствор KMnO_4 , раствора BaCl_2 , раствора Na_2HPO_4 , магниезальная смесь, 2Н раствор HNO_3 , водный раствор аммиака, NaCl . AgNO_3 .

ХОД РАБОТЫ

Сульфат ион SO_4^{2-}

Хлорид бария с сульфат - ионом образует белый кристаллический осадок BaSO_4 , практически нерастворимый в кислотах:



Это наиболее характерная реакция для открытия сульфат - иона. Мешают обнаружению анионы SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ и смесь SO_3^{2-} и S^{2-} . При подкислении раствора, содержащего $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ и смесь SO_3^{2-} и S^{2-} , выделяется белый осадок серы, нерастворимый в кислотах, который можно принять за BaSO_4 :

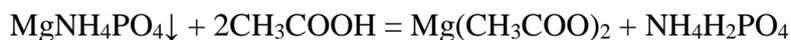


Отличить BaSO_4 от серы можно, используя способность сульфата бария к образованию с KMnO_4 смешанных кристаллов розового цвета за счет соосаждения.

Выполнение реакции: к 2-3 каплям раствора, содержащего сульфат - ионы, подкисленного несколькими каплями 2М HCl , добавляют 5 капель 0,01Н раствора KMnO_4 и 1-2 капли раствора BaCl_2 . Затем избыток KMnO_4 восстанавливают раствором пероксида водорода. При этом раствор обесцвечивается, а осадок окрашивается в розовый цвет, что служит доказательством образования осадка BaSO_4 .

Фосфат-ион PO_4^{3-}

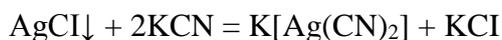
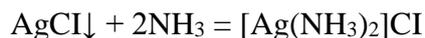
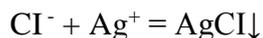
Для открытия фосфат - ионов используют магниезальную смесь (смесь MgCl_2 , NH_4Cl и NH_4OH). С фосфат - ионами она образует белый кристаллический осадок $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, растворимый в HCl и CH_3COOH , но нерастворимый в водном аммиаке:



Выполнение реакции: к 2-3 каплям раствора Na_2HPO_4 добавляют 4-5 капель раствора магниальной смеси и перемешивают. Образуется осадок.

Хлорид-ион Cl^-

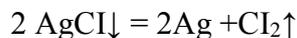
Нитрат серебра с хлорид - ионом образует белый творожистый осадок AgCl , нерастворимый в HNO_3 , но легко растворимый в концентрированном растворе аммиака, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, KCN , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ с образованием комплексных солей.



При подкислении раствора, содержащего $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$, раствором HNO_3 снова выпадает осадок AgCl :



Осадок AgCl темнеет на свету в результате образования серебра:



Выполнение реакции: в пробирку к 2-3 каплям раствора хлорида натрия добавляют 1-2 капли раствора нитрата серебра. Выпавший осадок отделяют центрифугированием. К осадку добавляют водный раствор аммиака до полного растворения. В полученном растворе открывают Cl^- - ион действием 3-5 капель 2 н. раствора HNO_3 .

Результаты наблюдений заносят в лабораторную тетрадь.

4.4 Лабораторная работа № 4 «Анализ неизвестного вещества»

ЦЕЛЬ: освоить методику дробно – систематического анализа неизвестной соли. Определить какие ионы входят в состав водного раствора, выданного в качестве контрольно - аналитической задачи.

ХОД РАБОТЫ

Ход *качественного анализа* водного раствора без осадка включает следующие этапы: предварительные испытания, открытие катионов, открытие анионов.

Предварительные испытания включают описание цвета, определение pH раствора и отношение к действию кислот и оснований. По окраске раствора можно сделать предварительное заключение о наличии или отсутствии тех или иных ионов, например: Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ и других.

Нейтральная реакция среды показывает, что в растворе могут быть соли сильных кислот и сильных оснований (KCl , Na_2SO_4) или соли слабых кислот и слабых оснований ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$). Щелочная реакция раствора свидетельствует о присутствии солей сильных оснований и слабых кислот (Na_2S , K_2CO_3 , CH_3COONa). Кислая реакция среды указывает на присутствие в растворе свободных кислот, кислых солей или солей сильных кислот и слабых оснований (NH_4Cl , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ и др.).

Если при добавлении раствора карбоната натрия к отдельной пробе исследуемого раствора осадок не выпадает, то в растворе присутствуют только катионы первой группы.

Если при добавлении к порции исследуемого раствора серной кислоты осадок не образуется, то в растворе отсутствуют катионы Pb^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} и, возможно, Ca^{2+} .

Если при действии соляной кислоты на исследуемый раствор осадок не образуется, то в растворе нет катионов Ag^+ , Hg_2^{2+} и, возможно, Pb^{2+} .

Если при добавлении гидроксида натрия и хлорида олова (II) к отдельной пробе исследуемого раствора не образуется черный осадок, значит, нет катионов Bi^{3+} , Hg_2^{2+} , Hg^{2+} .

Обнаружение катионов систематическим ходом анализа.

Систематический ход анализа катионов по кислотно - основному методу основан на различной растворимости в воде хлоридов, сульфатов и гидроксидов, амфотерных свойствах некоторых металлов и способности к образованию растворимых аммиачных комплексных соединений. Определение ведется в строгой последовательности.

К 1-2 мл анализируемого раствора в конической пробирке добавляют по 3-4 капли 6М HCl и 1М H_2SO_4 , этанола. Раствор с осадком нагревают на водяной бане при перемешивании, охлаждают и центрифугируют. Центрифугат - раствор 1 (катионы I, IV-VI групп и Ca^{2+}) отделяют от осадка 1

(смесь хлоридов и сульфатов Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , Ba^{2+} , Ca^{2+}). Осадок 1 промывают 1-2 мл холодной воды подкисленной 2-3 каплями 2М раствора соляной кислоты и анализируют.

Анализ осадка 1

Обнаружение и удаление катионов Pb^{2+} .

К осадку 1 добавляют 10 капель дистиллированной воды и нагревают на водяной бане. Растворимость хлорида свинца в воде увеличивается с ростом температуры, поэтому при нагревании хлорид свинца переходит в раствор. Отделяют осадок центрифугированием. В центрифугате открывают ионы Pb^{2+} реакцией с иодидом калия. Если катион Pb^{2+} обнаружен, обрабатывают осадок горячей водой до полного удаления PbCl_2 (в промывной воде не должно образовываться желтого осадка иодида свинца).

Обнаружение и удаление катионов Hg_2^{2+} .

К части осадка после удаления катионов свинца добавляют 1-2 капли концентрированного раствора аммиака. Почернение осадка свидетельствует о присутствии катионов Hg_2^{2+} . В этом случае ко всему осадку добавляют несколько капель 1М раствора HCl и бромной воды. При этом образуется хлорид ртути (II), растворимый в воде. Осадок отделяют центрифугированием. Центрифугат отбрасывают.

Обнаружение и удаление катионов Ag^+ .

К осадку после удаления хлоридов свинца и ртути (II) добавляют 8-10 капель концентрированного раствора аммиака и перемешивают. AgCl растворяется с образованием $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$. Осадок отделяют центрифугированием. Центрифугат разделяют на две пробирки, в одну из них приливают раствор KI , а в другую – HNO_3 . При наличии катионов Ag^+ в первой пробирке выпадает желтый осадок AgI , во второй – белый осадок или муть AgCl .

Удаление BiOCl .

К осадку после удаления AgCl добавляют несколько капель 6М HCl и нагревают при перемешивании на водяной бане. Осадок отделяют от раствора центрифугированием. Центрифугат, содержащий Bi^{3+} , присоединяют к раствору 1.

Удаление PbSO_4 и обнаружение Pb^{2+} .

Осадок после удаления хлоридов III группы обрабатывают несколькими каплями 2М раствора NaOH при нагревании. Сульфат свинца (II) при этом растворяется с образованием $[\text{Pb}(\text{OH})_4]^{2-}$. Отделяют осадок (сульфаты катионов II группы) центрифугированием. Центрифугат подкисляют уксусной кислотой до $\text{pH} = 4-5$ (по изменению цвета индикаторной бумаги) и обнаруживают Pb^{2+} реакцией с иодидом калия. Если катион Pb^{2+} обнаружен, то PbSO_4 удаляют из осадка, обрабатывая его несколько раз раствором щелочи до отрицательной реакции на свинец (II).

Переведение сульфатов II группы в раствор.

Осадок, содержащий CaSO_4 и BaSO_4 , обрабатывают насыщенным раствором Na_2CO_3 для переведения сульфатов в карбонаты, растворимые в кислотах. Для этого к осадку добавляют 20 капель насыщенного раствора Na_2CO_3 и нагревают при перемешивании несколько минут. Осадок отделяют центрифугированием. Центрифугат отбрасывают. Повторяют обработку 2-3 раза. К осадку добавляют 3-5 капель 2М раствора CH_3COOH и нагревают. Если осадок растворяется не полностью, то его обрабатывают насыщенным раствором Na_2CO_3 еще раз, центрифугируют и добавляют к осадку уксусную кислоту. Оба уксуснокислых раствора объединяют.

Обнаружение и отделение катионов Ba^{2+} .

К нескольким каплям полученного уксуснокислого раствора добавляют несколько капель раствора CH_3COONa и раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. В присутствии ионов бария выпадает желтый осадок, нерастворимый в уксусной кислоте. Если Ba^{2+} обнаружен, его отделяют, добавляя ко всему раствору CH_3COONa и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ по каплям до полного осаждения BaCrO_4 . Раствор с осадком нагревают 1-2 минуты и центрифугируют. В центрифугате открывают ионы Ca^{2+} .

Обнаружение катионов Ca^{2+} .

Для обнаружения катионов Ca^{2+} используют микрокристаллоскопическую реакцию образования гипса.

Анализ раствора 1

К раствору 1 в конической пробирке добавляют 2М раствор NaOH до $\text{pH} = 10-12$ (по универсальной индикаторной бумаге) и еще 10 капель избытка. Постепенно при перемешивании добавляют 4-5 капель 3 %-ного раствора H_2O_2 . После прекращения бурной реакции нагревают на водяной бане несколько минут. Центрифугируют и отделяют осадок 2 (гидроксиды, основные карбонаты катионов V, VI групп и Ca^{2+}) от раствора 2 (катионы IV и I групп).

Анализ раствора 2

Отделение гидроксида алюминия.

К раствору 2 добавляют при перемешивании твердый NH_4Cl до насыщения и нагревают. Отделяют раствор от осадка центрифугированием. В осадке гидроксид алюминия, в центрифугате – $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ и CrO_4^{2-} .

Обнаружение катионов Al^{3+} .

Используют реакцию с ализарином или алюминоном, которую выполняют в пробирке или капельным методом.

Обнаружение CrO_4^{2-} .

Если в исходном растворе присутствовал Cr (III), то центрифугат, содержащий $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ и CrO_4^{2-} , будет окрашен в желтый цвет. Присутствие CrO_4^{2-} доказывают окислением перекисью водорода в кислой среде до надхромовой кислоты.

Обнаружение катионов Zn^{2+} .

К нескольким каплям центрифугата, содержащего $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ добавляют насыщенный раствор карбоната натрия и нагревают. Выпавший осадок $\text{Zn}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ отделяют центрифугированием и промывают разбавленным раствором карбоната натрия. Осадок основного карбоната цинка растворяют в 2М растворе HCl и открывают Zn^{2+} по реакции с дитизоном.

Анализ осадка 2

Осадок 2 растворяют в азотной кислоте. Получают раствор 3.

Анализ раствора 3

Для отделения гидроксидов катионов V группы к раствору 3 добавляют концентрированный раствор аммиака до щелочной реакции, несколько капель раствора NH_4Cl и 1-2 капли 3 %-ного раствора H_2O_2 . Нагревают при перемешивании и центрифугируют. Осадок 4 – гидроксиды катионов V группы, центрифугат – раствор 4 – катионы VI группы и Ca^{2+} .

Анализ осадка 4

Отделение и обнаружение катионов Mn^{2+}

К осадку 4 добавляют 5-6 капель 2М раствора HNO_3 . Отделяют осадок $\text{MnO}(\text{OH})_2$ от раствора центрифугированием. В центрифугате, содержащем Fe (III) и Bi (III), открывают только висмут. Осадок $\text{MnO}(\text{OH})_2$ растворяют в 2М HNO_3 и 2-3 каплях 3 %-ного раствора H_2O_2 . Удаляют избыток перекиси нагреванием на водяной бане. В полученном растворе открывают Mn^{2+} реакцией с NaBiO_3 .

Обнаружение Bi^3

Для определения висмута используют реакцию восстановления хлоридом олова (II).

Анализ раствора 4

Аммиачные комплексные соединения меди и никеля окрашены в синий цвет, кобальта (III) – в бурый. По цвету раствора можно предположить наличие этих ионов. Отделение Cu^{2+} и Hg^{2+} от других катионов VI группы и Ca^{2+} . К раствору 4 добавляют 2М раствор H_2SO_4 до кислой реакции,

переносят раствор в фарфоровую чашку и упаривают досуха на песчаной бане для удаления нитрат - ионов (под тягой!!). К сухому остатку добавляют несколько капель воды, переносят в пробирку и вносят несколько кристаллов $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Нагревают на водяной бане. Отделяют осадок 5 (Cu_2S , HgS) от раствора 5 (Ni (II), Co (II), Ca (II), Mg (II)).

Анализ осадка 5

Анализ осадка Cu_2S , HgS .

Осадок сульфидов обрабатывают 5-6 каплями 3М раствора азотной кислоты при нагревании. В растворе открывают Cu (II) действием водного раствора аммиака, в осадке Hg (II).

Обнаружение Hg^{2+} .

Часть осадка HgS растворяют в 5-6 каплях царской водки и выпаривают раствор на водяной бане для удаления HCl и HNO_3 . Разбавляют несколькими каплями дистиллированной воды и открывают Hg (II) реакцией с KI .

Анализ раствора 5

Отделение и обнаружение Ca^{2+} .

К раствору добавляют 10 %-ный раствор аммиака до появления запаха, раствор NH_4Cl до растворения осадка и раствор $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Раствор с осадком нагревают, осадок отделяют центрифугированием, растворяют в нескольких каплях 2М раствора CH_3COOH , добавляют раствор $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ и водный раствор NH_3 (1:1) до $\text{pH} = 8-9$. Образуется белый осадок оксалата кальция.

Отделение и обнаружение Mg^{2+} .

К центрифугату (после осаждения CaCO_3) добавляют немного NH_4Cl , Na_2HPO_4 и водный раствор NH_3 . Выпадает белый кристаллический осадок MgNH_4PO_4 . Осадок отделяют от раствора центрифугированием. В растворе открывают катионы Ni^{2+} , Co^{2+} .

Обнаружение Ni^{2+} , Co^{2+} .

Ni (II) открывают действием реактива Чугаева, Co (II) – роданидом аммония или калия.

По результатам предварительных испытаний, групповых и характерных реакций делают вывод относительно того, какие катионы присутствуют в анализируемом растворе.

Результаты исследования анализируемого раствора оформляют в виде таблицы 1.

Таблица 1. Анализ смеси катионов и анионов

Исследуемый объект	Реагент	Наблюдения	Вывод	Состав фазы после разделения	
				Осадок	Раствор

При выполнении предварительных испытаний и реакций дробного обнаружения заполняют первые четыре столбца, при выполнении разделений на группы или внутри групп, заполняют все столбцы таблицы.

4.5 Лабораторная работа № 5 «Разделение и обнаружение катионов III аналитической группы способом осадочной хроматографии»

ЦЕЛЬ: познакомиться с разделением и идентификацией катионов методом бумажной хроматографии.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ:

Нитрат серебра, $C(\text{AgNO}_3) = 0,25$ моль/л

Нитрат ртути (I), $C(\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2) = 0,25$ моль/л

Нитрат свинца(II), $C(1/2 \text{Pb}(\text{NO}_3)_2) = 0,25$ моль/л

Иодид калия, 5 %-ный водный раствор

Гидроксид натрия, $C(\text{NaOH}) = 0,05$ моль/л

Фильтровальная бумага (синяя лента)

Разделительная камера или цилиндр с притертой пробкой

СУТЬ МЕТОДА

Разделение смеси катионов III аналитической группы (Hg_2^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+}) и их идентификация проводится на фильтровальной бумаге, пропитанной раствором иодида калия, при взаимодействии с которым они образуют окрашенные осадки (осадочная хроматография).

Бумага готовится непосредственно перед выполнением анализа

ХОД РАБОТЫ

1. Подготовка к хроматографированию бумаги.

Фильтровальную бумагу (синяя лента) пропитывают 5%-ным раствором иодида калия, погружая ее на 3-5 мин. в данный раствор. Высушивают бумагу на воздухе. Сухую бумагу разрезают на квадраты размером 4x4 см.

2. Получение осадочной хроматограммы.

В центр бумажного квадрата наносят капилляром исследуемый раствор. После впитывания первой капли наносят вторую и дают ей впитаться. Полученную хроматограмму промывают 2-3 каплями дистиллированной воды, внося каждую последующую каплю после впитывания предыдущей. Промывание повторяют до тех пор, пока размер зоны не увеличится в два-три раза. При промывании хроматограммы чередование зон не нарушается, увеличивается лишь ширина каждой зоны и границы их становятся более отчетливыми. Хроматограмму подсушивают и проявляют, проводя кисточкой, смоченной 0,05N раствором NaOH от центра к периферии.

Первичная хроматограмма катионов III аналитической группы имеет вид: в центре – темно-зеленое пятно – зона Hg_2J_2 , окруженное оранжевым цветом при наличии HgJ_2 , за ней следует

светло-желтая зона – AgJ и затем ярко-желтая зона – PbJ_2 , что соответствует растворимости указанных соединений. Анализируя первичную хроматограмму, можно только определить присутствие катионов Hg_2^{2+} и Pb^{2+} , так как светло-желтая зона AgJ маскируется ярко-желтой – PbJ_2 . Для обнаружения Ag^+ первичную хроматограмму проявляют 0,05N раствором NaOH . При этом иодид свинца PbJ_2 растворяется в NaOH с образованием бесцветного плюмбита натрия Na_2PbO_2 , на хроматограмме остается светло-желтое кольцо AgJ . При избытке щелочи оно постепенно чернеет, так как образуется оксид серебра – Ag_2O .

Все эти операции занимают 10-15 мин. Поэтому получение осадочной хроматограммы на бумаге можно использовать в качестве проверки правильности результатов качественного анализа катионов III аналитической группы.

Приводят рисунки хроматограмм.

4.6 Лабораторная работа № 6 «Разделение и обнаружение катионов VI аналитической группы (Ni^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}) методом распределительной хроматографии»

ЦЕЛЬ: познакомиться с разделением катионов методом бумажной хроматографии с последующей идентификацией их с помощью проявителя.

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ:

Анализируемая смесь катионов: Ni^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}

Подвижная фаза (элюент): система растворителей (HCl – H_2O – ацетон в соотношении 8% : 5% : 87% соответственно)

Реагенты проявители: 25%-ный раствор аммиака, 10%-ный раствор гексацианоферрата(II) калия, спиртовой раствор диметилглиоксима, 10%-ный раствор роданида аммония, 10%-ный раствор сульфида натрия

Разделительная камера

Хроматографическая бумага

Песчаная баня

ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Распределительная хроматография на бумаге основана на различном распределении хроматографируемых веществ между двумя несмешивающимися жидкостями, одна из которых подвижная (как правило, смесь органических растворителей), а другая неподвижная и представляет собой воду, находящуюся в волокнах хроматографической бумаги. При обработке бумаги растворителем, ионы с растворителем образуют подвижную фазу и перемещаются с различной скоростью по капиллярам бумаги. Поэтому компоненты смеси (ионы) разделяются, концентрируясь на различных участках хроматограммы.

Основной характеристикой разделения веществ, показывающей положение зоны вещества на бумаге, является фактор R_f . Чем больше R_f , тем лучше проходит процесс разделения.

Идентификацию катионов проводят, используя проявители – вещества, реагирующие с данными катионами с образованием окрашенных соединений.

ХОД РАБОТЫ

1. Нанесение образца на полоску хроматографической бумаги.

На полоске хроматографической бумаги шириной 2 см и длиной 20 см на расстоянии 1,5-2 см от края проводят карандашом линию старта, в центре которой наносят каплю пробы анализируемого раствора. Диаметр нанесенного пятна не должен превышать 2-3 мм, чем пятно меньше, тем лучше разделение. Пятно обводят карандашом и подсушивают.

2.Получение хроматограммы.

Полоску хроматографической бумаги, с нанесенной каплей исследуемого раствора, опускают в хроматографическую камеру (цилиндр, эксикатор или просто в пробирку) так, чтобы ее конец был погружен в растворитель не более чем на 0,5 см. Пятно не должно касаться растворителя. Бумажная полоска не должна касаться стенок цилиндра. Цилиндр закрывают притертой крышкой.

Время хроматографирования составляет 1,5-2 ч. Процесс прекращают после того, как растворитель пройдет от линии старта не менее 10 см. После этого бумажную полоску вынимают, отмечают положение фронта растворителя и тщательно высушивают полоску над горячей песчаной баней. Измеряют расстояние между стартовой линией и фронтом растворителя L. Затем по табличным R_f и экспериментально найденной величине L вычисляют l – высоту подъема зоны каждого катиона из данной смеси (табл. 1).

Таблица 1. Величина R_f некоторых катионов

катион	R_f
Ni(II)	0,13
Co(II)	0,54
Cu(II)	0,70
Cd(II)	0,10

Можно проводить обратный расчет (решать обратную задачу: расчет R_f по l и L).

При определении смеси катионов VI группы первичная хроматограмма представляется в следующем порядке от линии старта движения растворителя (рис. 1а): бесцветная зона – Ni^{2+} , голубая – Co^{2+} , желтая – Cu^{2+} и ближе к финишу бесцветная зона – Cd^{2+} .

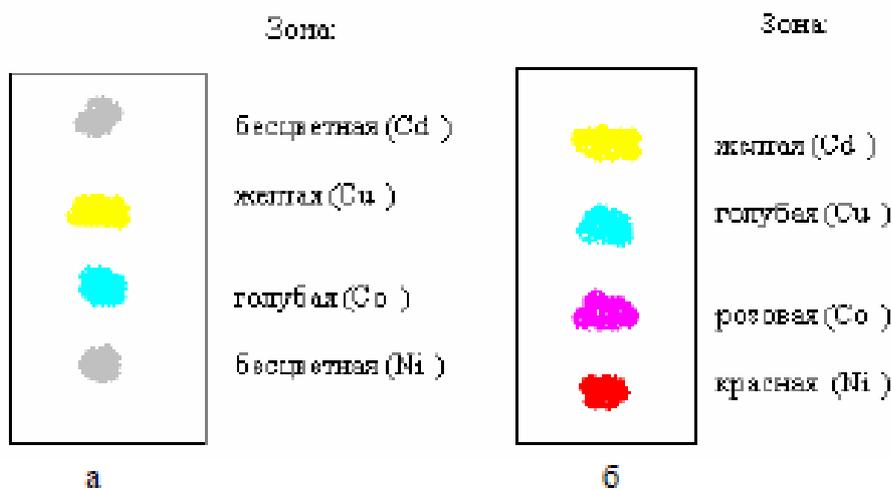


Рис. 1 Хроматограмма смеси катионов VI группы

3. Обнаружение катионов

Большинство катионов образуют невидимые зоны, поэтому для их обнаружения хроматограмму обрабатывают растворами органических и неорганических реагентов – проявителей. При обработке хроматограммы специфическими реагентами происходит проявление первичной и образование вторичной хроматограммы (рис. 1б). Для этого капилляром с реагентом для обнаружения катиона прикасаются только к участку хроматограммы на высоте размещения зоны данного компонента. Появление характерной окраски подтверждает присутствие катиона в исследуемом растворе.

При обработке зоны никеля (II) концентрированным раствором аммиака и насыщенным спиртовым раствором диметилглиоксима появляется красное окрашивание.

Голубая зона кобальта (II) при действии концентрированного раствора аммиака переходит в розовую, постепенно буреющую. А при добавлении раствора тиоцианата аммония образуется голубое окрашивание.

Если желтую зону меди (II) обработать концентрированным раствором аммиака, то появляется голубая окраска, а при добавлении раствора гексацианоферрат (II) калия – красно-бурая.

Для обнаружения ионов кадмия бесцветную зону обрабатывают раствором сульфида аммония, образование желтой окраски – признак присутствия Cd^{2+} .

Результаты определения оформляют в виде таблицы 2.

Таблица 2. Разделение и определение катионов VI группы

Вид хроматографии (по технике выполнения и доминирующему механизму)	Объект исследования	Химическая природа подвижной фазы	Химическая природа неподвижной фазы	Описание хроматограммы (число зон, их окраска и соответствие ионам)
---	---------------------	-----------------------------------	-------------------------------------	---

Приводят рисунок хроматограмм.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В двух частях. – М.: Дрофа, 2004.
2. Васильев В.П. Теоретические основы физико - химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2004.
3. Васильев В.П., Морозов Р.П., Кочергина Л.А. Практикум по аналитической химии. – М.: Химия, 2000.
4. Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа. – М.: Высшая школа, 1991.
5. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии. Т. 1,2.- М.: Высшая школа, 2004.
6. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы / Под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2004.
7. Основы аналитической химии. Практическое руководство/ Фадеев В.И., Шеховцова Т.Н., Иванов В.М.; под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 2003.
8. Практикум по аналитической химии/Под ред. Пономарева В.Д., Ивановой Л.И. - М.: Высшая школа, 1983.
9. Практикум по физико-химическим методам анализа/ Под ред. Петрухина О.М. – М.: Путь Альянс, 2006.