**Лабораторно-практическое занятие №2**

**Тема: Дробный метод анализа на «металлические яды»**

**Цель:** Провести реакции, применяемые при дробном анализе минерализата, на наличие катионов бария, свинца, марганца, хрома, серебра, цинка, меди, кадмия, сурьмы, мышяка, ртути, висмута, таллия.

*Дробный метод анализа на «металлические яды»* рассматривают как сумму отдельных, наиболее характерных и наиболее чувствительных реакция обнаружения соединений мышьяка и металлов, имеющих токсикологическое значение.

Для дробного анализа ядовитых катионов избраны наиболее чувствительные и специфичные аналитические реакции. Доказательность и надежность этих реаакций достигается применением не одной, а по меньшей мере, двух реакций-основной (специфичной) и дополнительной (подтверждающей). Применение дополнительных реакций производится после того, как основные реакции дали положительный результта.

В дробном методе анализа используются определенные приемы для устранения мешающего влияния посторонних элементов: маскирование ионов, реакции окисления-восстановления и т.д., а также широко используются селективная экстракция с последующей реэкстракцией различными органическими реактивами после переведения катиона в то или иное соединение, или в комплексе. Среди качественных реакций большое место отведено микрокристаллоскопическим реакциям, как наиболее чувствительным, специфичным и доказательным.

В основу методов количественного определения элементов положены те же реакции, методики и приемы, что для качественного обнаружения.

Свинец и барий выпадают из минерализата в осадок в виде сульфатов. Осадок, выделенный из минерализата фильтрованием, промывают 15-20 мл 0,2 н раствора серной кислоты, 10 мл воды, обрабатывают кипящим раствором аммония ацетата (при значительном осадке – 3 раза по 5 мл, при незначительном -1-2мл).

Свинец при этом растворяется, барий остается в осадке.

*1. Качественное обнаружение иона свинца.*

Выделение свинца в виде дитизоната.

К 0,5 мл минерализата добавляют 1 мл 10% раствора гидроксиламина солянокислого, устанавливают рН 7,5 с помощью 10% раствора аммиака, добавляют 5мл хлороформа и по каплям 0,01% раствор дитизона в хлороформе.

При наличии иона свинца хлороформный слой приобретает пурпурно-красное окрашивание.

**Напишите уравнение реакции.**

Экстракцию свинца дитизоната производят хлороформом при энергичном взбалтывании в течение 30 секунд. Хлороформный слой отделяют, свинца дитизонат разрушают, промывая его в течение 1 минуты 1 н раствором азотной кислоты.

**Напишите реакции разрушения свинца дитизоната**.

Водный слой отделяют и усредняют добавлением 1 н раствора натрия гидроксида до рН 5,0 (по универсальному индикатору), делят на 4 части, с которыми проводят следующие реакции.

1. Реакция получения свинца сульфида. К части полученного раствора, помещенного на предметное стекло, добавляют несколько капель воды, насыщенной сероводородом, при наличии иона свинца наблюдается появление черного окрашивания или черного осадка.

**Написать уравнение реакции.**

2. Реакция образования свинца сульфата. К части раствора, помещенного на предметное стекло добавляют несколько (3-5) капель 10 % раствора серной кислоты;при наличии иона свинца появляется белый осадок или белая муть, увеличивающаяся при добавлении двойного объема этилового спирта.

**Написать уравнение реакции.**

Полученный осадок растворяется при добавлении к нему по каплям 10% раствора натрия гидроксида или насыщенного раствора натрия ацетат.

3. Реакция образования свинца хромата. Часть минерализата, помещенного на предметное стекло с подложенным под него куском белой бумаги, смешивают с 10% раствором калия хромовокислого или двухромовокислого; при наличии иона свинца образуется желтый осадок свинца хромата, растворимый в растворе натрия гидроксида.

Написать уравнение реакции.

4. Микрокристаллические реакции. Оставшуюся часть водного раствора распределяют на 2 предметных стекла и жидкость упаривают досуха при осторожном нагревании на пламени горелки.

А) Реакция получения двойной соли цезия и свинца. К сухому остатку добавляют 1-2капли хлористоводородной кислоты (! М раствор) и несколько кристаллов калия йодистого, после растворения осадка туда же вносят 1-2 кристалла цезия хлорида, через 10-15 минут при наличии свинца наблюдают игольчатые кристаллы желто-зеленого цвета, собранные в сфероиды.

**Написать уравнение реакции.**

б) Реакция получения калия, меди и свинца гексанитрита.

Остаток смешивают с 1-2 каплями насыщенного раствора меди ацетата и осторожно выпаривают досуха, затем растворяют его в 2-3 каплях 30% раствора уксусной кислоты, в полученный раствор вносят несколько кристалликов калия азотнокислого: при наличии ионов свинца через 5-10 минут появляются характерные кристаллы в форме кубов черного или коричневого цвета.

**Качественное обнаружение иона марганца.**

1. Реакция окисления марганца калия перйодатом. К 1 мл исследуемого минерализата добавляют 4 мл воды, 1 мл насыщенного раствора однозамещенного натрия фосфата, 0,2 г калия перйодата и нагревают на кипящей водяной бане в течение 20 минут.

При наличии иона марганца наблюдается розовая или красно-фиолетовая окраска раствора.

**Написать уравнение реакции.**

2. Реакция окисления марганца аммония персульфатом. К 1 мл исследуемого минерализата в пробирке добавляют 4 мл воды, 1 мл насыщенного раствора однозамещенного натрия фосфата и нагревают 5-6 минут. Затем в горячий раствор добавляют каплю 10% раствора серебра азотнокислого, 0,5 г аммония персульфата и вновь нагревают до полного прекращения выделения пузырьков газа.

При наличии иона марганца наблюдается розовая или красно-фиолетовая окраска раствора.

**Написать уравнение реакции.**

Контрольные вопросы:

1. Какими методами металлические яды выделяют из биологического материала?

2. Провести качественную реакцию обнаружения иона бария.

3. Провести качественную реакцию обнаружения иона мышьяка.

4. Сущность дробного метода анализа.

5. В чем заключается сущность метода денитрации?

6. Какое значение имеет удаления окислителей для дальнейшего хода судебно-химического исследования.

7. Что такое экстракция?

8. Какими растворителями можно проводить экстракцию?

9. При отравлении сульфатом меди в какой цвет окрашивается желудок?

10. С помощью какой реакции определяют наличие окислителя в минерализате и полноту денитрации?

**Домашнее задание:**

Методы количественного определения количественных ядов.

**СРС**: Подготовка минерализата к исследованию.