

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

# АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Учебно-методическое пособие для вузов

Составители:  
Т.А. Крысанова,  
И.В. Шкутина

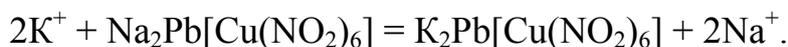
Издательско-полиграфический центр  
Воронежского государственного университета  
2011

## Содержание

<b>I. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ</b>	5
<b>Лабораторная работа № 1. Качественный анализ катионов I–VI аналитических групп</b>	8
1.1. Аналитические реакции катионов первой группы по кислотно-основной классификации: $\text{Li}^+$ , $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{NH}_4^+$	8
1.2. Аналитические реакции катионов второй группы по кислотно-основной классификации: $\text{Ag}^+$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$	10
1.3. Аналитические реакции катионов третьей группы по кислотно-основной классификации: $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ , $\text{Ba}^{2+}$	12
1.4. Аналитические реакции катионов четвертой группы по кислотно-основной классификации: $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Sn}^{2+}$ , $\text{Sn}^{4+}$ , $\text{As}^{3+}$ , $\text{As}^{5+}$ , $\text{Cr}^{3+}$	14
1.5. Аналитические реакции катионов пятой группы по кислотно-основной классификации: $\text{Mg}^{2+}$ , $\text{Sb}^{3+}$ , $\text{Sb}^{5+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Fe}^{3+}$	17
1.6. Аналитические реакции катионов шестой группы по кислотно-основной классификации: $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ , $\text{Hg}^{2+}$ , $\text{Co}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$	21
<b>Лабораторная работа № 2. Качественный анализ анионов I–III аналитических групп</b>	25
2.1. Аналитические реакции анионов первой группы: $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{F}^-$	25
2.2. Аналитические реакции анионов второй группы: $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{BrO}_3^-$ , $\text{CN}^-$ , $\text{SCN}^-$ , $\text{S}^{2-}$	29
2.3. Аналитические реакции анионов третьей группы: $\text{NO}_3^-$ , $\text{NO}_2^-$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$	32
<b>II. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ</b>	35
1. Гравиметрический метод анализа	35
<b>Лабораторная работа № 3. Определение содержания сухого вещества в лекарственном растительном материале</b>	37
2. Титриметрический анализ	39
2.1. Кислотно-основное титрование (протолитометрия)	42
<b>Лабораторная работа № 4. Приготовление первичных и стандартизация вторичных стандартных растворов</b>	43
2.2. Комплексонометрия	46
<b>Лабораторная работа № 5. Стандартизация раствора Трилона Б</b>	49
<b>Лабораторная работа № 6. Определение общей жесткости воды</b>	51
2.3. Окислительно-восстановительное титрование (Оксредметрия)	52
<b>Лабораторная работа № 7. Стандартизация раствора перманганата калия</b>	54
<b>Лабораторная работа № 8. Определение содержания железа в растворе</b>	55
<b>III. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА</b>	57
3.1. Спектральные методы анализа	58
<b>Лабораторная работа № 9. Определение меди (II) в растворе в виде аммиачного комплексного соединения методом абсорбционно-молекулярной спектроскопии</b>	61
3.2. Электрохимические методы анализа. Потенциометрия. Электродные потенциалы. Электроды индикаторные и электроды сравнения	63

**Микрорентгенографические реакции** – реакции образования осадков, состоящих из кристаллов характерной формы, цвета (тетраэдрические, призматические, в форме куба).

Ионы калия при реакции в нейтральных или уксуснокислых растворах с раствором гексанитрокупратом (II) натрия и свинца  $\text{Na}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$  образуют характерные черные кубические кристаллы  $\text{K}_2\text{Pb}[\text{Cu}(\text{NO}_2)_6]$ :



### **Образование соединений, люминесцирующих в растворах**

Иногда в качественном анализе используются аналитические реакции, продукты которых люминесцируют при облучении их ультрафиолетовым или видимым светом. При этом наблюдается окрашенное свечение раствора. Например, при реакции катиона  $\text{Li}^+$  с 8-оксихинолином наблюдается излучение голубого цвета.

**Пирохимические реакции** – реакции сплавления, нагрев на древесном угле, в пламени газовой горелки. Наиболее употребительной реакцией является окрашивание пламени. Например, натрий окрашивает пламя в желтый цвет, калий – фиолетовый, барий – желто-зеленый и др.

Аналитические реакции могут быть:

- **специфическими;**
- **селективными;**
- **групповыми.**

**Специфическая** – реакция, при которой в данных условиях с реагентами взаимодействует и дает сигнал только один компонент.

Например, реакция обнаружения иона аммония  $\text{NH}_4^+$  действием щелочи при нагревании,  $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- = \text{NH}_3\uparrow + \text{H}_2\text{O}$ .

В аналитической химии чаще применяются **селективные**, или *избирательные реакции*, в которых с реагентом взаимодействует и дает одинаковый или сходный сигнал ограниченное число компонентов (например, реакция  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Tl}^{3+}$  с бриллиантовым зеленым). Степень селективности реакции тем больше, чем меньше число ионов, с которыми реагент дает положительный эффект.

**Групповая** – реакция, при которой с реагентом в данных условиях взаимодействует целая группа компонентов. Применяемый в таких условиях реагент называется *групповым*. Групповые реагенты и реакции позволяют обнаружить ионы определенной аналитической группы.

Применение групповых реагентов привело к созданию серии аналитических классификаций катионов и анионов. Однако не существует такой классификации катионов, которая охватывала бы все известные катионы металлов и анионы. Наиболее распространенными на сегодняшний момент являются **кислотно-основная классификация катионов**, основанная на

использовании некоторых свойств элементов (отношение их к кислотам и щелочам, амфотерность гидроксидов, способность элементов к комплексообразованию) (табл. 1) и *классификация анионов*, основанная на образовании малорастворимых солей бария и серебра (табл. 2).

Таблица 1

*Кислотно-основная классификация катионов по группам*

Группа	Катионы	Групповой реагент
I	$\text{Li}^+, \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$	Отсутствует
II	$\text{Ag}^+, \text{Hg}_2^{2+}(\text{I}), \text{Pb}^{2+}$	Раствор $\text{HCl}$ (2 М)
III	$\text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}$	Раствор $\text{H}_2\text{SO}_4$ (1 М)
IV	$\text{Zn}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Sn}^{4+}, \text{Cr}^{3+}, \text{As}^{3+}, \text{As}^{5+}$	Раствор $\text{NaOH}$ или $\text{KOH}$ (2М), иногда в присутствии $\text{H}_2\text{O}_2$
V	$\text{Mg}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Sb}^{3+}, \text{Sb}^{5+}, \text{Bi}^{3+}$	Раствор $\text{NaOH}$ (2М) или раствор $\text{NH}_3$ (25%-й)
VI	$\text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Hg}^{2+}(\text{II}), \text{Ni}^{2+}$	Раствор $\text{NH}_3$ (25%-й)

Таблица 2

*Классификация анионов, основанная на образовании малорастворимых солей бария и серебра*

Группа	Анионы	Групповой реагент
I	$\text{SO}_4^{2-}, \text{SO}_3^{2-}, \text{S}_2\text{O}_3^{2-}, \text{C}_2\text{O}_4^{2-}, \text{CO}_3^{2-}, \text{B}_4\text{O}_7^{2-}(\text{BO}_2^-), \text{PO}_4^{3-}, \text{AsO}_4^{3-}, \text{AsO}_3^{3-}, \text{F}^-$	Раствор $\text{BaCl}_2$ в нейтральной или слабощелочной среде
II	$\text{Cl}^-, \text{Br}^-, \text{I}^-, \text{BrO}_3^-, \text{CN}^-, \text{SCN}^-, \text{S}^{2-}$	Раствор $\text{AgNO}_3$ в разбавленной $\text{HNO}_3$
III	$\text{NO}_3^-, \text{NO}_2^-, \text{CH}_3\text{COO}^-$ и др.	Отсутствует

*Фармакопейный анализ* – это контроль качества лекарственного сырья и любых лекарственных форм (порошков, таблеток, микстур, суппозиторов и др.) с использованием фармакопейных реакций и методов анализа, проводимый в соответствии с требованиями Фармакопеи. *Фармакопейными* называются реакции, включенные в качестве обязательных или рекомендуемых в Государственные или Европейские Фармакопеи, в фармакопейные или временные фармакопейные статьи.

Ионы можно открывать непосредственно в отдельных порциях исследуемого раствора (порядок открывания ионов не имеет значения) – ***дробный анализ***. Если ионы мешают определению друг друга, то используют последовательность проведения реакций (ионы из смеси выделяются целыми группами, пользуясь тем, что к действию некоторых реактивов группы ионов относятся одинаково) – ***систематический анализ***.

## Лабораторная работа № 1

### КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ КАТИОНОВ I–VI АНАЛИТИЧЕСКИХ ГРУПП

Катионы металлов в соответствии с кислотно-основной классификацией подразделяют на шесть аналитических групп (см. таблицу 1).

#### 1.1. Аналитические реакции катионов первой группы по кислотно-основной классификации: $\text{Li}^+$ , $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{NH}_4^+$

В первой аналитической группе групповой реагент отсутствует.

##### *Аналитические реакции катиона $\text{Li}^+$*

*Окрашивание пламени газовой горелки.* Летучие соли лития ( $\text{LiCl}$ ,  $\text{LiNO}_3$ ) окрашивают пламя газовой горелки в карминово-красный цвет.

*Методика.* На платиновой или нихромовой проволочке вносят в пламя газовой горелки несколько кристалликов хлорида или нитрата лития.

##### *Аналитические реакции катиона $\text{Na}^+$*

*Реакция с цинкуранилацетатом (фармакопейная).* Катионы натрия дают с цинкуранилацетатом  $\text{Zn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_8$  в уксуснокислом растворе желтый кристаллический осадок натрийцинкуранилацетата  $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , нерастворимый в уксусной кислоте:



*Методика.* На предметное стекло наносят каплю раствора  $\text{NaCl}$ , слегка упаривают до начала образования белой каемки по краям капли и прибавляют каплю раствора цинкуранилацетата. Через 2–3 мин наблюдают образование желтых октаэдрических и тетраэдрических кристаллов.

*Окрашивание пламени газовой горелки соединениями натрия (фармакопейный тест).* Соли и другие соединения натрия окрашивают пламя газовой горелки в желтый цвет.

*Методика.* На нихромовой либо платиновой проволочке вносят в пламя газовой горелки несколько кристалликов соли натрия.

##### *Аналитические реакции катиона $\text{K}^+$*

*Реакция с гексанитрокобальтатом (III) натрия (фармакопейная).* Катионы калия в достаточно концентрированных растворах в уксуснокислой ( $\text{pH} \approx 3$ ) или нейтральной среде образуют с растворимым в воде