

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ



ЛЕКЦИЯ 1,ч.2

ОСНОВЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Лектор Семенова Ирина Николаевна

Неизбирательные аналитические реакции

1. Общие реакции

-это реакции, аналитический эффект которых одинаков для большой группы ионов с различными химическими свойствами.

Пример: $(\text{Zn}^{2+} \text{ Cd}^{2+}; \text{Pb}^{2+}) + \text{NaOH} \rightarrow \downarrow \text{Me}(\text{OH})_2$ - белые осадки

NaOH –общий реагент

2. Групповые реакции

-это реакции, аналитический эффект которых одинаков для группы ионов с сходными химическими свойствами.

Пример: $(\text{Ca}^{2+}, \text{Ba}^{2+}, \text{Sr}^{2+}) + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \downarrow \text{MeCO}_3$ – белые осадки

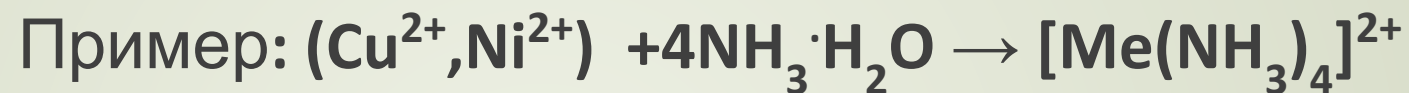
Na_2CO_3 - групповой реагент



**Избирательные
аналитические
химические
реакции**

□ 1. Селективные (избирательные)

-характерны для небольшой группы ионов со сходными химическими свойствами



- растворы синего цвета

□ 2. Специфичные

- при строго определенных условиях данный реагент взаимодействует с минимальным (1) количеством ионов

Пример:



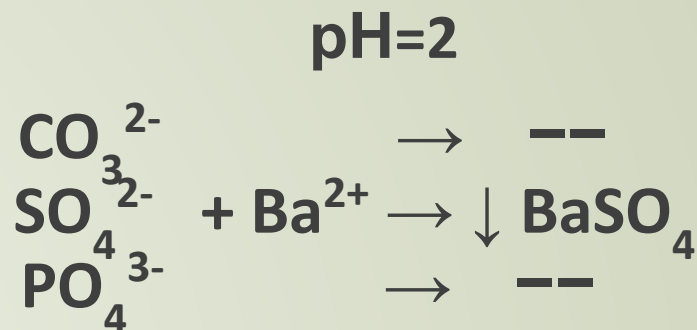
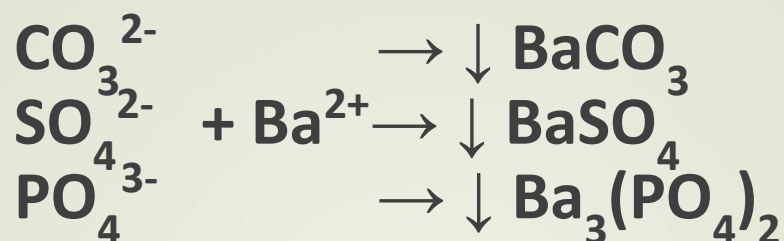
осадок бурого цвета



Способы
повышения
избирательности
аналитических
химических
реакций

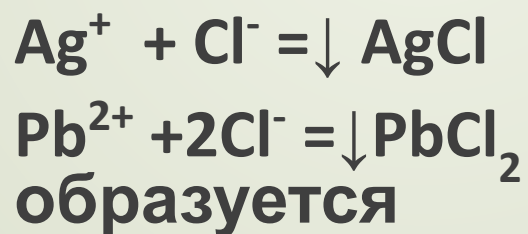
1. Регулирование условий проведения реакций (pH, t°)

Пример 1:

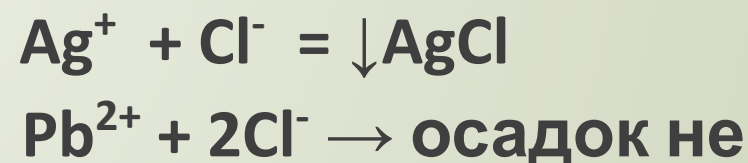


Пример 2:

Обычные условия



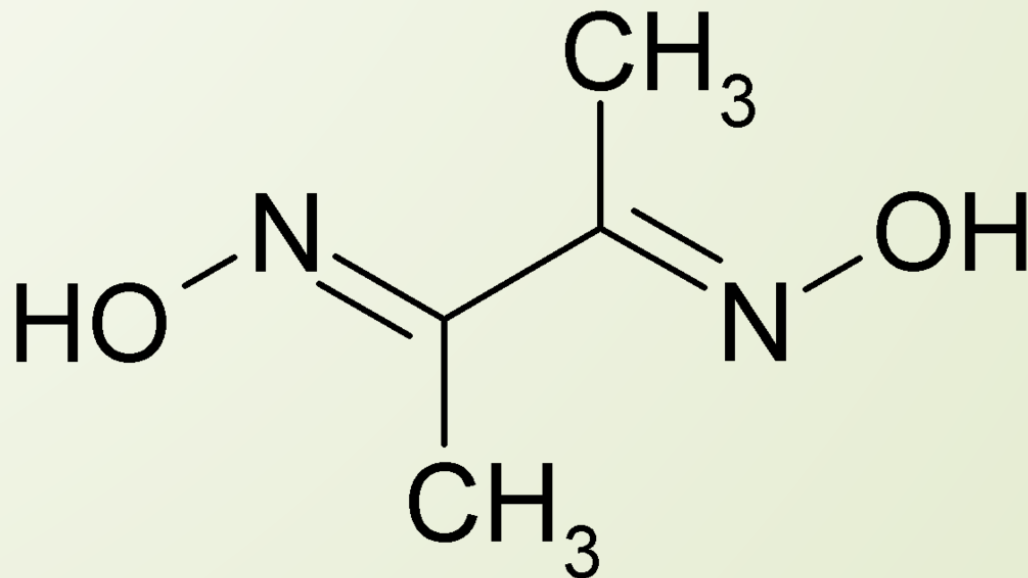
при нагревании



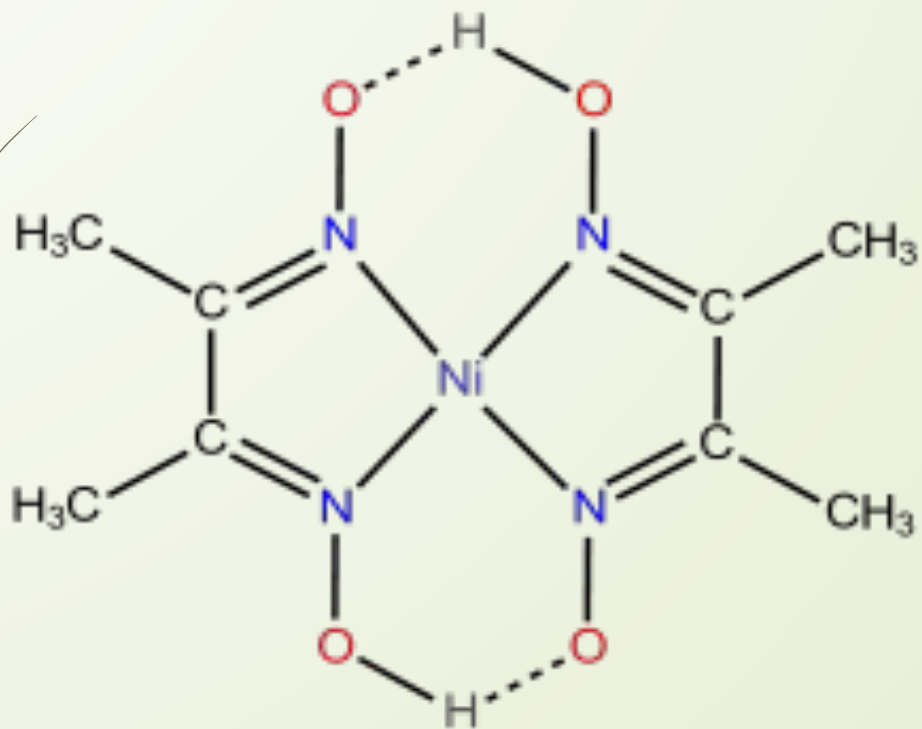
- 2. Применение избирательных реагентов (часто это органические аналитические реагенты, образующие с ионами металлов довольно прочные комплексы)


Пример:

Диметилглиоксим - органический аналитический реагент



с солями никеля образует красный нерастворимый осадок диметилглиоксимата никеля $(C_4H_7O_2N_2)_2Ni$, являющегося внутрикомплексным соединением.



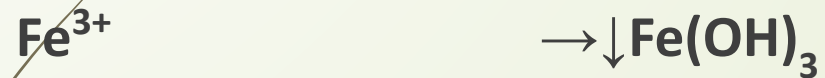
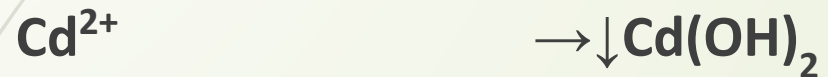
- 
- Комплекс диметилглиоксима с никелем принадлежит к классу хелатов. Хелатами называют комплексные соединения, внутренняя сфера которых состоит из циклических групп атомов, включающих ион-комплексообразователь. Это название возникло от латинского слова *chelate* - клешня.
 - Реакция проводится в среде аммиака. Мешают обнаружению ионы Co^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{2+} , которые связывают тартрат-ионами.



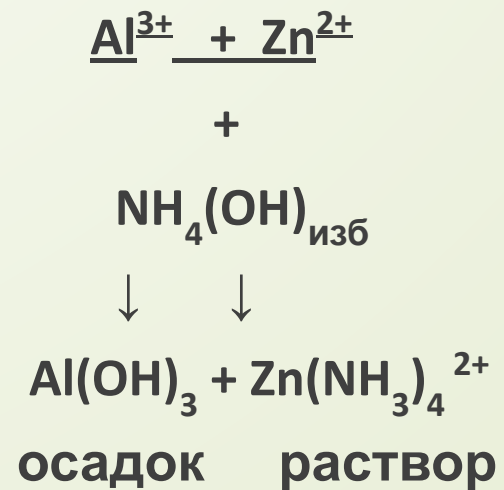
3. Предварительное отделение мешающих ионов.

Реакции осаждения

Пример 1



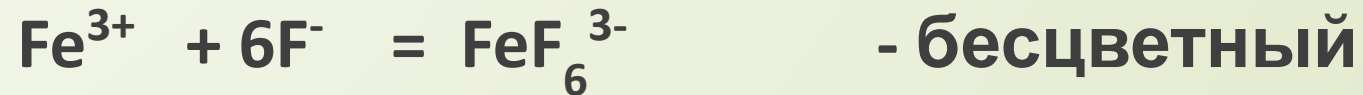
Пример 2



□ 4. Маскирование мешающих ионов

□ **Реакции маскирования** – реакции, в которых уменьшают концентрацию мешающего иона путем добавления маскирующего агента до момента исчезновения мешающего действия

Пример:



F^- - маскирующий агент



Классификация ионов

- Применение групповых реагентов позволило разделить катионы и анионы на аналитические группы, осаждаемые определенным реагентом при определенных условиях с одинаковым аналитическим эффектом. В зависимости

от применяемых групповых реагентов и условий

классификация	групповые реагенты
кислотно-основная	HCl ; H_2SO_4 ; NaOH ; NH_4OH
сульфидная	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$; $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$; HCl ; H_2S
аммиачно-фосфатная	Na_2HPO_4 ; $\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NH}_4\text{OH}$



Сульфидная классификация катионов

Группа	Катионы	Групповой реагент
I	K^+ ; Na^+ , NH_4^+ , Mg^{2+}	-----
II	Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}	$(NH_4)_2CO_3$ pH=9,2
III	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+}	$(NH_4)_2S$ pH=9,2
IV	Cu^{2+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Sn^{2+} , $Sn(IV)$, Sb^{3+} , $Sb(V)$	H_2S pH=0,5
V	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCL





Способы проведения качественного анализа

1. Систематический метод анализа.

- Основан на последовательном разделении смеси ионов на аналитические группы с помощью групповых реагентов и последующем анализе каждой выделенной группы.

В основе систематического анализа лежит одна из классификаций.

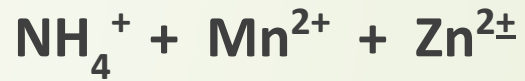
Применяется для анализа сложных по химическому составу веществ.



2. Дробный метод анализа

- Позволяет обнаруживать отдельные ионы в отдельных порциях исследуемого раствора при обеспечении избирательности реакции. Реакция проводится либо в присутствии остальных ионов (если реакция специфичная), либо после предварительного удаления или маскирования мешающих ионов.



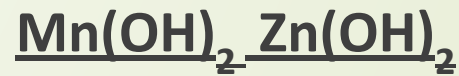
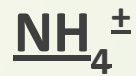


+



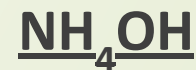
Раствор

Осадок



+

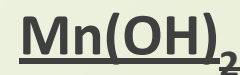
+



малиновое
окрашивание
ф-ф бумаги

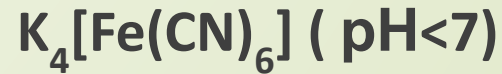
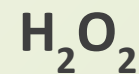
осадок

раствор



+

+



черный осадок

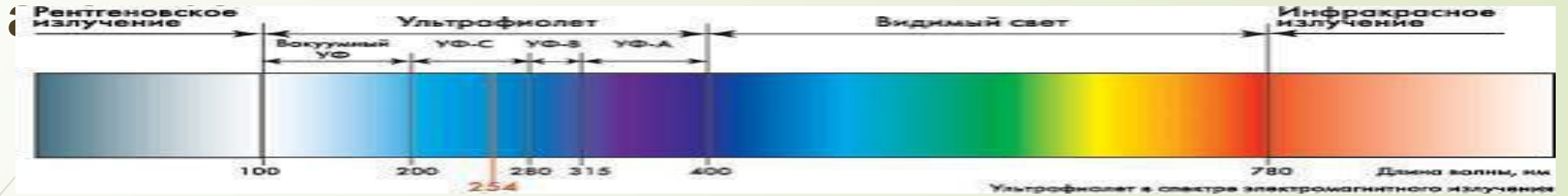
белый осадок



Операция	Реактив, условия проведения реакции	Наблюдаемый эффект	Вывод
Раствор бесцветный, следовательно отсутствуют ионы Fe^{3+}, Co^{2+}, Cu^{2+}, Ni^{2+}			
Определение NH_4^+ -ионов	Избыток NaOH, влажная фенол-фталеиновая бумага (в «газовой» камере при нагревании)	Не наблюдается покраснения фенолфталеиновой бумаги	NH_4^+ -ионы отсутствуют
Определение группы катионов	NaOH по каплям	Осадок не образуется	Отсутствуют катионы, образующие малорастворимые гидроксиды
Определение ионов K^+	$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] + \text{CH}_3\text{COOH}$	Осадок не образуется	K^+ -ионы отсутствуют. Возможно присутствие ионов Ca^{2+} или Ba^{2+}
Определение ионов Ca^{2+} , Ba^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	Выпадает белый мелкокристаллический осадок	Присутствуют ионы Ca^{2+} или Ba^{2+}
Определение	H_2SO_4 (микро-	Образуются игольчатые кристаллы	Присутствуют ионы




Инструментальные методы качественного



- Способность атомов и молекул излучать или поглощать свет в УФ или видимой областях лежит в основе спектральных методов анализа. Задачей качественного спектрального анализа является определение наличия или отсутствия одного или нескольких элементов в исследуемой пробе.
- Для анализа неорганических веществ часто применяют **эмиссионный спектральный анализ**, который основан на индивидуальности эмиссионных спектров каждого элемента и сводится, как правило, к определению длин волн линий в спектре и установлению принадлежности этих линий тому или иному элементу





□ Круг вопросов, которые решаются методами эмиссионного спектрального анализа, весьма обширен:

- химический анализ особо чистых веществ;
- бездефектный контроль готовых изделий;
- экспресс-анализ металлургического литья;
- химический анализ металлов, сталей, чугуна, сплавов;
- разведка рудных месторождений;
- анализ лунного грунта и состава звездного вещества;
- контроль промышленных и бытовых сточных вод;
- загрязнения воздушного бассейна и воздушной среды производственных помещений и т.д.



□ Рентгено-флуоресцентный анализ

□ Суть метода состоит в том, что анализируемая проба облучается рентгеновскими лучами, которые выбивают электроны с ближайших к ядру орбиталей.

Освобожденные места занимают электроны, переходящие с более отдаленных орбиталей.

Выделенная при этом значительная энергия освобождается в виде квантов с высокой частотой, также соответствующих области рентгеновских лучей, но с большей длиной волны, чем у возбуждающего излучения. А т.к. энергия излучаемых квантов характерна только для данного элемента, то по частоте вторичного рентгеновского излучения делают вывод о качественном составе пробы.

□ Этот метод позволяет одновременно определять более 80 элементов от бора до урана.





ИК-СПЕКТРОСКОПИЯ



- В качественном анализе органических веществ для установления присутствия различных функциональных групп широко используется метод **ИК-спектроскопии**, в котором изучаются колебательные спектры молекул. Любая молекула имеет свой, только ей присущий колебательный спектр, состоящий из набора полос разной частоты и интенсивности. Так как колебательный спектр вещества является его индивидуальной характеристикой (часто ИК - спектры называют даже «отпечатком пальцев» молекулы), то может использоваться для идентификации вещества.

