

Качественный анализ

Основной задачей качественного анализа неорганических веществ является установление химического состава, т.е. обнаружения катионов и анионов, содержащихся в анализируемом веществе.

Качественный анализ вещества можно проводить химическими, физическими и физико-химическими методами. Химические методы анализа основаны на применении характерных химических реакций для установления состава анализируемого вещества.

В химических методах количественного анализа определяемый компонент переводят в соединение, обладающее характерным свойством (выпадает осадок, изменяется цвет раствора, выделяется газ) на основании которого можно установить, что присутствует именно этот компонент.

Химический анализ вещества проводят двумя способами: “сухим путём” или “мокрым путём”.

Анализ сухим путем – это химические реакции, происходящие с веществами при накаливании, сплавлении и окрашивании пламени.

Реакция окрашивания пламени.

Летучие соли некоторых катионов можно распознать по окрашиванию бесцветного пламени горелки.

При высокой температуре соли диссоциируют на ионы, при этом ионы металла восстанавливаются в атомы металлов, пары которых и окрашивают пламя.

Для проведения испытания нихромовую проволочку, впаянную в стеклянную палочку, предварительно нагревают в пламени горелки.

Затем на проволоку помещают анализируемое вещество, которое вводят в пламя горелки. Пламя окрашивается в характерный для исследуемого элемента цвет.

Этот путь анализа быстрый, чувствительный, но имеет недостатки, поэтому его применяют при предварительной испытаньях или в качестве дополнительной реакции.

Анализ мокрым способом – это химические реакции, протекающие в растворах электролитов. Анализируемое вещество предварительно растворяют в воде или других растворителях.

В зависимости от массы растворенного вещества, объёма раствора, применяемого для анализа, различают макро-, полумикро-, микро-, ультромикро-, субмикро-, субультрамикрометоды качественного анализа. В учебной практике применяют макро-, полумикро-, микроанализы.

При выполнении макроанализа используют навески сухих исследуемых веществ массой от 1,5 до 1г или, если исследуемое вещество находится в растворенном состоянии, берут растворы объёмом от 5 до см³ раствора.

При проведении микроанализа масса исследуемого вещества должна быть приблизительно в 100 раз меньше, чем при макроанализе, т.е. несколько миллиграммов твердого вещества или несколько капель раствора.

При выполнении полумикроанализа используют навески твердого вещества массой от 0,05 до 0,1 г или растворы объемом от 0,5 до 1 см³ раствора, что соответственно составляет 1/10 от массы и объема исследуемого вещества в макроанализе.

Методика полумикроанализа принципиально не отличается от методики макроанализа, но имеет ряд преимуществ: работа с незначительной массой исследуемого вещества создает экономию реактивов в 5-10 раз, сокращает продолжительность анализа, улучшает санитарно-гигиенические условия.

В зависимости от массы или объёма раствора исследуемого вещества реакции выполняют пробирочным, капельным и микросталлоскопическим методами.

Пробирочный метод. При выполнении анализа реакции проводят в стеклянных пробирках объёмом 2-5 см³. Для отделения осадков от растворов применяют центрифугирование.

Капельный анализ осуществляют на фарфоровых или стеклянных пластинках, а также на полосках фильтровальной бумаги нанесением 1 капли исследуемого раствора и 1 капли реактива.

Появление осадка наблюдают на стеклянной пластинке, появление окраски – на белой пластинке или на полоске бумаги.

Цветные капельные реакции чаще всего проводят на фильтровальной бумаге.

Используя разные адсорбционные свойства определяемых ионов, можно одновременно обнаружить 2-3 иона по появлению 2-3 кольцевых зон, окрашенных в различные цвета.

Капельный анализ отличается высокой чувствительностью, экономичностью и специфичностью.

С помощью капельных реакции можно обнаружить одни ионы в присутствии других, не прибегая к их предварительному разделению, что значительно упрощает и ускоряет проведение анализа.

В случае необходимости, при выполнении капельных реакции и реакций проводимости применяют маскировку мешающих ионов.

Микрориссталлоскопический анализ. Этот метод основан на обнаружении компонентов при помощи реакции, в результате которых образуются соединения с характерной формой кристаллов.

Для рассмотрения образующихся кристаллов пользуются микроскопом.

Реакции проводят на предметных стёклах, куда помещают 1 каплю исследуемого раствора и каплю характерного реактива на определяемый ион.

Через некоторое время появляются явно различимые, определенной формы и цвета кристаллы соединения искомого иона.

Благодаря применению микроскопа можно анализировать очень малые количества вещества.

Но применение микрокристаллоскопических реакции ограничено из-за присутствия в исследуемом растворе посторонних примесей, мешающих образованию кристаллов, характерных только для данного иона.

Специфическими называют такие реакции и реактивы, при помощи которых можно открыть ион в присутствии других ионов.

Реактив, с помощью которого в исследуемом растворе обнаруживают определяемый ион, называют характерным реактивом, а реакцию – характерной или реакцией обнаружения.

Требования к качественным реакциям:

В качественном анализе не все химические реакции можно использовать для обнаружения и отделения одних ионов от других.

Применяют лишь реакции, удовлетворяющие следующим требованиям:

- Реакции должны протекать быстро
- Реакции должны быть практически необратимыми
- Реакции должны сопровождаться внешним эффектом: а) изменением окраски раствора; б) осаждением (или растворением) осадка; в) выделением газообразных веществ; г) окрашиванием пламени и др.
- Реакция должна отличаться высокой чувствительностью и по возможности специфичностью.

Условия проведения качественных реакций.

При выполнении качественных реакций необходимо создавать определенные условия для их протекания, иначе результат реакций окажется неверным:

Соответствующая среда раствора.

Например, осадок, растворимый в кислотах, не может выпадать из раствора, имеющего кислую среду; осадок, растворимый в щелочах, не выпадает в щелочной среде, его можно обнаружить только в нейтральной среде.

Достаточная концентрация обнаруживаемого иона. При очень малой концентрации определяемого иона реакция перестает протекать. Известно, что вещество может выпадать в осадок только тогда, когда его концентрация в растворе превышает растворимость при данных условиях.

Температура раствора. Осадки, растворимость которых возрастает с повышением температуры, выпадают из нагретого раствора не полностью или совсем не выпадают. Такая реакция должна выполняться «на холоду», т. е. при комнатной температуре.

Требования к химическим реактивам.

Химическими реактивами называют вещества, которые используют для проведения химических реакций.

Основным требованием к химическим реактивам является их чистота.

При использовании загрязненных реактивов, содержащих примеси или определяемые ионы, результаты анализа получаются неверными.

По степени чистоты химические реактивы классифицируют на технические (т), чистые (ч) — содержат примесей до 2,6%, чистые для анализа (чда) — до 1,0% примесей, химически чистые (хч) — менее 0,1 % примесей, высокоэталонно чистые (вэч) и особо чистые (осч). Две последние группы реактивов характеризуются высокой чистотой: 0,01—0,00001 % примесей.

Для проведения большинства аналитических работ пользуются реактивами с марками хч и чда.

В химические лаборатории реактивы поступают в соответствующей таре, которая снабжена этикеткой.

На этикетке указаны название и химическая формула соединения, а также степень чистоты и количественное присутствие допустимых примесей.