МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ імені І. І. МЕЧНИКОВА
ХІМІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ

О. М. ЧЕБОТАРЬОВ, С. В. ТОПОРОВ, Н. М. МАЛАХОВА

МЕТОДИ ВИЯВЛЕННЯ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЇ ІОНІВ

Методичні вказівки
до курсу *«03.03 Аналітична хімія»*
(для студентів II курсу хімічного факультету)
напряму підготовки 6.040101 – Хімія
освітньо-кваліфікаційного рівня бакалавр

О д е с а
2013

УДК 543(075.8)
ББК 24.2я73
Ч 343

Друкується за рішенням
Вченої ради хімічного факультету
ОНУ імені І. І. Мечникова.
Протокол № 1 від 20 вересня 2012 р.

Рецензенти:
Е. М. Гузенко – кандидат хімічних наук, доцент кафедри аналітичної хімії ОНУ імені І. І. Мечникова;
Т. В. Кокшарова – кандидат хімічних наук, доцент кафедри неорганічної хімії та хімічної екології ОНУ імені І. І. Мечникова.

Ч 343 **Чеботарьов О. М.**
Методи виявлення та ідентифікації іонів: методичні вказівки до курсу «Аналітична хімія» (для студентів II курсу хімічного факультету) / О. М. Чеботарьов, С. В. Топоров, Н. М. Малахова. – Одеськ. нац. ун-т імені І. І. Мечникова, 2013. – 34 с.

Методичні вказівки складено відповідно з програмою курсу «Аналітична хімія». В них наведено зміст навчального модулю «Методи виявлення та ідентифікації іонів», який складається з двох інформаційних блокі: «Аналітична класифікація іонів. Реакції виявлення. Види аналізу» та Теоретичні основи методу осаджування. Схеми відокремлення та виявлення іонів при сумісній присутності в розчині». В додатках наведено необхідні довідкові дані.

Рекомендовано студентам II курсу хімічного факультету для самостійної підготовки до лабораторних та практичних занять.

УДК 543(075.8)
ББК 24.2я73

© О. М. Чеботарьов, С. В. Топоров, Н. М. Малахова, 2013
© Одеський національний університет імені І. І. Мечникова, 2013

ЗМІСТ

ВСТУП…….....4
1. ТЕМИ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

2. ІНФОРМАЦІЙНИЙ БЛОК № 1. ***Аналітична класифікація іонів. Реакції виявлення. Види аналізу***
2.1. Аналітична класифікація іонів. Алгоритм загальної характеристики катіонів……... 6
2.2. Кислотно-основна класифікація катіонів…….....7
2.3. Загальна характеристика та реакції виявлення катіонів I та II аналітичної групи…….. 8
2.4. Загальна характеристика та реакції виявлення катіонів III та IV аналітичної групи…….. 10
2.5. Загальна характеристика та реакції виявлення катіонів V та VI аналітичної групи…….. 13
2.6. Аналітичні групи аніонів. Алгоритм загальної характеристики аніонів……..... 16
2.7. Загальна характеристика та реакції виявлення аніонів I-III аналітичної групи…….. 17

3. ІНФОРМАЦІЙНИЙ БЛОК № 2. ***Теоретичні основи методу осадження. Схеми відокремлення та виявлення іонів при сумісній присутності в розчині***…….....20
3.1. Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів I-II аналітичної групи…….. 20
3.2. Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів III-IV аналітичної групи…….. 22
3.3. Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів V-VI аналітичної групи…….. 23
3.4. Кислотно-основна схема аналізу суміші катіонів I-VI аналітичних груп……24
3.5. Схема аналізу суміші аніонів I-III аналітичних груп…….....27
ДОДАТКИ…….....29
Список використаної літератури…… 34

ВСТУП

Сучасна освіта неможлива без упровадження нових педагогічних технологій, спрямованих на опанування студентами великої кількості навчальної та наукової інформації. А це в свою чергу потребує вирішення певних організаційних і методичних задач. Одним з перспективних напрямків розвитку освіти в наш час стає модульна система навчання, яка вже апробована в ряді вищих навчальних закладів.

Впровадження модульної системи потребує підвищення самостійної діяльності студентів і реалізації зворотного зв'язку на кожному етапі навчальної діяльності. Впровадження інформаційних модульних технологій у практику викладання аналітичної хімії дозволить досягти головної мети навчання – підготувати фахівця хімії, який добре розуміється в теорії та практиці хімічного аналізу.

В даних методичних вказівках наведено зміст навчального модулю «Методи виявлення та ідентифікації іонів», який складається з двох інформаційних блоків. Інформаційний блок №1 «Аналітична класифікація іонів. Реакції їх визначення. Види аналізу». Інформаційний блок №2 «Теоретичні основи методу осаджування. Схеми відокремлення та виявлення іонів при сумісній присутності в розчині».

Матеріали модулю викладені компактно у вигляді алгоритмів, складених для характеристики аналітичних груп іонів, таблиць групових та окремих реакцій визначення, схем розділення катіонів за кислотно-основною схемою. Щоб написати відповідні хімічні реакції та прописи для їх проведення, студенти повинні звернутися до підручників, список яких надається.

Крім того в методичних вказівках наведено перелік лабораторних робіт та додатки.

Пропонована схема навчання складена відповідно до програми по аналітичної хімії, розробленої і затвердженої на кафедрі аналітичної хімії ОНУ імені І. І. Мечникова.

Вивчаючи модуль «Методи виявлення та ідентифікації іонів» дисципліни «Аналітична хімія» , студент повинен:

знати аналітичну характеристику найбільш поширених в використанні катіонів та аніонів, принципи систематичного та дрібного ходу аналізу; методи розділення, маскування та виявлення іонів у розчинах;

уміти проводити хімічний експеримент по встановленню якісного складу речовини хімічними методами.

1. ТЕМИ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Заняття № 1. Загальні відомості з якісного аналізу. Техніка безпеки в хімічних лабораторіях. Техніка виконання аналітичних реакцій. Аналітичні ефекти реакцій: утворення та розчинення осадів, утворення забарвлених сполук, виділення газів, утворення кристалів, забарвлення полум'я. Систематичний хід аналізу за кислотно-основною схемою. Аналітичні групи катіонів.
Заняття № 2. Реакції визначення катіонів I та II аналітичних груп. Аналіз суміші катіонів I та II груп.
Заняття № 3. Реакції визначення катіонів III та IV аналітичних груп. Аналіз суміші катіонів III та IV груп.
Заняття № 4. Загальна характеристика та реакції визначення катіонів V та VI аналітичних груп. Аналіз суміші катіонів V та VI груп.
Заняття № 5. Практична контрольна робота з аналізу суміші катіонів I-VI аналітичних груп.
Заняття № 6. Загальна характеристика та реакції визначення аніонів I-III аналітичних груп. Визначення аніонів при сумісній їх присутності в розчині.
Заняття № 7. Практична контрольна робота з аналізу суміші аніонів I-III аналітичних груп.

2. ІНФОРМАЦІЙНИЙ БЛОК № 1. *Аналітична класифікація іонів. Реакції виявлення. Види аналізу*

Основна задача якісного аналізу – виявлення атомів, іонів, молекул, що знаходяться у вихідному матеріалі. Більшість об'єктів аналізу являють собою складні суміші, що викликає ускладнення при виявленні окремих речовин. У таких випадках застосовують загальні реакції на кілька речовин, подібних за своїми властивостями.

В аналітичній хімії застосовують наступні типи хімічних реакцій:

- Реакції кислотно-основної взаємодії.
- Реакції комплексоутворення.
- Реакції окислювання-відновлення.
- Реакції осадження-розчинення.

При дослідженні сумішей речовин і різних матеріалів застосовують дробовий чи систематичний аналіз. Дробовий аналіз проводять з окремими порціями розчину або порошку проби в присутності всіх компонентів проби. Для проведення дробового аналізу використовують характерні якісні реакції іонів (дивись далі п.10 – окремі реакції іонів), або застосовують маскування речовин, що заважають. Систематичний аналіз передбачає поділ сумішей речовин груповими реагентами (дивися далі п.9 – загальні реакції іонів), що дозволяють відокремити групу речовин і проводити їхнє виявлення після розподілу і виділення.

Таблиця 1

Види аналізу іонів

№	*Вид аналізу*	*Основа аналізу*	*Застосування*
1.	Дробовий	Використання селективних реакцій виявлення іонів	Виявлення одних іонів у присутності інших у довільному порядку
2.	Систематичний	Використання аналітичних класифікацій: кислотно-основної, сірководневої, аміачно-фосфатної для поділу іонів на групи	Встановлення якісного складу будь-яких об'єктів: мінералів, гірських порід, складних сумішей неорганічних речовин невідомого складу

В аналізі катіонів і аніонів як загальні реакції найчастіше застосовують реакції осадження-розчинення, тому в основі аналітичної класифікації іонів лежить поділ з використанням цих реакцій. Отримані осади мають різну розчинність у сильних і слабких кислотах, основах, розчинах аміаку і солей амонію. Подібного роду здібність осадів осаджуватися чи розчинятися в присутності кислот, основ, розчину аміаку послужила підставою для виділення спеціальних групових реагентів, що вибірково осаджують визначену групу іонів. Таким чином, групові реагенти являють собою спільні реактиви, використані в конкретних умовах середовища для відділення.

2.1. Аналітична класифікація іонів. Алгоритм загальної характеристики катіонів

Таблиця 2

Схеми аналітичної класифікації іонів

№	Іони	Найменування	Основа методу	Групові реагенти	Достоїнства. Недоліки
1.	Kat^+	Кислотно-основна	Різна розчинність хлоридів, сульфатів, гідроксидів	HCl, H_2SO_4, NaOH, NH_4OH	Найменш токсична, широко застосовна через легку доступність реактивів – групових реагентів
2.	Kat^+	Сірководнева	Різна розчинність сульфідів, хлоридів, гідроксидів, карбонатів	$(NH_4)_2S$, $(NH_4)_2CO_3$, H_2S, HCl	Одна з найбільш старих, досконалих і метрологічно обґрунтованих. Однак мало застосовується через отруйність сірководню
3.	Kat^+	Аміачно-фосфатна	Різна розчинність фосфатів і хлоридів	HNO_3, NH_4OH, HCl, $(NH_4)_2HPO_4$	Корисна при аналізі об'єктів, що містять фосфат-іон (ґрунтів, добрив) без його попереднього відділення

4.	An^-	–	Різна розчинність солей Ba^{2+}, Ag^+	$BaCl_2$, $AgNO_3$	Можливість визначення дробовим методом у присутності Kat^+ і інших An^-

Алгоритм загальної характеристики аналітичних груп катіонів

1. Електронна будова атомів катіонів
2. Індивідуальний колір іонів у розчині
3. Забарвлення полум'я
4. Утворення осадів, їхня розчинність
5. Участь в окислювально-відновних реакціях
6. Здатність до комплексоутворення
7. Здатність до гідролізу
8. Наявність групового реагенту
9. Загальні реакції катіонів
   - Дія групового реагенту
   - Дія лугів KOH, NaOH
   - Дія кислот HNO_3, HCl, H_2SO_4
   - Дія кислих солей
   - Дія інших реагентів $K_2Cr_2O_4$, Na_2CO_3, KI
10. Окремі реакції катіонів

2.2. Кислотно-основна класифікація катіонів

У наведеному модулі докладно розглядається кислотно-основна схема поділу катіонів. Тому вивчення аналітичних реакцій катіонів доцільно вести відповідно до кислотно-основної класифікації, що наведена нижче в табл.3.

Таблиця 3

Кислотно-основна класифікація катіонів

Об'єкти	**Аналітична група**					
	I	II	III	IV	V	VI
Катіони	Li^+, Na^+, K^+, NH_4^+, (Mg^{2+})	Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}	Ag^+, Hg_2^{2+}, Pb^{2+}	Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}, As(Ш), As(V), Sn(II), Sn(IV)	Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Mg^{2+}, Bi^{3+}, Sb(III), Sb(V)	Cu^{2+}, Hg^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Cd^{2+}
Груповий реактив	Немає	H_2SO_4	HCl	NaOH, H_2O_2	NH_4OH, H_2O_2	NH_4OH, H_2O_2
Складі властивості осадів	—	$MeSO_4$ н.р. в кислотах та лугах (к. та л.)	MeCl, $MeCl_2$ н.р. у воді та розвед. кислотах (р.к.)	$Me(OH)_n$ р. в надлишку NaOH	$Me(OH)_n$ н.р. в надлишку NH_4OH; н.р. в надлишку NaOH	$Me(OH)_2$ р. в надлишку NH_4OH

Зауваження: *Катіон Mg^{2+} відносять до I і V аналітичних груп. У зв'язку з тим, що його не вдається цілком осадити дією NaOH, катіон Mg^{2+} доцільно вивчати разом з катіонами I групи, однак за аналітичними властивостями катіон Mg^{2+} відноситься до V аналітичної групи.*

2.3. Загальна характеристика та реакції виявлення катіонів I та II аналітичної групи

Загальна характеристика катіонів I групи

1. K^+, Na^+ - s^1 - , Mg^{2+}- s^2 - елементи
2. Іони безбарвні, хромофорних властивостей немає
3. Характерний колір полум'я в збудженому стані атомів
4. Осадів не утворюють (виняток – Mg^{2+})
5. Мають постійний ступінь окислювання, не беруть участі в ОВР
6. Не є комплексоутворювачами
7. Гідролізу не піддаються (крім NH_4^+)
8. Групового реагенту немає
9. Загальних реакцій катіонів немає
10. Окремі реакції (див.табл. 4)

Таблиця 4

Окремі реакції виявлення катіонів I групи

Ка-тіон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	Примітка*
1	2	3	4	5
Na^+	$K[Sb(OH)_6]$ $Zn(UO_2)_3(CH_3COO)_8 \cdot 8H_2O$ Полум'я	pH>7 CH_3COOH мікрокр.	$Na[Sb(OH)_6]$ ↓ білий кр.; р.к.л. $NaZn(UO_2)_3(CH_3COO)_9 \cdot 9H_2O$↓, без барв. тетра- й октаєдричні кристали Колір – жовтий	Mg^{2+} — —
K^+	$H_2C_4H_4O_6$ $Na_2Pb[Cu(NO_2)_6]$ $Na_3[Co(NO_2)_6]$ Полум'я	CH_3COONa pH=5-7 мікрокрист. pH=7 мікрокрист. pH<7	$KHC_4H_4O_6$↓ білий; р.к. та л. $K_2Pb[Cu(NO_2)_6]$↓ чорні кубічні кр.; р.к. та л. $K_2Na[Co(NO_2)_6]$↓ жовтий кр.; р.к. та л. Колір – фіолетовий	NH_4^+ NH_4^+ NH_4^+
NH_4^+	NaOH Реактив Неслера $K_2[HgJ_4]$	t^0 C pH=9 (KOH)	NH_3 (запах)→ фенолфталеїн → почервоніння $[NH_2Hg_2I_2]I$ рудо-бурий	— Fe^{3+}
** **Mg^{2+}**	$Na_2HPO_4 + NH_4OH$ **Магнезон-1 ***8-Оксихінолін (Ox)	NH_4Cl, мікрокр. метод NaOH pH=9 (NH_4OH + NH_4Cl)	$MgNH_4PO_4$↓ білий кр.; р.к., CH_3COOH осад синього кольору $Mg(Ox)_2$↓ жовто-зел. кр.	Катіони **III-VI гр.** — Al^{3+}

* Іони, що заважають; ** Mg^{2+} попадає в I групу в ході систематичного аналізу; *** формули органічних реагентів дивіться в Додатку 2.

Загальна характеристика катіонів II групи

1. Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+} – s^2-елементи
2. Іони безбарвні
3. Характерне забарвлення полум'я
4. *Посилення розчинності* $BaSO_4 \rightarrow SrSO_4 \rightarrow CaSO_4$
5. Утворюють осади н.р. у лугах з SO_3^{2-}, CO_3^{2-}, $C_2O_4^{2-}$
6. Мають постійний ступінь окислювання, не беруть участь в ОВР
7. Не є комплексоутворювачами
8. Гідролізу не піддаються
9. Наявність групового реагенту – H_2SO_4
10. Загальні реакції (див.табл.5)
11. Окремі реакції (див.табл.6)

Посилення метал. властивостей $\rightarrow$
Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}

Таблиця 5

Загальні реакції катіонів II групи

№	Реагент	Ba^{2+}	Sr^{2+}	Ca^{2+}
1.	Na_2CO_3	$BaCO_3\downarrow$ білий кр., р.к. ДР = $4\cdot10^{-10}$	$SrCO_3\downarrow$ білий кр., р.к. ДР=$1\cdot10^{-10}$	$CaCO_3\downarrow$ білий кр., р.к., р. $(NH_4)_2SO_4$ ДР = $4\cdot10^{-9}$
2.	Na_2HPO_4	$BaHPO_4\downarrow$ білий ам., р. CH_3COOH ДР = $6\cdot10^{-39}$	$SrHPO_4\downarrow$ білий ам., р. CH_3COOH ДР = $1\cdot10^{-31}$	$CaHPO_4\downarrow$ білий ам, р. CH_3COOH ДР = $2\cdot10^{-9}$
3.	H_2SO_4, розчинні $MeSO_4$.	$BaSO_4\downarrow$ білий кр.; нр. к. та л. ДР = $1\cdot10^{-10}$	$SrSO_4\downarrow$ білий кр.; нр. к. та л. ДР = $3\cdot10^{-7}$	$CaSO_4\downarrow$ білий кр.; нр. к. та л. ДР = $2{,}5\cdot10^{-5}$
4.	$(NH_4)_2C_2O_4$	$BaC_2O_4\downarrow$ білий кр.; р. на холоду в CH_3COOH; ДР = $1\cdot10^{-7}$	$SrC_2O_4\downarrow$ білий кр.; р. CH_3COOH при нагріванні; ДР = $2\cdot10^{-7}$	$CaC_2O_4\downarrow$ білий кр.; нр. CH_3COOH; ДР = $2\cdot10^{-9}$
5.	$CaSO_4$ (гіпсова вода)	$BaSO_4\downarrow$ білий кр.; випадає від-разу на холоду.	$SrSO_4\downarrow$ білий кр.; випадає при нагріванні.	–
6.	K_2CrO_4	$BaCrO_4\downarrow$ жовтий кр.; ДР = $1\cdot10^{-10}$	$SrCrO_4\downarrow$жовтий кр.; ДР = $1\cdot10^{-5}$	–
7.	Полум'я	Жовто-зелене	Карміново-червоне	Цегляно-червоне

Таблиця 6

Окремі реакції виявлення катіонів II групи

Ка-тіон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	При-мітка*
Ca^{2+}	$(NH_4)_2C_2O_4$	CH_3COOH	CaC_2O_4↓ білий кр.; р.к.	Ba^{2+}, Sr^{2+}, Mg^{2+}
	H_2SO_4	мікрокр.	білі голчасті кр.; нр.к. та л.	—
	Na-родизо-нат	Краплинна (NaOH)	фіолетовий кр. осад;	Ba^{2+},Sr^{2+}
	$K_4[Fe(CN)_6]$	NH_4OH+NH_4Cl	$Ca(NH_4)_2[Fe(CN)_6]$↓ білий кр.	
	Полум'я		Колір: цегляно-червоний	—
Sr^{2+}	Na-родизо-нат	Краплинна	червоно-бура пляма (↓); р.к.,	Ba^{2+},
	Гіпс. вода	t^0 C	знебарвлюється 0,5М HCl.	Pb^{2+}
	$(NH_4)_2SO_4$		$SrSO_4$↓ білий кр.; н.р. к. та л.	Ba^{2+}
			$SrSO_4$↓ (відмінність від Ca^{2+})	Ba^{2+}
	Полум'я		Колір: карміново-червоний	—
Ba^{2+}	$CaSO_4$ (г.в.)	t^0 C	$BaSO_4$↓ білий кристалічний	Pb^{2+}
	Na-родизо-нат	Краплинна	червоно-бура пляма(↓)	Pb^{2+}
	$K_2Cr_2O_7$	CH_3COONa,	$BaCrO_4$↓ жовтий; н.р. CH_3COOH	Pb^{2+}
	Полум'я		Колір: жовто-зелений	

2.4. Загальна характеристика та реакції виявлення катіонів III та IV аналітичної групи

Загальна характеристика катіонів III групи

1. Pb^{2+} – p-елемент, Ag^{+}, Hg_2^{2+} – d-елементи
2. Іони – безбарвні розчини
3. Аналіз за допомогою забарвлення полум'я не характерний
4. Утворюють нерозчинні осади (Hal^{-}, S^{2-}, OH^{-})
5. Не мають постійного ступеня окислювання, беруть участь в ОВР
6. Є комплексоутворювачами
7. Гідролізу піддаються, гідроліз по катіону (pH<7)
8. Груповий реагент – HCl
9. Загальні реакції (див. табл.7)
10. Окремі реакції (див. табл.. 8)

Таблиця 7

Загальні реакції катіонів III групи

№	Реагент	Ag^+	Hg_2^{2+}	Pb^{2+}
1.	NaOH	Ag_2O↓ бурий ам., н.р. надл. NaOH, р.к. ДР = $2\cdot10^{-8}$	Hg_2O↓ чорний ам., р.к. ДР = $2\cdot10^{-23}$	$Pb(OH)_2$↓ білий ам., р.к. та л., н.р. NH_4OH. ДР = $1\cdot10^{-9}$
2.	NH_4OH	Ag_2O↓бурий, р. в надл. NH_4OH.	Hg_2O↓ чорний, р. в надл. NH_4OH.	$Pb(OH)_2$↓білий, н.р. NH_4OH.
3.	HCl	AgCl↓ білий; р. NH_4OH, н.р.к. ДР = $2\cdot10^{-10}$	Hg_2Cl_2↓білий ДР = $1\cdot10^{-18}$	$PbCl_2$↓білий; р. гарячій воді ДР = $2\cdot10^{-5}$
4.	H_2S	Ag_2S↓ чорний, р. в розв.HNO_3. ДР = $6\cdot10^{-50}$	Hg_2S+ Hg↓ чорний, р. в «царской водке» ДР = $1\cdot10^{-47}$	PbS ↓ чорний, р. в розв. HNO_3. ДР = $2\cdot10^{-27}$
5.	KI	AgI↓ жовтий, н.р. в NH_4OH. ДР = $8\cdot10^{-17}$	Hg_2I_2↓ зелений, р. в надлиш. KI → Hg + $[HgJ_4]^{2-}$. ДР = $4\cdot10^{-29}$	PbI_2↓ жовтий, р. в 2M CH_3COOH при t^0C. ДР = $1\cdot10^{-9}$
6.	K_2CrO_4	Ag_2CrO_4↓ червоно-бурий; р. в HNO_3 і NH_4OH, н.р. в CH_3COOH. ДР = $1{,}29\cdot10^{-12}$	$HgCrO_4$↓ червоний; р. HNO_3. ДР = $5\cdot10^{-9}$	$PbCrO_4$↓ жовтий; н.р. CH_3COOH і NH_4OH, легко р. в л. ДР = $1{,}18\cdot10^{-14}$

Таблиця 8

Окремі реакції виявлення катіонів III групи

Катіон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	Примітка*
Ag^+	HCl	pH≤7	AgCl↓ білий +NH_4OH→ $[Ag(NH_3)_2]Cl$ +HNO_3 → AgCl↓	Pb^{2+}, Hg_2^{2+}
	KI	pH≤7	AgI↓ жовтий, сирковий.	
	K_2CrO_4	pH=7	Ag_2CrO_4↓ цегляно-червоний, р. в HNO_3	Pb^{2+}, Hg_2^{2+}
	HCOH (**формалін**)	NH_4OH	Ag↓ «срібне дзеркало»	Kat d-ел.
Hg_2^{2+}	HCl	pH≤7	Hg_2Cl_2↓ білий +NH_4OH→ $[HgNH_2]Cl$ + Hg↓ чорний	Pb^{2+}, Ag^+
	$SnCl_2$ чи Cu		Hg↓ чорний, амальгама на міді	Ag^+
	NaOH		Hg_2O↓ чорний	
	KI		Hg_2I_2↓ брудно-зелений+KI→ $K_2[HgI_4]$ + Hg↓	
	Дифеніл-карбазид	HNO_3	синій ↓	
	K_2CrO_4		Hg_2CrO_4↓ цегл.-черв.; р. HNO_3	Kat d-ел.
Pb^{2+}	KI	Оцтова	PbI_2↓ жовтий, CH_3COOH, t^0C	

		к-та	«золотий дощ»	
	Na_2S		$PbS\downarrow$ чорний; р. в HNO_3	Kat d-ел.
	$K_2Cr_2O_7$		$PbCrO_4\downarrow$ жовтий; р. в л.	Ba^{2+}, Ag^{+},
	Na-родизонат	NaOH	↓, синя пляма на папері	Sr^{2+}, Cd^{2+}
	Дитизон у CCl_4	NaOH	червона пляма на папері або екстракт червоного кольору	Kat d-ел.

<u>Загальна характеристика катіонів IV групи</u>

1. Al^{3+} – p-елемент, Cr^{3+}, Zn^{2+} – d-елементи
2. Al^{3+}, Zn^{2+} – іони безбарвні, Cr^{3+} – сіро-фіолетовий, солі забарвлені
3. Аналіз за допомогою забарвлення полум'я не характерний
4. Утворюють нерозчинні осади (CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, OH^-), основні солі розчинні
5. Cr (III, VI) бере участь в ОВР. Al^{3+}, Zn^{2+} мають постійний ступінь окислювання; в ОВР участь не беруть
6. Al^{3+}, Zn^{2+},Cr^{3+} є комплексоутворювачами
7. Гідролізу піддаються, гідроліз по катіону (pH<7)
8. Груповий реагент – NaOH, H_2O_2
9. Загальні реакції (див. табл.8)
10. Окремі реакції (див. табл.9)

Таблиця 9

Загальні реакції катіонів IV групи

№	Реагент	**Al^{3+}**	**Cr^{3+}**	**Zn^{2+}**
1.	NaOH	$Al(OH)_3\downarrow$ білий ам.; р.к., р. надл. NaOH, ДР=$3\cdot10^{-34}$	$Cr(OH)_3\downarrow$ зелений ам.; р.к.,р. надл. NaOH, ДР = $6\cdot10^{-31}$	$Zn(OH)_2\downarrow$ білий ам. р. надл. NaOH, р. надл.NH_4OH, р.к. ДР = $1\cdot10^{-17}$
2.	NH_4OH	$Al(OH)_3\downarrow$ білий; р. в к. та л.	$Cr(OH)_3\downarrow$ зелений р.к. та л.	$Zn(OH)_2\downarrow$ білий; р. надл. NH_4OH, р.к.
3.	Надл. NaOH, H_2O_2	$Na[Al(OH)_4(H_2O)_2]$ безбарвний р-н	Na_2CrO_4, жовтий р-н	$Na_2[Zn(OH)_4]$ – безбарвний р-н
4.	$(NH_4)_2S$ NH_4OH	$Al(OH)_3\downarrow$ білий, ам.	$Cr(OH)_3\downarrow$ зелений, ам.	$ZnS\downarrow$ білий, ам.

Таблиця 10

Окремі реакції виявлення катіонів IV групи

Катіон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	*Примітка
Al^{3+}	Алізарин	Краплинна, NH_3	↓, яскраво-червона пляма; «алюмінієвий лак»	Cr^{3+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}
	8-Оксихінолін (Ox)	CH_3COONa CH_3COOH	$Al(Ox)_3\downarrow$, жовто-зелений кр.	Kat d-ел.

Cr^{3+}	NaOH H_2O_2 або Br_2 $(NH_4)_2S_2O_8$ $KMnO_4$ або $NaBiO_3$	 NaOH, t^0 C H_2SO_4, $AgNO_3$, t^0 HNO_3	$Cr(OH)_3$↓ зелений; р.к. та л. Na_2CrO_4; жовтий р-н $H_2Cr_2O_7$ жовтогарячий р-н (+H_2O_2, H_2SO_4) → H_2CrO_6 (розчин синього кольору) $H_2Cr_2O_7$ жовтогарячий р-н	
Zn^{2+}	$K_4[Fe(CN)_6]$ Дитизон Na_2S, H_2S $NH_4[Hg(CNS)_4]$ $NH_4[Hg(CNS)_4]$	pH≤7 CCl_4, pH=10 $CuSO_4$ $CoSO_4$	$K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$↓, білий кр. екстракт червоного кольору ZnS↓ білий; р. в к. Zn Cu $[Hg(CNS)_4]_2$↓, фіолетовий Zn Co $[Hg(CNS)_4]_2$↓, блакитний	Kat d-ел. Kat d-ел. Kat d-ел. Co^{2+} Fe^{2+} Cd^{2+}

2.5. Загальна характеристика та реакції виявлення катіонів V та VI аналітичної групи

<u>Загальна характеристика катіонів V групи</u>

1. Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}– d-елементи. Mg^{2+}– s^2-елемент
2. Іони Fe^{2+}– блідо-зелений, Fe^{3+} – жовто-рудий, Mn^{2+}– безбарвний
3. Аналіз за допомогою забарвлення полум'я не характерний
4. Утворюють нерозчинні осади (PO_4^{3-}, S^{2-}, OH^-)
5. В окислювально-відновних реакціях беруть участь Mn^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}
6. Є комплексоутворювачами
7. Гідролізу піддаються, гідроліз по катіону pH<7
8. Груповий реагент – NH_4OH, H_2O_2
9. Загальні реакції (див. табл. 11)
10. Окремі реакції (див. табл. 12)

Таблиця 11

Загальні реакції катіонів

№	Реагент	**Fe^{2+}**	**Fe^{3+}**	**Mn^{2+}**	**Mg^{2+}**
1.	NaOH	$Fe(OH)_2$↓ зелений (на повітрі) → $Fe(OH)_3$↓ черв.-бур.	$Fe(OH)_3$↓ бурий ДР = $6\cdot10^{-38}$	$Mn(OH)_2$↓ білий, ДР =$1\cdot10^{-56}$ (на повітрі)→$MnO(OH)_2$↓ бурий, ДР = $2\cdot10^{-13}$	$Mg(OH)_2$↓ білий кр. ДР = $6\cdot10^{-10}$
2.	NH_4OH	$Fe(OH)_2$↓ блідо-зел., н.р. надл. NH_4OH ДР = $7\cdot10^{-16}$	$Fe(OH)_3$↓ черв.-бур., н.р. надл. NH_4OH	$MnO(OH)_2$↓ бурий, окислювання на повітрі.	$Mg(OH)_2$↓ білий кр., н.р. надл. NH_4OH
3.	NH_4OH + H_2O_2	Fe_2O_3↓ чорний	$Fe(OH)_3$↓ черв.-бур.	$MnO(OH)_2$↓ бурий	$Mg(OH)_2$ ↓ білий кр.
4.	$(NH_4)_2S$	FeS↓чор.,р.к.	Fe_2S_3↓ чор.	MnS↓ тілес., р.к.	$Mg(OH)_2$↓

Таблиця 12

Окремі реакції виявлення катіонів V групи

Катіон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	*Примітка
Fe^{2+}	$K_3[Fe(CN)_6]$ (черв. кров. сіль) Диметилгліоксим 2,2-Фенантролін	 NH_4OH H_2SO_4	$KFe[Fe(CN)_6]$ ↓ синій, «турнбулева синь» ↓ карміново-черв. темно-черв. р-н	Fe^{3+} Ni^{2+} Fe^{3+}
Fe^{3+}	$K_4[Fe(CN)_6]$ (жовта кров. сіль) NH_4SCN Сульфосаліцилова кислота	HCl NH_4OH	$KFe[Fe(CN)_6]$ ↓ синій, «берлінська лазур» $[Fe(SCN)_3]$; криваво-черв. р-н жовт. або черв.-фіолет. р-н	Fe^{2+} Hg^{2+}, PO_4^{3-}, NO_2^-, F^-
Mn^{2+}	PbO_2 $NaBiO_3$ $(NH_4)_2S_2O_8$ $(NH_4)_2S$	HNO_3, t^0C HNO_3 H_2SO_4, $AgNO_3$, t^0C pH≥7	$HMnO_4$; черв.-фіолетовий р-н. $HMnO_4$; черв.-фіолетовий р-н. $HMnO_4$; черв.-фіолетовий р-н. MnS↓ тілесний, р.к.	 Kat d-ел.
Mg^{2+}	Na_2HPO_4 Магнезон-I 8-Оксихінолін (Ох)	NH_4OH, NH_4Cl Мікрокр. pH=9 (амі. буф.р-н)	$MgNH_4PO_4$↓ білий, р.к. ↓ синій ↓ жовто-зелений	Kat d-ел. Kat d-ел.

<u>Загальна характеристика катіонів VI групи</u>

1. Co^{2+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Hg^{2+}, Ni^{2+} – d-елементи
2. Деякі іони кольорові: Co^{2+} – рожевий, Cu^{2+} – блакитний, Ni^{2+} – зелений, Cd^{2+} і Hg^{2+} – безбарвні
3. Аналіз за допомогою забарвлення полум'я не характерний, однак солі Cu^{2+} забарвлюють полум'я в зелений колір
4. Утворюють нерозчинні осади (PO_4^{3-}, S^{2-}, OH^-). Усі свіжо осаджені гідроксиди нерозчинні в надлишку NaOH і розчинні в NH_4OH. Сульфіди, утворені катіонами VI групи (крім CdS і HgS) добре розчинні в HCl. Після старіння всі осади розчиняються в HNO_3, «царской водке» чи реактиві Комаровського (HCl + H_2O_2)
5. Беруть участь в окислювально-відновних реакціях
6. Є комплексоутворювачами
7. Гідролізу піддаються, гідроліз по катіону (pH<7)
8. Груповий реагент – NH_4OH, H_2O_2
9. Загальні реакції (див. табл. 13)
10. Окремі реакції (див. табл. 14)

Таблиця 13

Загальні реакції катіонів VI групи

№	Катіон	Реагент			
		NaOH	NH_4OH	$NH_4OH + H_2O_2$	H_2S або $(NH_4)_2S$
1.	**Co^{2+}**	$Co(OH)_2$↓ фіолетовий; ДР=$1\cdot10^{-15}$	$CoOHCl$↓син. + NH_4OH → $[Co(NH_3)_6]Cl_2$ жовтий р-н	$[Co(NH_3)_6]Cl_3$ жовтий р-н	CoS↓чорн., р.к. ДР = $4\cdot10^{-21}$
2.	**Cu^{2+}**	$Cu(OH)_2$↓ блакитний ДР=$8\cdot10^{-20}$	$(CuOH)_2SO_4$↓ син.-зел. + NH_4OH → $[Cu(NH_3)_4]SO_4$ синій р-н	$[Cu(NH_3)_4]Cl_2$ синій р-н	CuS↓ чорн. ДР = $6\cdot10^{-36}$
3.	**Cd^{2+}**	$Cd(OH)_2$↓ білий; ДР=$2\cdot10^{-14}$	$Cd(OH)_2$↓біл. + NH_4OH → $[Cd(NH_3)_4](OH)_2$ безбарв. р-н	$[Cd(NH_3)_4](OH)_2$ безбарв. р-н	CdS↓ жовт. ДР = $2\cdot10^{-28}$
4.	**Ni^{2+}**	$Ni(OH)_2$ ↓ зелений ДР = $2\cdot10^{-18}$	$NiOCl$↓ зел. + NH_4OH → $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ син.-зел. р-н	$[Ni(NH_3)_6]Cl_2$ син.-зел. р-н	NiS↓ чорн. ДР = $3\cdot10^{-19}$
5.	**Hg^{2+}**	HgO↓ жовтий ДР=$3\cdot10^{-26}$	$HgNH_2Cl$↓ біл. + NH_4OH → $[Hg(NH_3)_4]Cl_2$ безбарв. р-н	$[Hg(NH_3)_4]Cl_2$ безбарв. р-н	HgS↓ чорн. ДР = $2\cdot10^{-52}$

Таблиця 14

Окремі реакції виявлення катіонів VI групи

Катіон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	*Примітка
Co^{2+}	NH_4SCN NH_4SCN розчин $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$ Нітрозо-R-сіль	аміловий спирт краплинна, NH_3 $ZnSO_4$ + CH_3COOH,t^0C	$(NH_4)_2[Co(SCN)_4]$; синьо-блак. екстракт блакитна пляма $ZnCo[Hg(SCN)_4]_2$↓ блакитний $[Co(NR)_3]$ ↓ червоний	Fe^{3+}, Cu^{2+} — Cu^{2+}; Fe^{3+}
Cu^{2+}	NH_4OH (надлишок) NaOH	pH≥9	$[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ яскраво-син. р-н $Cu(OH)_2$↓ блакитний t^0C → CuO↓ чорний	Fe^{3+}, Co^{2+},Ni^{2+}

	KI Fe чи Zn $K_4[Fe(CN)_6]$ $(NH_4)_2[Hg(SCN)_4]$ Полум'я	 pH≤7 $ZnSO_4$	CuI↓ тілесний +I_2 (бурий р-н) Cu↓ червоний $Cu_2[Fe(CN)_6]$ ↓ черв.-бур. $ZnCu[Hg(SCN)_4]_2$↓ фіол. колір – зелений	
Cd^{2+}	Na_2S або H_2S		CdS↓ жовтий; н.р. в к.	Kat d-ел.
Hg^{2+}	NaOH KI Cl_2 чи Cu Дифенілкарбазид	 pH<7 краплинна чи в розчині HNO_3	HgO↓ жовтий, н.р. в к. HgI_2↓ червоний +KI→ $K_2[HgI_4]$ (безбарвний) Hg↓ чорний, амальгама на міді Синій або фіол. р-н	Cu^{2+},Ag^+ Ag^+,Cu^{2+} Hg_2^{2+} Hg_2^{2+}
Ni^{2+}	Диметилгліоксим	NH_4OH	↓ червоний ДР = $2\cdot10^{-25}$	Fe^{2+},Cu^{2+}

2.6. Аналітичні групи аніонів. Алгоритм загальної характеристики аніонів

Розподіл іонів по групам представлено в табл.15.

Таблиця 15

Аналітичні групи аніонів

№ групи	Характеристика групи. Аналітичний ефект	Аніони, що утворюють групу	Груповий реагент
I	Солі Ba^{2+} не розчинні в H_2O, розчинні в кислотах (крім $BaSO_4$)	SO_4^{2-}, SO_3^{2-}, $S_2O_3^{2-}$, CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, AsO_4^{3-}, AsO_3^{3-}, BO_2^-, $B_4O_7^{2-}$, CrO_4^{2-}, F^-, SiO_3^{2-}, $C_2O_4^{2-}$	$BaCl_2$ у нейтральному чи слабокислому середовищі
II	Солі Ag^+ не розчинні в H_2O і розведеної HNO_3	Cl^-, Br^-, I^-, S^{2-}, SCN^- $[Fe(CN_6)]^{4-}$, $[Fe(CN_6)]^{3-}$	$AgNO_3$ у присутності HNO_3
III	Солі Ba^{2+} і Ag^+ розчинні в H_2O	NO_3^-, NO_2^-, CH_3COO^- MnO_4^-	Групового реагенту немає

Алгоритм загальної характеристики аніонів

1. Електронна будова
2. Аніони утворюють р-елементи, які розташовані в правому верхньому куті періодичної системи, тобто елементи IV – VII груп 2-,3-,4- і рідше 5- і 6-го періодів. У розчинах у виді аніонів можуть бути іони перехідних

елементів (d-елементи) у своїх вищих ступенях окислювання. Той самий елемент може утворювати кілька аніонів, котрим характерні різні властивості.

3. Індивідуальний колір аніонів
   Більшість аніонів – безбарвні, забарвлення найчастіше мають аніони, утворені d-елементами у вищих ступенях окислювання (MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$, CrO_4^{2-}), галогеніди (Br^-, I^-) і комплексні аніони. Аналіз за допомогою забарвлення полум'я не характерний
4. Утворення осадів, їхня розчинність
   Утворюють нерозчинні осади з різними катіонами. Далі наведена класифікація аніонів, заснована на різній розчинності солей, утворених аніонами і катіонами Ag^+, Ba^{2+}, Ca^{2+}
5. Участь в окислювально-відновних реакціях
   Аніони, утворені елементами, що не мають перемінні ступені окислювання (N, S, As) беруть участь в ОВР
6. Здібність до гідролізу
   Гідроліз по аніону характерний для солей, утворених слабкими кислотами – pH таких солей >7 (SO_3^{2-}, CO_3^{2-}, NO_2^-) і протікає в залежності від партнера або по катіону
7. Наявність групового реагенту
   I група аніонів - $BaCl_2$ у нейтральному чи слабко кислому середовищі; II група аніонів – $AgNO_3$ у присутності HNO_3; III група аніонів - групового реагенту немає
8. Загальні реакції аніонів (див. табл. 16, 18)
9. Окремі реакції аніонів (див. табл. 17, 19, 20)

2.7. Загальна характеристика та реакції виявлення аніонів I - III аналітичної групи

Таблиця 16

Загальні реакції аніонів I групи

№	Реагент	SO_4^{2-}	SO_3^{2-}	PO_4^{3-}	CO_3^{2-}
1.	$BaCl_2$	$BaSO_4$↓ білий; н.р.к.	$BaSO_3$↓ білий; р.к.	$BaHPO_4$↓ білий; р.к.	$BaCO_3$↓ білий; р.к.
2.	$AgNO_3$	Ag_2SO_4↓ білий; р. конц.к.	Ag_2SO_3↓ білий; р.к. з виділ. SO_2	Ag_3PO_4↓ жовтий;	Ag_2CO_3↓ білий; при нагріванні розклад. з виділ. CO_2; р. в к. з виділ. CO_2

Таблиця 17

Окремі реакції виявлення аніонів I групи

Аніон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	Примітка
SO_4^{2-}	$BaCl_2$ $BaCl_2 + KMnO_4$ $BaCl_2$+Na-родиз. $Pb(CH_3COO)_2$	краплинна	$BaSO_4$↓ білий; нр.к. та л. $BaSO_4$↓ рожевий Знебарвл. Ва-родизонату $PbSO_4$↓ білий; р. в л., CH_3COONH_4	
SO_3^{2-}	$KMnO_4$ I_2 чи Br_2 HCl Zn↓+ HCl	 $Ca(OH)_2$ р-н	Знебарвлення розчину $KMnO_4$ Знебарвлення I_2 чи Br_2 Помутніння вапняної води H_2S↑	 CO_3^{2-}, I^-, Br^-,NO_2^-
CO_3^{2-}	HCl $MgSO_4$	$Ca(OH)_2$ р-н	CO_2 ↑+ $Ca(OH)_2$ → $CaCO_3$↓ білий $MgCO_3$↓ білий; р.к.	SO_3^{2-}
PO_4^{3-}	$AgNO_3$ $MgCl_2$ + амі. буф. р-н $(NH_4)_2MoO_4$ + HNO_3		Ag_3PO_4↓ жовтий; р.HNO_3, NH_4OH $MgNH_4PO_4$↓ білий $(NH_4)_3H_4[P(Mo_2O_7)_6]$ ↓ жовтий;	AsO_4^{3-}

Таблиця 18

Загальні реакції аніонів II групи

№	Реагент	**Cl^-**	**Br^-**	**I^-**
1.	$AgNO_3$	AgCl↓ білий, р. $(NH_4)_2CO_3$ та NH_4Cl ДР = $2\cdot10^{-10}$	AgBr↓ блідо-жовтий, н.р. $(NH_4)_2CO_3$ ДР = $5\cdot10^{-13}$	AgI↓ жовтий, н.р. в $(NH_4)_2CO_3$ ДР = $8\cdot10^{-17}$
2.	H_2SO_4 (конц.)	HCl↑ почерв. лакмус. папірця чи білий дим у присутності NH_3	$SO_2 + Br_2$↑ буре забарвлення газів, посиніння йодкрохмального паперу	$I_2 + H_2S$↑ (запах) темно-бурий р-н; у $CHCl_3$ фіол.; посиніння крохмального паперу

Таблиця 19

Окремі реакції виявлення аніонів II групи

Аніон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект
Cl^-	$KMnO_4$, MnO_2 чи PbO_2 $AgNO_3$	H_2SO_4 (конц.)	$Cl_2 + KI \rightarrow I_2 \rightarrow$ посиніння крохмалю $Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$↓ + $NH_4OH \rightarrow$ $[Ag(NH_3)_2]Cl + HNO_3 \rightarrow AgCl$↓ білий
Br^-	MnO_2 чи Cl_2 (хлорна вода)		$Br_2 + CHCl_3$; жовтогарячий екстракт; Br_2 + флюоресцеїн → еозин(червоний р-н)

I^-	$Pb(NO_3)_2$ $Cu(NO_3)_2$ $Hg(NO_3)_2$ Cl_2 (хлорна вода) $KMnO_4$	 H_2SO_4 (розв.)	PbI_2↓ жовтий CuI↓ тілесний HgI_2↓ червоний I_2↓ темно-бурий + $CHCl_3$→ фіолетовий екстракт Знебарвлення $KMnO_4$

III група аніонів

Загальних реакцій для аніонів III групи немає.

Таблиця 20

Окремі реакції виявлення аніонів III групи

Аніон	Реагент	Умови	Аналітичний ефект	Примітка
1	2	3	4	5
NO_3^-	Дифеніламін + H_2SO_4 (конц.) Al мет. $FeSO_4$↓	краплинна на склі NaOH + t °C H_2SO_4 (конц.)	синій р-н дифенілбензидину NH_3↑ + фенолфталеїн → почерв. або запах NO + $FeSO_4$ → $[FeNO]SO_4$; кільце бурого кольору	NO_2^-
NO_2^-	HCl KI $KMnO_4$ Сульфанилова кислота + α-нафтіламін (реактив Грисса) Дифеніламін + H_2SO_4 (конц.)	 H_2SO_4 (розв.) + t^0C CH_3COOH, краплинна або в пробірці краплинна на склі	NO, NO_2 – бурі пари NO, I_2 – посиніння крохмалю Знебарвлення р-ну $KMnO_4$ Азосполука, яскраво-червоний р-н (див. додаток 2) синій р-н дифенілбензидину	 NO_3^-
$CH_3CO\ O^-$	HCl $FeCl_3$ C_2H_5OH	 H_2SO_4	CH_3COOH, запах оцту $[Fe_3O(CH_3COO)_6(OH)]$ червоно-бурий↓ $CH_3COOC_2H_5$ (запах етилацетату)	CO_3^{2-}, SCN^- PO_4^{3-}

3. ІНФОРМАЦІЙНИЙ БЛОК № 2. Теоретичні основи методу осаджування. Схеми відокремлення іонів при сумісній присутності в розчині.

Підготовлена для аналізу проба являє собою однорідну (однофазну) систему, в якій можуть бути присутніми кілька компонентів у різних співвідношеннях. Використовуючи специфічні реакції, можна знайти деякі елементи такої суміші дробовим методом в окремих порціях проби. Застосовуючи окремі прийоми підвищення селективності (маскування, зміна pH), можна значно розширити коло елементів, що виявляються, але на жаль, виявлення багатьох елементів дробовими реакціями не дуже надійно чи неможливо. В такому випадку використовують метод осадження. Принцип методу простий – при додаванні осаджувача відбувається вибірковий розподіл компонентів проби між двома фазами (розчин – осад), які потім розділюються центрифугуванням. Компонент суміші, що виявляється, переводять по можливості, цілком в одну з фаз.

Основа методу осадження – різна розчинність аналогічних сполук іонів, які треба розділити

Таблиця 21

Переваги та недоліки методу осадження

№	Переваги	Недоліки
1.	Простота і надійність у виконанні	Тривалість операцій осадження
2.	Наочність	Складності при відділенні осаду від розчину
3.	Дозволяє розділити суміші іонів при правильному виборі осаджувача	Можливість співосадження іонів
4.	Дозволяє знайти велику кількість іонів	Концентраційні обмеження

Таблиця 22

Основні осаджувачі кислотно-основного методу

Органічні	Неорганічні
диметилгліоксим, 8-оксіхінолін, дитизон, дифенілкарбазид, алізарин, магнезон, дифеніламін, трілон Б.	H_2SO_4, HCl, NaOH, NH_4OH.

Таблиця 23

Прийоми підвищення селективності методу осадження

- варіювання величини pH;
- попереднє окислювання або відновлення елементів;
- маскування елементів.

Систематичний аналіз заснований на послідовному виділенні невеликої кількості іонів, їхніх груп за допомогою селективних реагентів з наступним дробовим виявленням, а при необхідності з додатковим поділом у кожній групі. Існує кілька схем систематичного аналізу сумішей катіонів і аніонів. Будь-яка схема поділу передбачає строгу послідовність відділення груп. На практиці для

аналізу сумішей елементів використовують сполучення дробового і систематичного методів. Розглянемо наступні схеми аналізу суміші іонів по кислотно-основній класифікації катіонів:

- Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів I – II груп
- Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів III – IV груп
- Кислотно-основна схема аналізу суміші катіонів V– VI груп
- Кислотно-основна схема аналізу суміші катіонів I – VI груп
- Схема аналізу суміші аніонів I – III груп

3.1. Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів I-II аналітичної групи

Таблиця 24

(ЗД- зразок, якій досліджують, РД – розчин, якій досліджують)

№ п/п	ЗД	Реактив	Спостереження	Заключення	Вірогідний склад	
					Осад (О)	Розчин (Р)
Попередні спостереження						
Зовнішній вигляд: прозорий, безбарвний розчин, якій не містить осаду, pH?						
Попередні дослідження						
1	РД	NaOH, t^oC	Запах аміаку, вологий рожевий лакмусовий папер стає синім	Є катіон $\mathbf{NH_4^+}$	-	NH_4^+,K^+ Na^+,Ca^{2+} Mg^{2+}, Ba^{2+}, Sr^{2+}
2	РД	1 М H_2SO_4, етанол	Випадіння білого кристалічного осаду	Присутні катіони II анал. гр.	$BaSO_4$, $SrSO_4$, $CaSO_4$	NH_4^+, K^+ Na^+, Mg^{2+}
3	Р-2	NaOH, t^oC	Запах аміаку, контроль повноти видалення. В кінці операції відсутність запаха аміаку та посиніння вологого рожевого лакмусового паперу	NH_4^+ повністю видалені з Р 2	-	K^+, Na^+, Mg^{2+}
Виявлення катіонів						
4	Р-3	$NaHC_4H_4O_6$	Утворення білого кристал. осаду	Є катіон $\mathbf{K^+}$		
5	Р-3	$K[Sb(OH)_6]$	Утворення білого кр. осаду	Є катіон $\mathbf{Na^+}$		
6	Р-3	Na_2HPO_4 (NH_4OH+ NH_4Cl)	Утворення жовтого кр. осаду	Є катіон $\mathbf{Mg^{2+}}$		

7	О-2	Na_2CO_3 $+K_2CO_3$ t^oC	Утворення білого кр. осаду	Осади сульфатів II гр. перетвор. у карбонати	$BaCO_3$ $CaCO_3$ $SrCO_3$	
8	О-7	CH_3COOH, 2М, t^o C	Розчинення осаду	Катіони II гр. перетвор. у розчин		Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}
9	Р-8	K_2CrO_4+ CH_3COOH	Утворення жовтого кр. осаду	Є катіони **Ba^{2+}**	$BaCrO_4$	
10	Р-8	K_2CrO_4+ CH_3COOH, центрифуг.	Утворення жовтого кр. осаду	Відокремлення осаду від Р-8		Sr^{2+}, Ca^{2+}
11	Р-10	$(NH_4)_2SO_4$	Утворення білого кр. осаду	Є катіони **Sr^{2+}**	$SrSO_4$	Sr^{2+}, Ca^{2+}
12	Р-10	$(NH_4)_2SO_4$ + центрифугування	Утворення білого кр. осаду	Відокремлення осаду від Р-10		Ca^{2+}
13	Р-12	$(NH_4)_2C_2O_4$+ CH_3COOH	Утворення білого кр. осаду	Є катіони **Ca^{2+}**	CaC_2O_4	

3.2. Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів III-IV аналітичної групи

Таблиця 25

№ п/п	ЗД	Реактив	Спостереження	Заключення	Вірогідний склад	
					О	Р
Попередні спостереження						
Зовнішній вигляд: прозорий, забарвленний розчин, якій не містить осаду, pH<7						
Відокремлення та виявлення катіонів						
1	РД	2М HCl, надлишок + центрифугування	Утворення білого ам. ос., перевірка повноти осадж. та видалення ос. центрифуг.	Є кат. 3 гр., р-н прозорий, повнота осадж. досяг., О-1 відділ. від Р-1	AgCl, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2	Cr^{3+}, Al^{3+} Zn^{2+} /Pb^{2+}/
2	О-1	H_2O, t^oC	Часткове розчинення осаду	Є катіони **Pb^{2+}**	AgCl, Hg_2Cl_2	Pb^{2+}
3	О-2	2М NH_4OH	Утворення осаду чорного кольору	Є катіон **Hg_2^{2+}**	$Hg\downarrow$+ $NH_2HgCl\downarrow$	$Ag(NH_3)_2$ Cl
4	Р-3	HNO_3, конц.	Білий сирнистий осад	Є кат. **Ag^+**	AgCl	
5	Р-1	6М NaOH, 3% H_2O_2	Кольор розчину стає жовтим	Є катіон **Cr^{3+}**		$Al(OH)_6^{3-}$ $Zn(OH)_4^{2-}$
6	Р-5	NH_4Cl кр., t^oC,	Утворення ос. білого кольору,	Розчин над ос. прозорий,	$Al(OH)_3$	$Zn(NH)_4^{2+}$

		центрифу-гування	перевірка повно-ти осадження та видалення ос. від розчину	повнота осадж. досяг. О-6 відділено від Р-6		
7	О-6	2М HCl	Розчинення осаду	Катіони Al^{3+} перейшли до Р-7		Al^{3+}
8	Р-7	Алізарин, фільтр. папер, пари NH_3	Утворення плями червоного кольору	Є катіони $\mathbf{Al^{3+}}$		(Al^{3+})
9	Р-6	Дитизон в CCl_4	Забарвлення шару органічного розчинника в червоний колір	Є катіони $\mathbf{Zn^{2+}}$		(Zn^{2+})

3.3. Кислотно-основна схема розділення суміші катіонів V-VI аналітичної групи

Таблиця 26

№ п/п	ЗД	Реактив	Спостере-ження	Заклю-чення	Вірогідний склад	
					Осад (О)	Розчин (Р)
1	2	3	4	5	6	7
Попередні спостереження						
Внешний вид: прозрачный, окрашенный раствор без осадка, pH <7						
Попередні дослідження						
1	РД	$K_3[Fe(CN)_6]$ 1 к. HCl	Утворення ос. синь. кольору	Есть кати-он Fe^{2+}	«Турнбуле-ва синь»	
2	РД	$K_4[Fe(CN)_6]$ 1 к. HCl	Утворення ос. синь. кольору	Есть катион Fe^{3+}	«Берлінсь-ка лазурь»	
Відокремлення та виявлення катіонів						
3	РД	6М NH_4OH, 3% H_2O_2	Утворення кольорового осаду та розчину	Є катіони 5 групи	$Fe(OH)_3$ $Mn0(0H)_2$ $Mg(0H)_2$	Аміакати катіонів 6 групи
4	О-3	NH_4Cl (насич.)	Утворення кольор. осаду та розчину	Є катіони Fe^{3+} та (або) Mn^{2+}	$Fe(OH)_3$ $Mn0(0H)_2$	Mg^{2+}
5	Р-4	Магнезон (1 к. NaOH)	Утворення ос. або розчину синь. кольору	Є катіони $\mathbf{Mg^{2+}}$		
6	О-4	HNO_3, H_2O_2	Розчинення осадів			Fe^{3+} та Mn^{2+}

7	Р-6	PbO_2, HNO_3, t^oC або $NaBiO_3$, HNO_3, на холоду	Забарвлення розчину у червоно-фіолетовий колір	Есть катион **Mn^{2+}**		
8	Р-3	2 М HNO_3	Зміна кольору розчину	Знищення аміакатів катіонів 6 групи		Cu^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Cd^{2+}, Hg^{2+}
Дробне виявлення катіонів 6 групи						
9	Р-8	Диметилгліоксим, пари аміаку	Забарвлена пляма червоного кольору	Є катіони **Ni^{2+}**	Диметилгліоксимат Ni^{2+}	
10	Р-8	Нітрозо-R-сіль (ацетат. буф. розчин)	Розчин червоного кольору	Є катіони **Co^{2+}**	Розчинна сіль з ОР	
11	Р-8	$K_4[Fe(CN)_6]$ кисле серед.	Утворення черв.-бур. осаду	Є катіони **Cu^{2+}**	$(NH_4)_2Cu[Fe(CN)_6]$	
12	Р-8	Сульфід натрію (кисле середовищє)	Утворення осаду жовтого кольору	Є катіони **Cd^{2+}**	CdS	
13	Р-8	Дифенілкарбазид (HNO_3)	Розчин фіолетового або синього кольору	Є катіони **Hg^{2+}**	Дифенілкарбазинат Hg^{2+}	

3.4. Кислотно-основна схема аналізу суміші катіонів I-VI аналітичних груп

Таблиця 27

№ п/п	ЗД	Реактив	Спостереження	Заключення	Вірогідний склад	
					Осад (О)	Розчин (Р)
Попередні спостереження						
Вивчити зразок, якій взято для аналізу						
Попередні дослідження						
1	РД	NaOH, t^oC	Запах аміаку, посиніння рож. лак. паперу.	Є катіон **NH_4^+**	-	Катіони I-VI груп
2	РД	$K_3[Fe(CN)_6]$ 1 к. HCl	Утворення осаду синього кольору	Є катіон **Fe^{2+}**	«Турнбулева синь»	Катіони I-VI груп

3	РД	$K_4[Fe(CN)_6]$ 1 к. HCl	Утворення осаду синього кольору	Є катіон **Fe^{3+}**	«Берлінська лазурь»	Катіони I-VI груп
4	РД	Магнезон	Утворення осаду синього кольору	Є катіон **Mg^{2+}**	MGN-MgOH	Катіони I-VI груп
Розділення та виявлення катіонів						
5	РД	HCl+ H_2SO_4	Утворення осаду білого кольору	Є катіон II и III груп	Сульфати та хлориди кат. II та III груп	Катіони I, IV-VI групп
6	О-5	Гар. вода	Розчинення осаду $PbCI_2$	Іони Pb^{2+} в розчині	О-5 мінус $PbCI_2$	Іони Pb^{2+}
7	Р-6	Родизонат Натрію + NaOH	Поява плями синього кольору	Є катіон **Pb^{2+}**	-	-
8	О-6	NH_4OH	Розчин. AgCI та утворення осаду Hg↓+NH_2HgCl↓	Є катіон Hg_2^{2+} та Ag^+ в розчині	Сульфати кат. II гр. Hg↓ + NH_2HgCl	**$Ag(NH_3)_2$ Cl**
9	Р-8	HNO_3	Утворення осаду жовтого кольору	Есть катионы **Ag^+**	AgI	-
10	О-8	Карб. Na та K, декантація	-	Сульфати кат.II гр. пер. в карб.	Hg↓ + NH_2HCl, **карб. кат. II гр.**	-
11	О-10	CH_3COOH, t^oC	Розчинення осаду білого кольору	Кат. II гр. переходять в розчин	Hg + NH_2HgCl, відкинути	Катіони II групи
12	Частина Р-5	Цинкуранілацетат (ЦУА)	Утворення незабарвлених мікрокристалів	Есть катионы **Na^+**	ЦУА-Na	-
13	Р-5	NaOH и H_2O_2	Утворення кольорового осаду, розчин стає жовтим	Есть кат. V-VI гр., CrO_4^{2-}	$Me(OH)_2$ **$Mn0(0H)_2$**	Кат. I гр. **$Al(OH)_6^{3-}$ $Zn(OH)_4^{2-}$ CrO_4^{2-}**
14	Р-13	NH_4Cl кр., t^oC	Утворення осаду білого кольору	Возможн. кат. Al^{3+}	$Al(OH)_3$	Кат. I гр. CrO_4^{2-} **$Zn(NH_3)_4^{2+}$**
15	О-14	HC1 6 M	Розчинення осаду	Al^{3+} в розчин	-	Al^{3+}
16	Р-15	Алізарин, аміак	Поява плями червон. кольору	Есть кат. **Al^{3+}**	Алізаринат Al	-
17	Р-14	Вин.-кисл. натрій	Утворення осаду білого кольору	Є кат. **K^+**	Вин.-кис. калій	-
18	Р-14	Дитизон,	Поява плями	Є кат.	Дитизо-	

		(щел.серед)	червон. кольору	**Zn^{2+}**	нат Zn	-
19	О-13	Нітратна к-та	Розчинення осаду гідроксидів	Зникнення осаду	-	Кат. Fe^{3+}, Mn^{2+}, VI гр.
20	Р-19	6М NH_4OH, 3% H_2O_2	Утворення кольорового осаду та розчину	Є катіони V та VI групи	$Fe(OH)_3$ $Mn0(0H)_2$ $Mg(0H)_2$	Аміакати катіонів VI групи
21	О-20	NH_4Cl (насич.)	Утворення кольорового осаду та розчину	Є кат. Fe^{3+} та /або/ Mn^{2+}	$Fe(OH)_3$ $Mn0(0H)_2$	Mg^{2+}
22	Р-21	Магнезон (1 к. NaOH)	Утворення осаду або розчину синього кольору	Є кат. **Mg^{2+}**	Магнизонат Mg	-
23	О-21	HNO_3, H_2O_2	Розчинення осаду	-	-	Fe^{3+} и Mn^{2+}
24	Р-23	$NaBiO_3$, HNO_3	Червоно-фіолетовий колір розчину	Є кат. **Mn^{2+}**		
25	Р-20	2 М HNO_3	Зміна кольору розчину	Руйнування аміакатів	-	Cu^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Cd^{2+},Hg^{2+}
Дробне виявлення катіонів 6 групи						
26	Р-25	Диметилглі-оксим, пари аміаку	Забарвлена пляма червоного кольору	Є катіони **Ni^{2+}**	Диметил-гліоксимат Ni^{2+}	
27	Р-25	Нітрозо-R-сіль (ацетат. буф. розчин)	Розчин черво-ного кольору	Є катіони **Co^{2+}**	Розчинна сіль з ОР	
28	Р-25	$K_4[Fe(CN)_6]$ (кисле сере-довищє)	Утворення червоно-бурого осаду	Є катіони **Cu^{2+}**	**$(NH_4)_2Cu[Fe(CN)_6]$**	
29	Р-25	Сульфід нат-рію (кисле середовищє)	Утворення осаду жовтого кольору	Є катіони **Cd^{2+}**	CdS	
30	Р-25	Дифенілкар-базид (HNO_3)	Розчин фіолето-вого або синього кольору	Є катіони **Hg^{2+}**	Дифенілкар-базинат Hg^{2+}	

3.5. Схема аналізу суміші аніонів I-III аналітичних груп

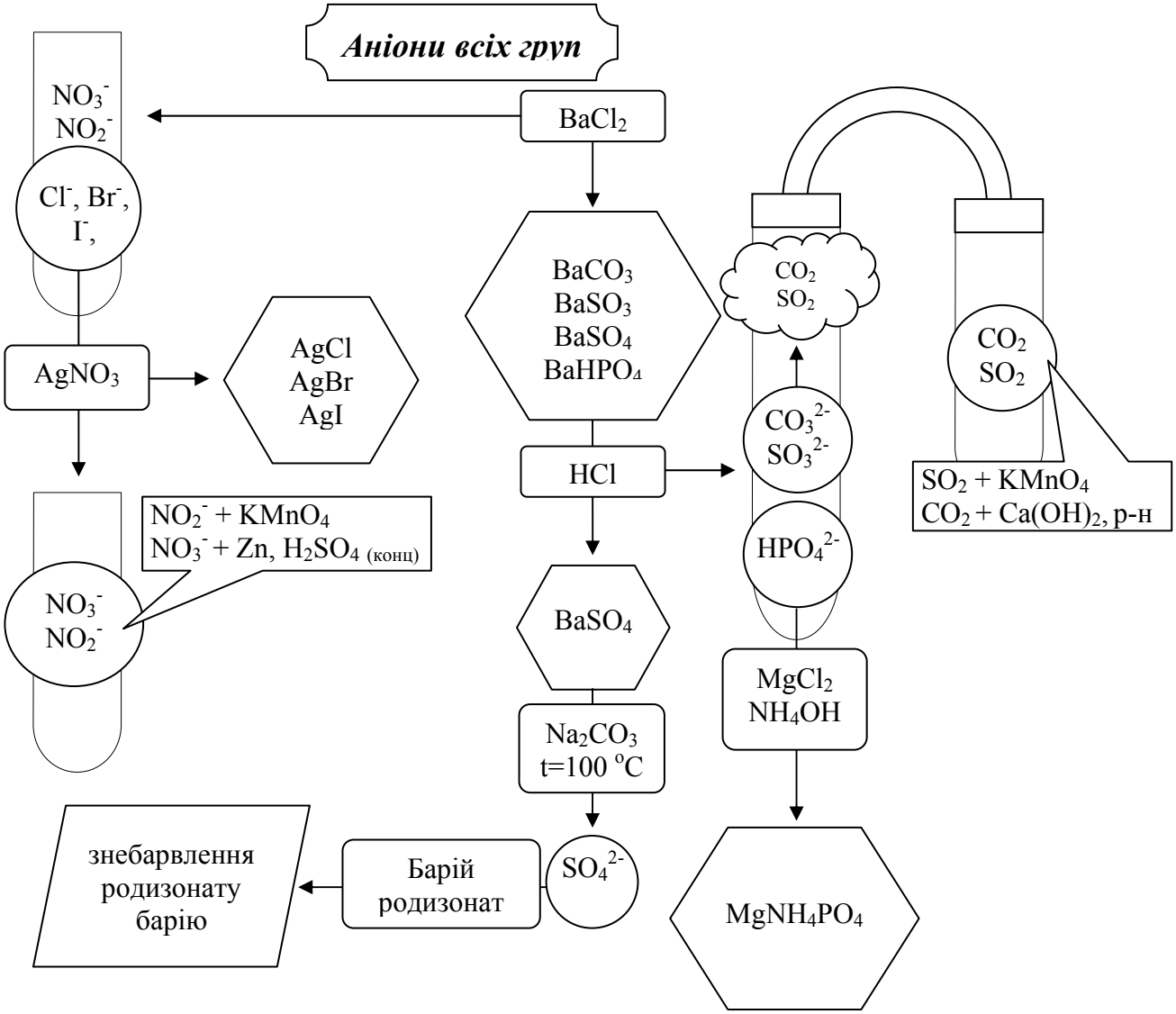
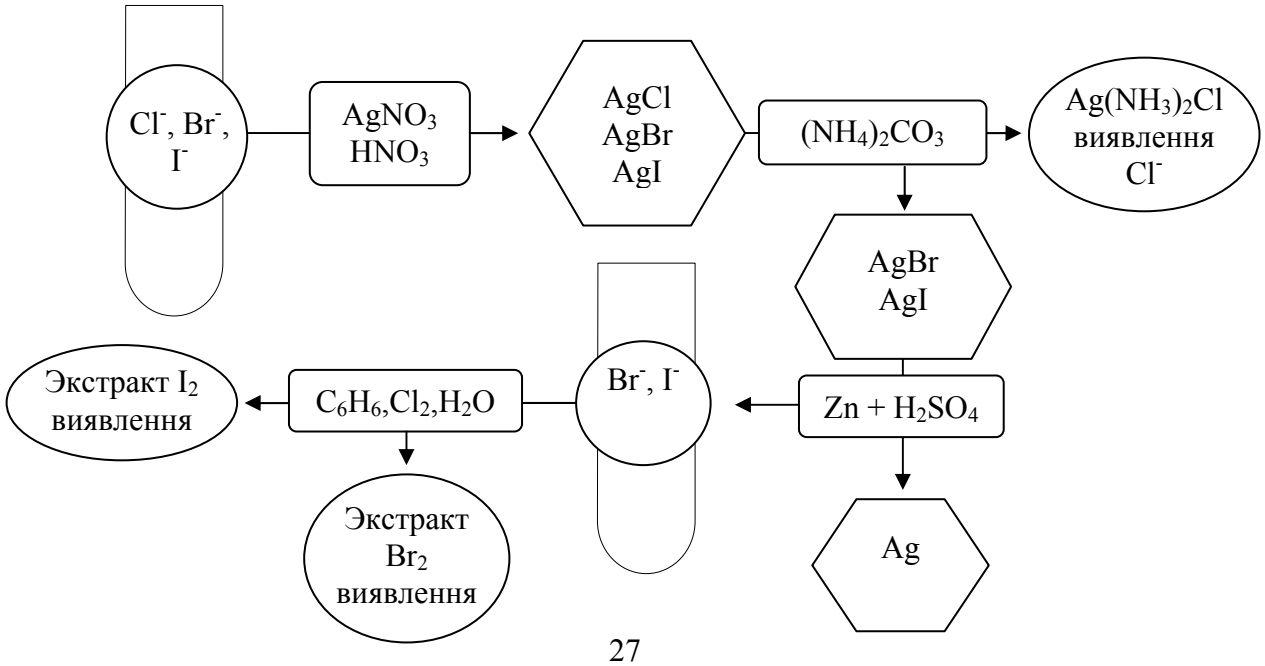
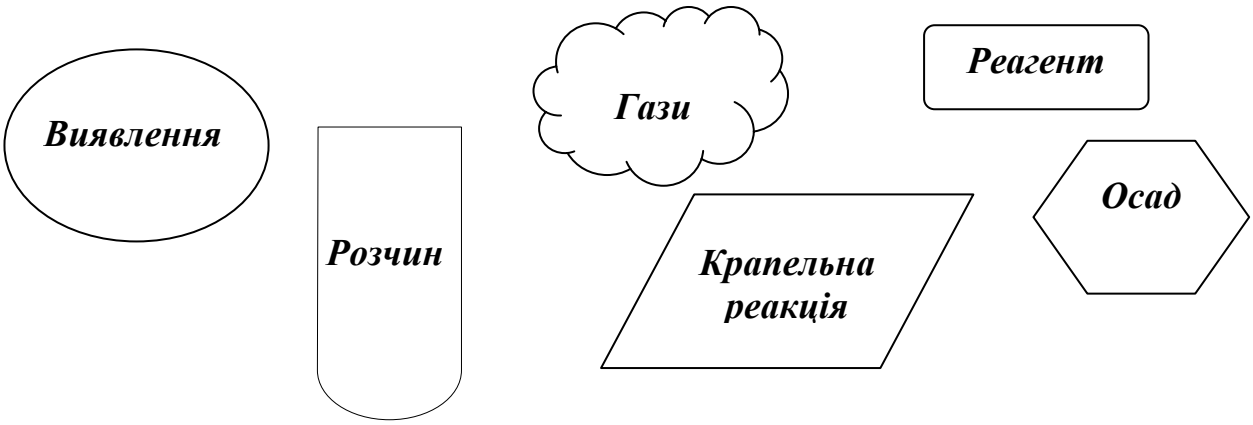


Схема аналізу суміші аніонів II групи



Умовні позначення

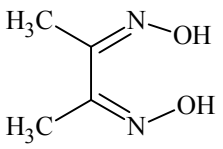
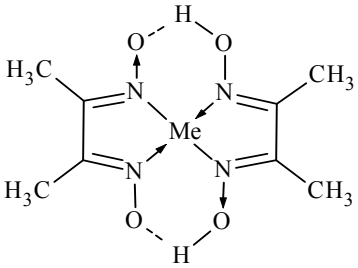
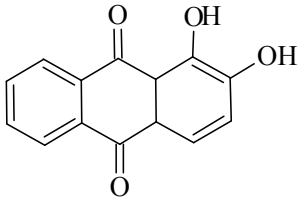
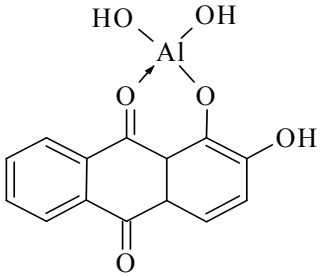
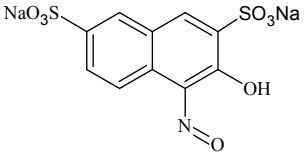
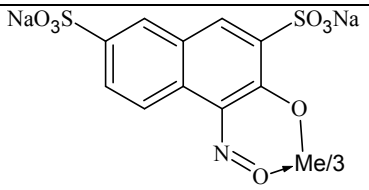
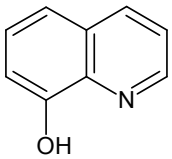
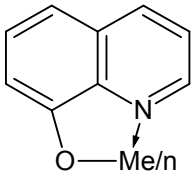
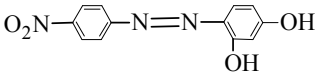
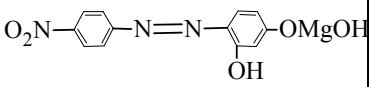
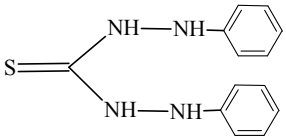
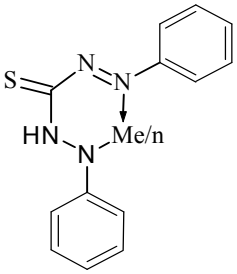


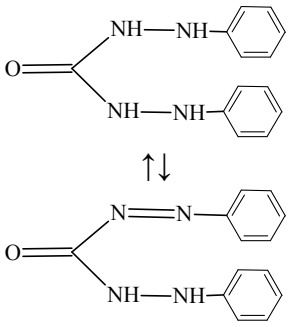
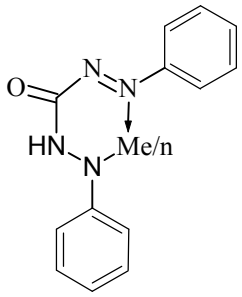
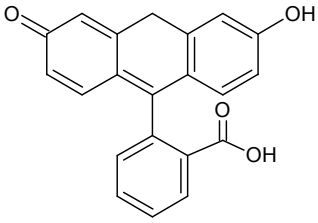
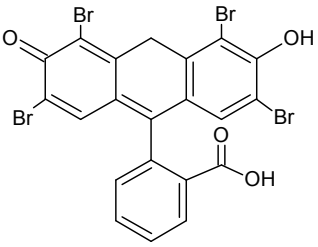
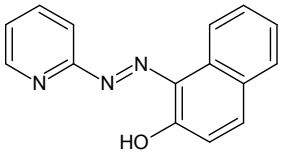
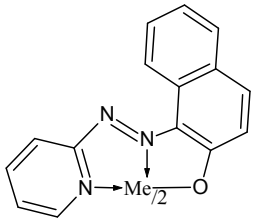
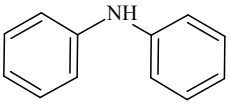
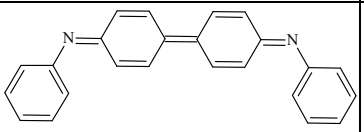
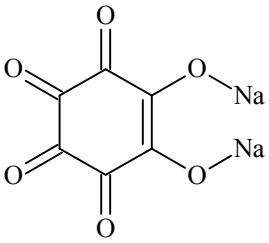
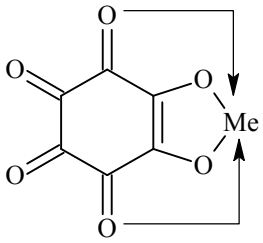
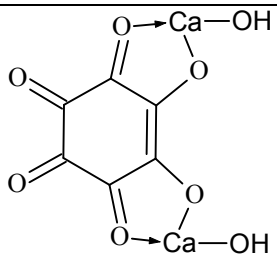
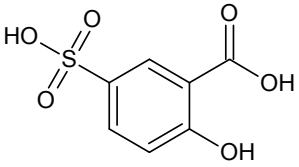
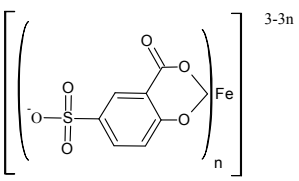
Додатки

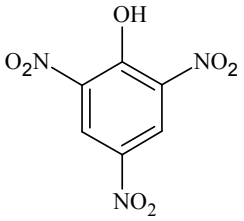
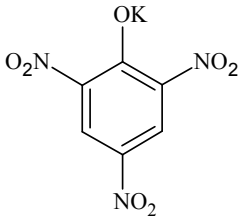
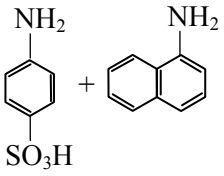
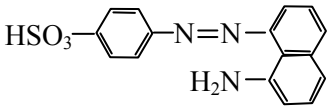
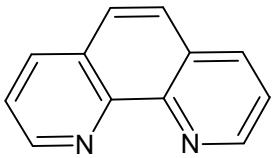
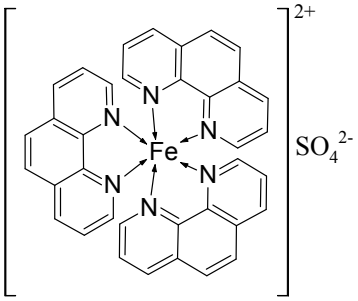
Додаток 1: «Список основних скорочень»

Скорочення	Значення	Скорочення	Значення
р-н	розчин	Ме	метал
розб.	розведений розчин	Kat^+	катіон
конц.	концентрований розчин	An^-	аніон
р.	розчинний	О або ↓	осад
нр.	нерозчинний	кр.	кристалічний осад
р.к.	розчинний в кислотах	ам.	аморфний осад
р.л.	в лугах	ОР	органічний реагент
мікрокр.	мікрокристалоскопічна реакція	ОВР	окисно-відновна реакція

Додаток 2: «Органічні реагенти»

Найменування, властивості	Формула реагенту	Формула сполуки	Застосування, посил. на джерело літ-ри
Диметилгліоксим (реактив Чугаєва) Білий порошок, розчинний в етанолі, нерозчинний у воді.			Виявлення Ni^{2+}, Fe^{2+} [10]- с.227; [11]- с.35; [12]- с.227, 416 [13]- с.101-104
Алізарин (1,2-дигідроксиантрахінон) помаранч.-черв. порошок, розчинний в етанолі, етиловому ефірі.			Виявлення Al^{3+} [10]- с.240; [11]-с.35; [12]- с.376 [13]- с.74-78
Нітрозо-R-сіль Жовтий порошок, р. у воді, слаборозчинний в етанолі			Виявлення Co^{2+}, Fe^{3+} [10]- с.226; [12]- с.414 [13]- с.91
8-Оксихінолін Жовтий порошок, р. в етанолі, хлороформі, слабо розчинний у воді.			Виявлення Mg^{2+}, Al^{3+} [10]- с.210; [12]- с.385 [13]- с.83-88
Магнезон I 4-(n-нітрофеніл-азо)-резорцин			Виявлення Mg^{2+} [10]- с.210; [12]- с.385
Дитизон (р. CCl_4) Порошок коричневого кольору, малорозчинний у етанолі, не розчинний у воді.			Виявлення Cu^{2+}, Pb^{2+}, Hg^{2+},Zn^{2+}, [10]-с.231, 248; [11]- с.35; [12]- с.227, 373 [13]- с.143-148

Дифенілкарбазид ↑↓ Дифенілкарбазон Дрібні безбарвні або рожеві кристали, розчинні в спирті при нагріванні			Виявлення Hg^{2+}, Cu^{2+}, Co^{2+}, Fe^{3+} [10]- с.234; [12]- с.409 [13]- с.100, 101
Флюоресцеїн (Аранін А)	 + хлорна вода		Br^- [9]- с.93
Піридилазо-2-нафтол (ПАН)			Mn^{2+} [2]- с.78 [4]- с.111
Дифеніламін			NO_2^-, NO_3^- [2]- с.120 [9]- с.98
Натрію родизонат			Виявлення Ba^{2+}, Sr^{2+} [10]- 211-214 [12]- с.365-371
			Виявлення Ca^{2+} [13]- с.62
Сульфосаліцилова кислота Безбарвні кристали, добре розчиняються в воді		 n=1-3	[10]- 225 [12]- с.399 [13]- с.68

Пикринова кислота			K^+ [9]- с.48
Реактив Гріса			NO_2^- [13]- с.89
1,10-Фенантролін			Fe^{2+} [9]- с.69 [13]- с.30

Додаток 3: «Таблиця розчинності солей, кислот і основ»

	OH^-	F^-	Cl^-	Br^-	I^-	S^{2-}	CO_3^{2-}	SiO_3^{2-}	SO_4^{2-}	PO_4^{3-}
H^+	Р	Р	Р	Р	Р	М	-	Н	Р	Р
Mg^{2+}	Н	РК	Р	Р	Р	М	Н	РК	Р	РК
Ca^{2+}	М	НК	Р	Р	Р	М	Н	РК	М	РК
Sr^{2+}	М	НК	Р	Р	Р	Р	Н	РК	РК	РК
Ba^{2+}	Р	РК	Р	Р	Р	Р	Н	РК	НК	РК
Sn^{2+}	Н	Р	Р	Р	М	РК	Н	Н	Р	Н
Pb^{2+}	Н	Н	М	М	М	РК	Н	Н	Н	Н
Al^{3+}	Н	М	Р	Р	Р	Г	Г	НК	Р	РК
Cr^{3+}	Н	Р	Р	Р	Р	Г	Г	Н	Р	РК
Mn^{2+}	Н	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Р	Н
Fe^{2+}	Н	М	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Р	Н
Fe^{3+}	Н	Р	Р	Р	НІ	НІ	Г	Н	Р	РК
Co^{2+}	Н	М	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Р	Н
Ni^{2+}	Н	М	Р	Р	Р	РК	Н	Н	Р	Н
Cu^{2+}	Н	М	Р	Р	НІ	Н	Н	Н	Р	Н
Zn^{2+}	Н	М	Р	Р	Р	РК	Н	Н	Р	Н
Cd^{2+}	Н	Р	Р	Р	Р	РК	Н	Н	Р	Н
Hg^{2+}	Н	Р	Р	М	НК	НК	Н	Н	Р	Н
Hg_2^{2+}	Н	Р	НК	НК	НК	РК	Н	Н	М	Н
Ag^+	Н	Р	НК	НК	НК	НК	Н	Н	М	Н

Умовні позначення:
Р - речовина добре розчиняється у воді;
М - речовина малорозчинна у воді;
Н - речовина практично нерозчинна у воді, але легко розчиняється в слабких або розведених кислотах;
РК - речовина нерозчинна у воді та розчиняється тільки в сильних кислотах-неокисниках;
НК - речовина нерозчинна ні у воді, ні в кислотах-неокисниках;
Г - речовина повністю гідролізується при розчиненні та не існує в контакті з водою; НІ - речовина не існує.
Примітка: всі солі катіонів Na^+, K^+, NH_4^+ та аніону NO_3^- наведені в даній таблиці є розчинними у воді.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Алексеев В. Н. Курс качественного химического полумикроанализа. – М.: Химия, 1973.
2. Алимарин И. П. Методы обнаружения и разделения элементов. – М.: Изд-во МГУ, 1984.
3. Васильєв В. П. Аналитическая химия. В 2 ч. – М.: Высшая школа, 1989.
4. Золотов Ю. А и др. Основы аналитической химии. Кн..1. Общие вопросы. Методы разделения. – М.: Высшая школа, 1999.
5. Крешков А. П. Основы аналитической химии. – М.: Химия, 1976.
6. Пилипенко А. Т., Пятницкий И. В. Химический анализ. – М.: Химия, 1979.
7. Малахова Н. М. Опорні конспекти-плакати для курсу аналітичної хімії. – Одеса: ОНУ, 1998.
8. Чеботарьов О. М., Топоров С. В., Малахова Н. М. Теоретичні основи аналітичної хімії. Розрахунки хімічних рівноваг : Метод. посіб. для студентів II курсу хімічного факультету. – Одеса: Вид-во «Одес. нац. ун - т», 2011.
9. Базель Р. Я., Воронич О. Г., Кормош Ж. О. Практичний курс аналітичної хімії: Навч. посіб. – Луцьк: Ред.-вид. відд. «Вежа» Волин. держ. ун-ту імені Лесі Українки, 2004.
10. Пономарев В. Д. Аналитическая химия. Теоретические основы. Часть 1. Качественный анализ. – М.: Химия, 1982.
11. Крешков А. П. и др. Бессероводородные методы качественного полумикроанализа. – М.: Высшая школа, 1979.
12. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика. Кн.1.Общие теоретические основы. Качест. анализ. Учеб. для вузов. – М.: Высшая школа, 2001.
13. Пилипенко А. Т. Органічні реактиви в неорганічному аналізі. – Київ: Вища школа, 1972.
14. Болотов В. В., Гайдукевич А. Н., Свечникова Е. Н. и др. Аналитическая химия. Учебное пособие для студентов фармацевтических вузов и факультетов III и IV уровней аккредитации. Под общей редакцией профессора В. В. Болотова. – Харьков: Изд-во НФАУ «Золотые страницы», 2001.

Навчальне видання

Чеботарьов Олександр Миколайович
Топоров Сергій Васильович
Малахова Наталія Михайлівна

МЕТОДИ ВИЯВЛЕННЯ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЇ ІОНІВ

Методичні вказівки
до курсу *«03.03 Аналітична хімія»*
(для студентів II курсу хімічного факультету)
напряму підготовки 6.040101 – Хімія
освітньо-кваліфікаційного рівня бакалавр

Підписано до друку 12.06.2013. Формат 60x84/16.
Гарн. Таймс. Умовн.-друк. арк. 2,09. Тираж 55 прим.
Зам. № 652

Видавець і виготовлювач
Одеський національний університет
імені І. І. Мечникова
Свідоцтво ДК № 4215 від 22.11.2011 р.

Україна, 65082, м. Одеса, вул. Єлісаветинська, 12
Тел.: (048) 723 28 39. E-mail: druk@onu.edu.ua