Зертх.сабақ №5. IV – V – VI аналитикалық топ катиондары қоспасына бақылау-аналитикалық есеп.

***І.*** *Алғашқы байқау.*

Алғашқы байқауға мына жағдайлар жатады:

1) Ерітіндінің түсіне назар аудару қажет, себебі кейбір катиондар ерітінділерді әр түске бояйды.

2) Fe2+катионын анықтау. Зерттелетін ерітіндінің 1-3 тамшысына К3[Fe(CN)6] ерітіндісімен әсер етеді. Fe2+ катионының қатысында көк түсті тұнба түзіледі:

Fe2+ + [Fe(CN)6]3- → Fe3+ + [Fe(CN)6]4-

4 Fe3+ + 3 [Fe(CN)6]4- → Fe4[Fe(CN)6]3 ↓

3) Fe3+ катионын анықтау. Ерітіндінің 1-2 тамшысына К4[Fe(CN)6] ерітіндісімен әсер етеді. Көк түсті Fe4[Fe(CN)6]3 тұнбасының түзілуі Fe3+ катионының бар екенін дәлелдейді.

4 Fe3+ + 3 [Fe(CN)6]4- → Fe4[Fe(CN)6]3 ↓

Fe3+ катионның аммоний радонидімен анықтауға болады. Fe3+ катионының қатысында роданид ионының концентрациясына байланысты қызыл түсті комплекстер түзіледі:

Fe3+ + SCN - ↔ [Fe(SCN)]2+

Fe3+ + 2 SCN - ↔ [Fe(SCN)2]+

Fe3+ + 3 SCN - ↔ [Fe(SCN)3]

Fe3+ + 6 SCN - ↔ [Fe(SCN)6]3-

Бұл реакцияға F-, C2O42- , PO43- аниондары кедергі жасайды, себебі олар Fe3+ катионымен тұрақтылығы жоғары түссіз комплекстер түзеді.

1. Егерде ерітінді түссіз және бұл ерітіндіде Fe2+ катиондары жоқ болатын болса, онда Mn2+ катиондарын анықтауға мүмкіндік болады. Ерітіндінің 1-2 тамшысына 3-4 тамшы 6 н. азот қышқылы ерітіндісін және натрий висмутат ұнтағын қосады. Центрифугада ерітіндіні тұнбадан бөліп алып, ерітіндінің түсін қарастырады. Бұл реакциямен Mn2+ анықтауға Cl- иондары және Fe2+ катиондары кедергі жасайды.
2. Co2+ катионын анықтау. (Fe3+ катионы жоқ болған кезде). Ерітіндінің 2-3 тамшысына 8 тамшы аммоний роданидінің қаныққан ерітіндісін және 5-6 тамшы амил спиртін қосады. Co2+ катионының қатысында органикалық қабат көк түске боялады.

Co2+ + 4 SCN -  ↔ [Co(SCN)4]2-

Co2+ катионы аммоний роданидімен анықтауға Fe3+ катионы кедергі жасайды, себебі, ол SCN –  анионымен қызыл түсті комплекстер түзеді. Сондықтан NH4F немесе NaF қосып Fe3+ катионының түссіз фторид комплексіне байланыстырады:

Fe3+ + 6 F ↔ [FeF6]3-

1. Қалайы катиондарын анықтау. Ерітіндінің 3-4 тамшысына 2-3 тамшы 3 процент Н2О2 ерітіндісін қосып тотықтырады. Түзілген ерітіндіден 1-2 тамшы алып шыны тілігіне тамызып, осы ерітіндіге 1 тамшы 1 н. аммиак ерітіндісін қосады. Реакция нәтижесінде тұнба түзіледі. Тұнбаны 2 н. тұз қышқылында ерітіп қыздырады. Түзілген тұнбаны микроскоппен қарастырады. Sn(IV) катионының қатысында октаэдр тәрізді кристалдар пайда болады (NH4)2[SnCl6].

Төртінші аналитикалық топ катиондарын V, VI аналитикалық топ катиондарынан бөліп алу.

Берілген есептің 5-8 тамшы бірнеше тамшы сутек пероксиді мен 2 н. NaOH қосады. Шыны таяқшасымен жақсылап араластырып 3-5 мин. қыздырады, сутек пероксиді толық ұшып кеткенше, тұнбаны ерітіндіден бөліп алу қажет.

І – тұнба 1- ерітінді

Fe(OH)3, MnO(OH)2, Co(OH)3, Co(OH)3, AlO2-, ZnO22-, SnO32-,

Cd(OH)2, Ni(OH)2, Cu(OH)2, HgO, CrO42-, AsO43-

Mg(OH)2, Bi(OH)3, SbO(OH)3

IV - аналитикалық топ катиондарын анализдеу

1. *Al3+ , Sn(IV) гидроксид күйінде бөліп алып, анықтау*.

Ерітіндіге (І) криталдық аммоний хлоридін қосады, ерітіндіні буландырады (көлемін азайту үшін). Тұнбаға Al(OH)3 және Sn(OH)4 түседі. Тұнбаны центрифугада ерітіндіден бөледі:

ІІ – тұнба 2- ерітінді

Al(OH)3, Sn(OH)4 [Zn(NH3)4]2+, CrO42-,

AsO43-

Тұнбаны (2) 2 н. HCl ерітіндісін ерітіп, ерітіндіде Al3+ мен Sn(IV) анықтайды.

а) Sn(ІІ, IV) – иондарын анықтау. Түзілген ерітіндіден 5-6 тамшы ерітінді алып, оған 3-5 тамшы 6 н. тұз қышқылын қосып темір шегесін батырады. Бірнеше минут қыздырады. Бұл жағдайда төрт валентті қалайы екі валентті қалайыға дейін тотықсызданады.

Sn4+ + Fe → Sn2+ + Fe2+

Темір шегені алып, ерітіндіге 2-3 тамшы HgCl2 - ерітіндісін қосады, ақ – сұрға айналатын тұнба түзіледі. Бұл жағдай ерітіндіде Sn2+ катиондар бар екендігін көрсетеді:

Sn2+ + HgCl2 ↔ Hg2Cl2 ↓ + Sn4+ + 2 Cl-

Sn2+ + Hg2Cl2 ↔ 2 Hg ↓ + Sn4+ + 2 Cl-

ә) *Al3+ катионын анықтау*. Екінші пробиркадан Al3+-ді ализаринмен анықтайды.



Реакцияны жүргізу. Сүзгіш қағазға бір тамшы K4[Fe(CN)6] ерітіндісін тамызып, тамшының ортасына бір тамшы аммоний ерітіндісін қосады. Аммиак буының үстінде ұстайды да, тамшының шетіне ализарин ерітіндісін жүргізеді. Al3+ ионының қатысында қызыл түсті суда нашар еритін қосылыс түзіледі.

1. Zn2+ катиондарын бөліп алып анықтау. Екінші ерітіндіге қаныққан натрий карбонатының ерітіндісін қосып, аммиак толық ұшып кеткенше қыздырады. Бұл жағдайда ақ тұнба түзіледі Zn2(OH)2CO3 ерітіндіні тұнбадан бөліп алады.

ІІІ – тұнба 3 – ерітінді

Zn2(OH)2CO3 CrO42- , AsO43- аниондары

Үшінші тұнбаны 2 н. тұз қышқыл ерітіндісінде ерітіп мырышқа тән реакциялар жасайды.

а) *Zn2+ катионын дитизонмен анықтау*. Ерітіндінің 3-4 тамшысын алып 1 мл ацетон буфері мен 1-2 мл хлороформда ерітілген дитизон ерітіндісін қосу қажет. 0,5-1 минуттан кейін мырыш катионы қатыснда хлороформ қабаты қызыл түске боялады.

ә) *K4[Fe(CN)6] реактивімен анықтау*. Мырыш катионы K4[Fe(CN)6] ерітіндісімен ақ түсті тұнба түзеді:

3 Zn2+ + 2 K4[Fe(CN)6] → Zn3K2[Fe(CN)6]2 ↓ + 6 К+

б) CrO42- мен AsO43- иондарын анықтау. Ерітіндіні (3) екіге бөліп, бірінші пробиркаға CrO42-  тән реакцияларымен анықтау қажет:

CrO42- + Ва2+ → ВаCrO4↓ + 2CI-

немесе

Cr2O72- + 4 Н2О2 + 2 Н+ → 2 Н2CrO6 + 3 Н2О

Н2CrO6 – тұрақсыз қышқыл, сондықтан ерітіндіге амил спиртін немесе эфир қосу қажет. Органикалық қабатты көк түске бояйды. Екінші пробиркадан АsO43- молибден сұйығымен анықтайды.

(NH4)3AsO4 + 12 (NH4)2MoO4 + 24 HNO3 →

(NH4)3AsO4 \*12 MoO4 \* 6 Н2О ++ 24 NH4NO3 + 6 Н2О

**Сурьманы бөліп алып, анықтау.**

SbO(OH)3  басқа катиондардан бөліп алу үшін, бірінші тұнбаны Н2О2 қатысында 2н. азот қышқылы ерітіндісінде ерітеді. Бұл жағдайда MnO(OH)2, Co(OH)3 сутек пероксиді әсерінен Мn2+ және Со2+ иондарына дейін тотықсызданады. HSbO3 ерітіндіден бөліп алу қажет.

IV-тұнба 4-ерітінді

HSbO3 Fe3+ , Mn2+ , Mg2+ , Cи2+ ,

Cd2+, Ni2+ , Co2+ , Hg3+, Bi3+

Төртінші тұнбаны 6 н. тұз қышқылы ерітіндісінде ерітіп, ерітіндіге темір шегесін батырып қыздырады. Sb(III, V) катиондары болатын болса, қара түсті сурьма бөлшектері пайда болады.

HSbO3 + 6 HCl → HSbCl6 + 3 H2O

2 SbCl6- + 5 Fe → 2 Sb ↓ + 5 Fe2+ + 12 Cl-

**Бесінші аналитикалық топ катиондарын алтыншы аналитикалық топ катиондарын бөліп алып анализдеу.**

Төртінші ерітіндіге 2 н. Na2CO3 ерітіндісін барлық катиондар толық тұнбаға түскенше қосады да тұнбаны ерітіндіден центрифугада бөледі. Тұнбаға аммиак ерітіндісін қосып, араластырып қыздырады да центифугада бөледі:

V – тұнба 5 – ерітінді

Fe2(OH)2CO3 , MnCO3 , [Cu(NH3)4]2+, [Cd(NH3)4]2+,

Mg2(OH)2CO3 , Bi(OH)3 [Hg(NH3)4]2+, [Co(NH3)6]2+,

[Ni(NH3)6]2+

**Бесінші аналитикалық топ катиондарын анализдеу.**

1. 5- ші тұнбаны 2 н. азот қышқылында жоғары температурада еріту қажет. Осы ерітіндіге 6 н. NaOH және 3 проценттік H2O2 қосып қыздырады, сутек пероксиді толық ыдырап кеткенше. Тұнбаны центрифугада ерітіндіден бөледі.

VI – тұнба 6 – ерітінді

Fe(OH)3 , К2MnO4 , зерттелмейді.

Mn(OH)2 , Bi(OH)3

2) Mn2+ - иондарын бөліп алып, анықтау. Алтыншы тұнбаны 2 н. азот қышқылында ерітеді, ерімей қалған тұнбаны (Н2MnO3) центрифугада бөліп дистилденген сумен жуада.

VIІ – тұнба 6 – ерітінді

Н2MnO3 Fe3+, Mg2+, Bi3+

Жетінші тұнбаны 6 н. HCl ерітіндісінде ерітіп, ерітіндіде Mn2+ иондарын арнайы реакциялармен анықтайды.

а) *Mn2+ катионын PbO2 – мен анықтау*. Алтыншы ерітіндіден 1-2 тамшы алып қорғасын (IV) оксидінің ұнтағын және 4-5 тамшы 6 н.азот қышқыл ерітіндісін қосып қыздырады. Тұнбаны ерітіндіден бөледі. Mn2+ катиондарының қатысында ерітінді таңқурай түске боялады.

ә) *Mn2+ катионының натрий висмутатымен анықтау*. Ерітіндінің 1-2 тамшысына 3-4 тамшы 6 н. HNO3 ерітіндісін және натрий висмутатының ұнтағын қосады. Шыны таяқшасымен араластырып қыздырып, ерітіндіні тұнбадан бөледі. Mn2+ иондарының қатысында ерітінді таңқурай түске боялады.

2 Mn2+ + 5 NaBiO3 + 14 H+ → 2 MnO4-  + 5 Bi 3+ + 5 Na+ + 7 H2O

3) Mn2+ - иондарын, бөліп анықтау.

Жетінші ерітіндіге сілтілік ортаға дейін 2 н. NН4OН ерітіндісін және кристалдық NН4Cl – дың бірнеше түйіршігін қосады (ерітіндінің рН = 9 тең болуы тиісті). Тұнбаны центрифугада ерітіндіден бөліп, ерітіндіде Mg 2+ иондарын арнайы реакциялармен анықтайды.

VІІI – тұнба 8 – ерітінді

Fe(OH)3 , Bi(OH)3 Mg 2+

4) а) Fe3+ мен Bi3+ катиондарын анықтау.

Сегізінші тұнбаны 2 н. НNO3 ерітіндісінде ерітіп, Bi3+ - иондарын арнайы реакциялармен анықтайды:

2-3 тамшы ерітіндіге NаOН ерітіндісінің ақ тұнба түзілгенше қосады:

Bi3+ + 3 OH- → Bi(OH)3

Екінші пробиркаға SnCl2 ерітіндісіне NaOH ерітіндісінің артық мөлшерін қосады (түзілген тұнба толық еріп кенкенше).

SnCl2 + 2 NaOH → Sn(OH)2 + 2 NaCl

Sn(OH)2 + 2 NaOH → Na2SnO2 + 2 H2O

дайындалған ерітіндіні висмут гидроксиді тұнбасына қосады, висмуттың қатысында қара түсті тұнба түзіледі.

2 Bi(OH)3 + 3 SnO22- → 2 Bi↓ + 3 SnO32- + 3 H2O

ә) Fe3+ катионын анықтау. Ерітіндінің 1-2 тамшысын алып, оған 1-2 тамшы K4[Fe(CN)6] ерітіндісін қосу қажет, реакция нәтижесінде көк түсті тұнба түзіледі:

Fe3+ + 3 K4[Fe(CN)6] → Fe4[Fe(CN)6]3 + 12 К+

**Алтыншы аналитикалық топ катиондарын анализдеу.**

Бесінші ерітіндіге 2 н. күкірт қышқыл ерітіндісін қосып комплекстерді бұзады, ерітіндіні буландырады:

[Cu(NH3)4]2+ + 2 H2SO4 → Cu2+ + 4 NH4+ + 2 SO42-

9 – ерітінді Cu2+, Cd2+, Hg2+, Ni2+, Co2+

1) Cu2+ және Hg2+ катиондарын сульфидтер күйінде бөліп алу. Тоғызыншы ерітіндіге қышқыл ортада 2 н. натрий тиосульфат ерітіндісін қосып қыздырады.

Cu2+ + 2 S2O32- + 2 H2O → Cu2S↓ + S ↓ + 4 H+ + 2 SO42-

IX – тұнба 10 – ерітінді

HgS, Cu2S, S Cd(S2O3)22-, Co2+, Ni2+

2) HgS бөліп алу.

Тоғызыншы тұнбаны 3 н. азот қышқыл ерітіндісінде жоғары температурада ерітеді.

X – тұнба 11 – ерітінді

HgS Cu2+

3) Cu2+  катионын анықтау.

Cu2+  катионын анықтау үшін ерітіндіге (ІІ) аммиак немесе K4[Fe(CN)6] ерітінділерін қосады.

Cu2+  + 4 NH4OH → [Cu(NH3)4]2+ + 4 H2O

Cu2+  + K4[Fe(CN)6] → Cu2[Fe(CN)6] ↓ + 4 K+

4) Hg2+ катиондарын анықтау.

Осынша тұнбаны патша сұйығында ерітіп, ерітіндіге SnCl2 ерітіндісін қосады. Реакция нәтижесінде ақ, қараға айналатын тұнба түзіледі.

HgS + 4 HCl + 2 HNO3 → H2HgCl4 + 2 H2O + S ↓ + 2 NO2↑

2 H2HgCl4 +2 SnCl2 → Hg2Cl2 ↓ + 2 H2SnCl6

Hg2Cl2 + SnCl2  → 2 Hg ↓ + Sn4+ + 4 Cl -

5) Co2+, Ni2+, Cd2+ катиондарын анықтау.

Осынша ерітіндіні үш пробиркаға бөледі.

а) Co2+ анықтау. Кобальт катионы аммоний роданидімен комплексті тұз түзеді. (КН  = 1•10-3).

Co2+ + 4 SCN- ↔ [Co(SCN)4]2-

Ерітіндіге амил спиртін қосатын болса комплексті қосылыс органикалық қабатты көк түске бояйды. Реакцияны жүргізу: 2 тамшы ерітіндіге 8 тамшы NH4SCN ерітіндісін және 5-6 тамшы амил спиртін қосады. Органикалық қабат көк түске боялады. Бұл реакцияға Fe3+ катиондары кедергі жасайды, себебі аммоний роданиді үш валентті темір катиондарымен қызыл түсті комплекстер түзеді. Сондықтан ерітінді толық түссізденгенше ерітіндіге NH4F немесе NаF қосып Fe3+ катиондарын [FeF6]3- комплекске байланыстырады.

ә) Nі2+ катионын анықтау. Nі2+ катионы диметилглиоксиммен аммиак ортасында таңқурай түсті тұнба түзеді.



Ерітіндінің рН мәні 5 пен 10 –ның аралығында болу қажет. Nі2+ катионын анықтауға Fe2+ және Fe3+ катиондары кедергі жасайды.

б) Cd2+ катионын анықтау. Cd2+ катионын сульфид күйінде анықтайды. Ерітіндінің рН мәні 0,5 – тен кем болмауы керек.

**Қышқыл-негіздік жіктелу бойынша барлық 6 аналитикалық топтар катиондары қоспасын жүйелік талдау сызбанұсқасы**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Na+, K+, NH4+, Ag+, Pb2+, H22+, Ca2+, Ba2+, Sr2+, Al3+, Cr3+, Zn2+, As(III), As(V), Sn2+, Sn(IV), Fe2+, Fe3+, Mg2+, Mn2+, Sb(III), Sb(V), Bi(III), Co2+, Cu2+, Cd2+, Ni2+, Hg2+ + 2н HCl + 2н H2SO4 | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| **Т.1.** AgCl, PbCl2, Hg2Cl2, PbSO4, SrSO4, BaSO4, (CaSO4, SbO2Cl, SbOCl, BiOCl) + H2O, t 0C | | | | | | | **Ер. 1.** Na+, K+, NH4+,Ca2+, Al3+, Cr3+, Zn2+, As(III), As(V), Sn2+, Sn(IV), Fe2+, Fe3+, Mg2+, Mn2+, Sb(III), Sb(V), Bi(III), Co2+, Cu2+, Cd2+, Ni2+, Hg2+ (SO42-, Cl-)+ C2H5OH, t 0C | | | | | | | | | | |
| **Т.2.** AgCl, Hg2Cl2, PbSO4, SrSO4, BaSO4, ( SbO2Cl, SbOCl, BiOCl) + NH4Ac, t 0C | | | | | | **Ер.2**  Pb2+ анықтау (...реакцияны қара) |
| **Т.9.**  CaSO4 | **Ер.9.** Na+, K+, NH4+, Al3+, Cr3+, Zn2+, As(III), As(V), Sn2+, Sn(IV), Fe2+, Fe3+, Mg2+, Mn2+, Sb(III), Sb(V), Bi(III), Co2+, Cu2+, Cd2+, Ni2+, Hg2+ (Na+, Fe2+, Fe3+ катиондарын алғашқы байқау) + 6н NaOH + H2O2, t 0C (H2O2 →H2O + O2↑) | | | | | | | | | |
| **Т.3.** AgCl, Hg2Cl2, SrSO4, BaSO4, ( SbO2Cl, SbOCl, BiOCl) + 6н NH4OH | | | | | **Т.3.** PbAc2, PbSO4 |
| **Т.10.** Fe(OH3, H2MnO3, Mg(OH)2, Cu(OH)2, Cd(OH)2, Ni(OH)2, Co(OH)2, HgO, (SbO)(OH)2, Bi(OH)3 + HNO3, + H2O2, t 0C, сумен сұйылту | | | | | | | **Ер.10.** AlO2-, ZnO22-, AsO43-, CrO42- SnO32-, Na+, K+ + NH4Cl (қатты),  t 0C | | |
| **Т.4.** Hg, HgNH2Cl, SrSO4, BaSO4, ( SbO2Cl, SbOCl, BiOCl) + Br2 + H2O,  t 0C | | | | **Ер.4.** [Ag(NH3)2]+ |
| **Т.11.**  HSbO3 ↓ ақ тұнба | **Ер.11.** Fe3+, Mg2+, Mn2+, Bi(III), Co2+, Cu2+, Cd2+, Ni2+, Hg2+ + Na2CO3(қатты)+ NH4OH(к), t 0C | | | | | | **Т.20.**  Al(OH)3  Sn(OH)4  + 2 н HCl | **Ер.21.** AsO43-, CrO42-, [Zn(NH3)4]2+ + Na2CO3  t 0C | |
| **Т.5**. SrSO4, BaSO4, ( SbO2Cl, SbOCl, BiOCl) + HCl, t 0C | | | **Ер.5**  Зерт  темейміз. |
| **Т.12.** Fe2(OH)2CO3, MnCO3, Mg2(OH)2CO3, Bi(OH)3 + 2н HNO3,  t 0C | | | **Ер.12.**  [Cu(NH3)4]2+, [Cd(NH3)4]2+, [Hg(NH3)4]2+, [Co(NH3)6]2+, [Ni(NH3)6]2+ + 6н H2SO4, Na2S2O3 (қатты), t 0C → | | |
| **Т.21**  Zn2(OH)2CO3 + 2 н HCl | Ер.23  AsO43-, CrO42-  иондарын бөлшектеп талдау  (... реакцияны қара) |
| **Т.6.** SrSO4, BaSO4 + Na2CO3(қанық),  t 0C | | **Ер.6.**  Bi3+, [SbCl6]-, [SbCl6]3- |
| **Ер.20**  Al3+  [SnCl6]2-  Бөлшектеп талдау  (... реакцияны қара) | **Ер22**  Zn2+ катиондарын ашу  (... реакцияны қара) |
| **Т.7.** SrCO3, BaCO3 + 6н Hac | |
| **Ер.13**. Fe3+, Mg2+, Mn2+, Bi3+ + (NH4)2HPO4 + NH4OH + NH4Cl(қатты) | | |
| **Ер.7.** Ba2+, Sr2+  + K2Cr2O7 + NaAc | |
| **Т.17**  HgS, Cu2S, S + 6н HNO3 | | **Ер.18**  Co2+, Ni2+,  [Cd(S2O3)2] + NaOH |
| **Т.8.** BaCrO4 ↓ сары | **Ер.8.** Sr2+  анықтау (...реакцияны қара) |
| **Т.14**. MnNH4PO4, BiPO4, MgNH4PO4, FePO4 + HAc, t 0C | | |
| **Т18**  HgS, S +  HCl,  H2O2  t 0C | **Ер19**  Cu2+  (... реакцияны қара) |
| **Т.15.**  FePO4  BiPO4  +HCl,  t 0C | **Ер.15.**  Mg2+, Mn2+ +  HNO3, KBrO3 | | **Т22**  Co(OH)2  Ni(OH)2  Cd(OH)2  + HCl  бөлшектеп талдау  (... реакцияны қара) |
| **Т19**  H2[HgCl4] |
| **Ер.16.**  Fe3+, Bi3+  бөлшектеп талдау  (... қара) | **Т.16**  H2MnO3 | **Ер.17.**  Mg2+  (... реакцияны қара) |