

UNIVERZA V LJUBLJANI
Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo

Vaje
iz analizne kemije I
za kemijske tehnologe

ROBERT SUSIČ

Ljubljana, 2021

Kazalo

1	UVOD	5
1.1	Režim pri vajah iz analizne kemije I	5
1.2	Varnost	5
2	Slovarček analiznih in žargonskih izrazov	7
3	Osnovne dokazne reakcije za pomembnejše anorganske ione	8
3.1	Dokazna reakcija	8
3.2	Kako se torej lotiti vzorca?	9
3.3	Plamenski testi	10
3.4	pH raztopine	11
4	Reagenti	12
4.1	Skupinski reagenti	12
4.2	Selektivni reagenti za katione	17
5	Dokazne reakcije za katione	19
5.1	Litijevi ioni, Li^+	19
5.2	Natrijevi ioni, Na^+	19
5.3	Kalijevi ioni, K^+	19
5.4	Amonijevi ioni, NH_4^+	20
5.5	Magnezijevi(II) ioni, Mg^{2+}	21
5.6	Kalcijevi(II) ioni, Ca^{2+}	21
5.7	Stroncijevi ioni, Sr^{2+}	22
5.8	Barijevi ioni, Ba^{2+}	22
5.9	Kromovi(III) ioni, Cr^{3+}	23
5.10	Manganovi(II) ioni, Mn^{2+}	24
5.11	Železovi(III) ioni, Fe^{3+}	25
5.12	Nikljev(II) ioni, Ni^{2+}	25
5.13	Bakrovi(II) ioni, Cu^{2+}	26
5.14	Srebrovi(I) ioni, Ag^+	27
5.15	Cinkovi(II) ioni, Zn^{2+}	27
5.16	Živosrebrovi(II) ioni, Hg^{2+}	28
5.17	Aluminijevi(III) ioni, Al^{3+}	28
5.18	Svinčevi(II) ioni, Pb^{2+}	29
6	Dokazne reakcije za anione	30
6.1	Kloridni ioni, Cl^-	30
6.2	Jodidni ioni, I^-	30
6.3	Sulfidni ioni, S^{2-}	30
6.4	Sulfatni(VI) ioni, SO_4^{2-}	31
6.5	Sulfatni(IV) ioni, SO_3^{2-}	31
6.6	Tiosulfatni ioni, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	32
6.7	Nitratni(V) ioni, NO_3^-	32
6.8	Fosfatni(V) ioni, PO_4^{3-}	32
6.9	Karbonatni ioni, CO_3^{2-}	33
6.10	Boratni ioni, BO_2^-	33
6.11	Kloratni(I) ioni, ClO^-	34

6.12	Kloratni(V) ioni, ClO_3^-	34
6.13	Kloratni(VII) ioni, ClO_4^-	34
6.14	Kromatni(VI) ioni, CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	34
7	Vaja 1: Določitev sestave neznanemu vzorcu A	35
7.1	Naloga	35
7.2	Priprava na vajo	35
7.3	Izvedba	35
7.3.1	Varnost	35
7.3.2	Kaj določamo v vzorcu?	35
7.3.3	Določitev ionov	35
7.4	Preostanek vzorca	35
7.5	Poročilo	36
8	Vaja 2: Določitev sestave neznanemu vzorcu B	37
8.1	Naloga	37
8.2	Priprava na vajo	37
8.3	Izvedba	37
8.3.1	Delovni list	37
8.3.2	Kaj določamo v vzorcu?	37
8.3.3	Določitev ionov	37
8.4	Preostanek vzorca	38
8.5	Poročilo	38
9	Vaja 3: Določitev sestave neznanima vzorcema C in D	39
9.1	Naloga	39
9.2	Priprava na vajo	39
9.3	Izvedba	39
9.3.1	Delovni list	39
9.3.2	Kako do vzorcev	39
9.3.3	Kaj določamo v vzorcu C ?	39
9.3.4	Določitev ionov	39
9.3.5	Kaj določamo v vzorcu D ?	40
9.4	Preostanek vzorca	40
9.5	Poročilo	40
10	Vaja 4: Določitev sestave neznanima vzorcema E in F	41
10.1	Naloga	41
10.2	Priprava na vajo	41
10.3	Izvedba	41
10.3.1	Delovni list	41
10.3.2	Kaj določamo v vzorcu?	41
10.3.3	Določitev ionov	41
10.4	Preostanek vzorca	42
10.5	Poročilo	42
11	Vaja 5: Določitev sestave neznanemu vzorcu G	43
11.1	Naloga	43
11.2	Priprava na vajo	43
11.3	Izvedba	43
11.3.1	Delovni list	43

11.3.2	Kaj določamo v vzorcu?	43
11.3.3	Določitev ionov	43
11.4	Preostanek vzorca	44
11.5	Poročilo	44

1 UVOD

Generacije kemijsko šolanih ljudi so v analizno kemijo vstopale v praktikumih, kjer so se učili kvalitativne analize. Obsežni tečaji in mnogo ur dela v laboratoriju so jih privajali k robustnemu pristopu v analizi: kako z minimalnimi sredstvi v minimalnem času odgovoriti, ali analit je v vzorcu ali ne. Razvoj instrumentacije je spremenil naše pojmovanje o tem, kaj je s stališča uporabnika enostavno in kaj ne. Instrumenti, če so dobri in selektivni, ne odgovorijo le z da ali ne, ampak povedo tudi nekaj o koncentraciji oziroma množini. Odgovorijo torej na vprašanja, ki jih postavlja kvantitativna analiza, pri kateri zremo tudi *koliko* je bilo analita v vzorcu.

Cilj tega praktikuma je usvojitev temeljnih analiznih laboratorijskih spretnosti, ne le ročnih, ampak tudi spretnosti opažanja. S tem je povezana še usvojitev preprostih postopkov separacije, izolacije, prepoznavanja pomembnejših kemikalij, spojin, ki so nepogrešljive v vsakem kemijskem laboratoriju.

Predznanje, zlasti tisto iz anorganske kemije, bo zelo pripomoglo k razumevanju analiznih postopkov in teoretsko ozadje je nujno za poglobljeno delo in inovativen pristop. Kvalitativna analiza ni nič zelo posebnega in izoliranega od ostale kemije; obravnavali bomo kemijo vodnih raztopin. Kar je posebno in značilno, je to, da nas zanima analizni vidik, da iščemo in uporabimo take reakcije, ki potečejo relativno hitro, ki potečejo čim bolj specifično (torej s čimmanj ionskimi zvrstmi), in da se pri poteku reakcije pokažejo *vidne spremembe*.

1.1 Režim pri vajah iz analizne kemije I

Dobro se je treba pripraviti za vsako vajo posebej. Osnova je seveda besedilo navodil za posamezno vajo, toda nadaljevati je treba s pregledom vseh dokaznih reakcij, ki pridejo pri vaji v poštev. Mnogokrat je smiselno pogledati v tabele, da lažje razumemo, zakaj je določen postopek tak in ne drugačen. Na samih vajah ne bo časa, da bi se poglobljali v teoretske podrobnosti, to znanje morate prinesiti s sabo.

1.2 Varnost

V laboratorijskem delovnem okolju so prisotne reaktivne snovi in zmogljivi aparati. Tako v dnevni laboratorijski rutini kot tudi zlasti v nepredvidenih okoliščinah lahko z njimi povzročimo gmotno škodo ter ogrozimo zdravje in potencialno celo življenje soudeležencev. Delo v laboratoriju se trudimo organizirati na način, ki onemogoča nastanek nezgod s hujšimi posledicami. Hkrati skušamo pasivno in aktivno omejiti tveganje za spodrsrljaje, ki vodijo v zgolj manjše škodne primere (npr. z razbito steklovino). Učimo se, kako reagirati v takih primerih, da ublažimo posledice. Študentje se z osnovami varnega dela v laboratoriju seznanijo v okviru posebnega tečaja. Tu opozarjamo le na posebnosti, ki se pojavljajo v okviru naših vaj.

Za vsak laboratorij, v katerem delate, morate vedeti, kje se nahaja zaščitna oprema tega laboratorija ter kako in za kaj jo uporabljamo: digestorij, tuš za telo, tuš za oči, omarica za prvo pomoč; kje so najbližji gasilni aparati, požarna odeja. Poznati morate pot evakuacije laboratorija in dostop do požarnega stopnišča. V vseh laboratorijih ste obvezani uporabljati osebno varovalno opremo. Oblečeni morate biti v laboratorijsko haljo in nositi varnostna očala. Pri rokovanju z jedkimi raztopinami priporočamo uporabo ustreznih zaščitnih rokavic.

Naslednji v analiznem laboratoriju pogosto izvajani postopki predstavljajo večje tveganje, zato morate opravljati pravilno in s povečano pozornostjo:

- prižiganje in ugašanje plinskih gorilnikov;
- segrevanje tekočin nad plinskim gorilnikom;

- nameščanje mešička na kapalko;
- izvajanje plamenskih reakcij;
- uporaba laboratorijske ročne centrifuge;
- razredčevanje koncentriranih reagentov;
- drobljenje kristalov s stekleno palčko.

Kemikalije so ključni del kemijskega vsakdana, zato pogosto pozabljamo, da imamo opravka z nevarnimi snovmi. Izogibamo se vsakemu neposrednemu telesnemu stiku s kemikalijami. Pretiran strah je odveč, poznati pa je treba možne posledice zaužitja, vdihovanja ali politja z neko raztopino, kakor tudi postopke in ukrepanja, ki naj temu sledijo. Uredba Evropskega sveta in Evropskega parlamenta o razvrščanju, označevanju in pakiranju snovi ter zmesi za komercialne kemikalije in pripravke od leta 2015 uveljavlja globalno usklajeni sistem za razvrščanju in označevanju kemikalij (Globally Harmonised System of Classification and Labelling of Chemicals, GHS). Ta predpisuje poenotene *stavke o nevarnosti* in *previdnostne stavke* (*angl.* Hazard Statements & Cautionary Statements). Vse to nadomešča starejši sistem 'R' in 'S' stavkov (*angl.* R – risk, S – safety statements), ki pa ga najdemo še velikokart uporabljenega na originalni embalaži. Sistema sta podobna, potrebno je poznati oba.

Pomemben vidik varnega ravnanja s kemikalijami in pripravki je zlasti njihovo odstranjevanje. Koncentriranih kemikalij in zmesi nikdar ne zlivamo v odtok ali odlagamo v običajne smetnjake! Z redkimi izjemami kemične odpadke odlagamo v posebne namenske posode, kjer jih hranimo do ustreznega uničenja.

2 Slovarček analiznih in žargonskih izrazov

Analit je spojina, element ali ionska zvrst, ki jo določamo v vzorcu.

Analizna metoda je definirana skupina postopkov, s katerimi analit v nekem vzorcu kvalitativno ali kvantitativno določimo.

Delovna operacija ali *enotska delovna operacija* je osnovni korak v (analiznem) procesu.

Dokazna reakcija ali **reakcija** ali včasih kar **dokaz** ima več pomenov. Besedna zveza označuje zaključno fazo kemijskega dokaza določene zvrsti. Dostikrat označuje hkrati tudi kemijsko enačbo za reakcijo, v kateri se direktno tvori zvrst, ki omogoči prepoznavanje. Gre za reakcijo, pri kateri nastane produkt, ki je bodisi drugače obarvan ali v drugem agregatnem stanju. *Dokazna reakcija* je hkrati tudi najenostavnejši analizni postopek. Ko rečemo, da analit (pozitivno) *reagira*, to pomeni, da reagira na viden način. Ko rečemo, da je reakcija negativna ali pa da analit ne reagira z določenim reagentom, merimo na negativni izid dokaza, ne pa na to, ali je potekla sploh kakšna reakcija ali ne.

Lažno negativen izid govori o primeru, ko se pri pravilno opravljenem analiznem postopku negativen izid, čeprav je analit prisoten. Razlog za to je lahko premajhna koncentracija analita, ali pa prisotnost neznanе interference.

Lažno pozitiven izid odraža situacijo, ko interferenca, torej motilna zvrst, zaradi previsoke koncentracije daje identičen ali zelo podoben izid, npr. rumeno oborino. Podobno lahko lažno pozitiven izid nastopi zaradi napačnega medija (pogojev), pri kateri reakcija poteče.

Interferenca ali motnja nam večinoma pomeni vsako zvrst, ki značilno vpliva na

pojavnı rezultat dokazne reakcije. Posledica motnje je lahko lažno negativen ali lažno pozitiven izid dokazne reakcije.

Meja zaznave je najnižja vsebnost (koncentracija, množina) analita v vzorcu, pri kateri ga z neko dokazno reakcijo ali metodo še lahko zaznamo. Negativni kvalitativni izid neke reakcije pomeni le to, da je analita manj, kot je njegova meja zaznave.

Pogoji označujejo sklop parametrov, ki jih lahko vsaj delno kontroliramo (temperatura, pH, tudi prisotnost določenih ionskih zvrsti ali maskirnih ligandov).

Postopek je vnaprej predpisano zaporedje delovnih operacij. Gre za torej za *proces*, ki ga načrtno vodimo.

Reagent je pripravek, spojina ali zvrst, ki jo uporabimo pri dokazni reakciji. V žargonu velikokrat rečemo, da zvrst *X* *dokažemo* z reagentom *Y*.

Selektivni reagenti so taki, ki reagirajo z omejenim številom analitov.

Skupinski reagenti so taki, ki reagirajo s širšo skupino analitov.

Specifični dokaz pravimo postopku, ki običajno vključuje ločbo ali maskiranje in izpeljavo dokazne reakcije.

Specifični reagenti so najbolj zaželeni, saj reagirajo z enim in samo enim analitom. V praksi jih skoraj ni. V žargonu dostikrat rečemo, da je reagent *specifičen*, tudi ko ga uporabimo po prehodni ločbi in je torej del *specifičnega dokaza*.

Vzorec je del tega, kar analiziramo.

3 Osnovne dokazne reakcije za pomembnejše anorganske ione

Pri tem osnovnem praktikumu kvalitativne analize kemije bodo vse za nas zanimive kemijske reakcije potekale v vodnih raztopinah oziroma iz vodnih raztopin (npr. pri plamenskih reakcijah). Obravnavali bomo torej raztopine in reakcije v njih, ker je delo z njimi najenostavnejše in ker predstavljajo neizogobno fazo v klasični analizi realnih anorganskih vzorcev.

Če analitika vprašamo, kako se lotiti vzorca s povsem *neznano sestavo*, bo odgovoril, da je to zelo *kompleksen problem*. Zamolčano bo ostalo dejstvo, da večinoma o vzorcu vendarle nekaj že vemo in je torej vzorčeva “neznatost” nepopolna. Podobno pri takem vpraševanju ni poudarjeno, da analitik v vzorcu večinoma določa prisotnost kemijskih zvrsti s končnega seznama. Kompleksnost analize je v zvezi z dolžino takega seznama. Še več, dostikrat analitik originalni vzorec povsem spremeni/pretvori/razkroji, da lahko določi zgolj izbrane komponente, včasih celo eno samo. Povejmo s primerom: čaj v filtrski vrečki je gotovo zelo kompleksen vzorec, če vprašujemo po sestavi in porazdelitvi vseh kemijskih komponent. Če pa nas zanima, koliko je npr. kalija v vzorcu, lahko čaj razkrojimo s sežigom, žarilni preostanek raztopimo v vodi in v raztopini določimo kalij. Tako poenostavljeni problem je seveda veliko lažje reševati.

Obravnavali bomo torej, ohlapno povedano, reakcije v *vodnih raztopinah*. Pri raztapljanju anorganskih soli slednje razpadejo na ione. Ti se lahko v raztopini obdajo z ligandi, za kar dostikrat zadoščajo že kar molekule vode. Opravka imamo torej z raztopinami ionov. Čeprav vemo, da gre večinoma za komplekse in ne enostavne ione kovin, v kemijskih enačbah tega posebej ne označujemo, kadar ni zares nujno, in pišemo preprosto Fe^{3+} , Zn^{2+} , Na^{+} . V splošnem se ob stiku različnih zvrsti lahko — ali pa tudi ne — pojavijo nove kemijske zvrsti. Dostikrat je homogena raztopina ionov nestabilna: pri mešanju dvoje stabilnih raztopin različnih ionov, se v združenih raztopini kombinacije ionov združujejo v večje skupke, trdno snov — nastane oborina. Ioni se lahko združijo tudi v stabilne molekule plina, ki pa ima v vodi precej omejeno topnost in se bo kmalu izločil v obliki mehurčkov. V tem smislu je treba razumeti *ohlapnost opisa*, pri katerem je bilo rečeno da gre za reakcije v vodnih oz. iz vodnih raztopin — pri obarjanju gre končno za heterogeni sistem, v katerem so reakcije potekle in morda še vedno potekajo na faznih mejah. Po drugi strani se lahko ioni združijo tudi v stabilne molekule, ki se povsem mešajo z vodo. Taka sprememba na zunaj ni vedno vidna, je pa lahko drugače zaznavna: ob združitvi npr. oksonijevih in hidroksilnih ionov v molekulo vode se sprosti toplota.

3.1 Dokazna reakcija

Tako ponavadi imenujemo postopek, ki poteka v eni sami posodi, v katero raztopini analita dodamo enega ali več reagentov po določenem vrstnem redu in nato pričakujemo neki specifični rezultat: oborino, nastanek barvnega kompleksa... Z njimi se lahko prepričamo o prisotnosti ali odsotnosti ionov v vzorcu — seveda le takih, ki so v koncentracijah ali množinah, ki vsaj dosega *meje zaznave* za ustrezno dokazno reakcijo. Dostikrat simbolično napišemo kemijsko enačbo za tako reakcijo, vendar se je treba zavedati, da jo je treba razumeti predvsem kot ekonomičen povzetek, ne pa podroben opis vsega, kar se dogaja.

Med reagenti poznamo take, ki reagirajo z velikim številom različnih analitov in jim zato pravimo *skupinski reagenti*. *Selektivni reagenti* reagirajo z ožjo skupino analitov, *specifični reagenti* pa v idealnem primeru le z enim. Ostali reagenti, ki ne vstopajo direktno v našo dokazno reakcijo, pa jih je treba vseeno dodati, vplivajo na *medij*. Z medijem predvsem označujemo koncentracijo oksonijevih ionov, torej pH in temperaturo (segrevanje). Dostikrat to poimenujemo tudi *pogoji* (npr. vroče, kislo, visoka koncentracija amonijevih ionov). S spreminjanjem pogojev

včasih povečamo selektivnost nekaterih reagentov: če torej (skupinski, selektivni) reagent pod določenimi pogoji reagira le z enim analitom, to imenujemo *specifični dokaz*.

Če naj neki proces imenujemo dokazna reakcija, mora biti njen potek oziroma nastali produkt tak, da ga lahko zaznamo z našimi čutili: največkrat z vidom, v posamičnih primerih z vohom (previdno!). Običajni vidni učinki so nastanek oborine, sproščanje plinov (izhajanje mehurčkov), tvorba obarvane koordinacijske spojine ali obarvanega analita v drugem oksidacijskem stanju. Poseben primer dokaznih reakcij so plamenski testi, kjer gre za luminescenco, to je za emisijo svetlobe zaradi elektronskih prehodov pri različnih zvrsteh in včasih tudi reakcijah v plamenu.

Pri vsaki dokazni reakciji moramo upoštevati tudi možnost motečih vplivov (interferenc), ki se na zunaj kažejo kot bodisi *lažno negativen* ali *lažno pozitiven* izid poskusa. Interferencam se izognemo bodisi s primernim reakcijskim medijem ali s predhodno ločbo (separacijo). Ločbo uporabimo tudi takrat, ko nimamo na razpolago specifičnega dokaza za določen ion. V takih primerih s kombinacijo skupinskih in selektivnih reagentov določevani ion postopoma izoliramo od ostalih in ga nato še dokažemo. Najpogostejši načini ločbe so:

- selektivno obarjanje
- selektivno raztapljanje oborine
- odparevanje
- destilacija
- ekstrakcija
- maskiranje, ki ni prava ločba, temveč postopek, pri katerem moteči ion vežemo v stabilen kompleks, ki z izbranim reagentom ne reagira več.

3.2 Kako se torej lotiti vzorca?

Vzorec si najprej ogledamo in zapišemo njegove značilnosti. Zanima nas: konsistenca (kristali, prah, amorfna trdna snov, tekočina, kaša, suspenzija, ipd.) in barva. Pri vonju smo previdni, okusa seveda ne preskušamo!

Če je vzorec trden ali kašast, ga v naslednjem koraku dobro premešamo s stekleno palčko, *homogeniziramo*. Palčko držimo 2–3 centimetre nad koncem, s katerim drobimo in mešamo svoj vzorec. Najprej zdrobimo večje kose, tako da jih stisnemo v kot med dnom in steno škatlice in jih prelomimo najprej na dvoje. Ko so vsi koščki dovolj majhni, nadaljujemo mešanje s krožnimi gibi s tem da prah hkrati pritiskamo ob rob plastične posode.

Nato poskušamo vzorec raztopiti. Ko topnosti še ne poznamo, vzamemo le majhen del kaše ali prahu, le del vzorca. Vedno najprej poskusimo s prečiščeno vodo, po potrebi ob hkratnem segrevanju in intenzivnem mešanju. Če to ne uspe, anorganske vzorce poskušamo raztopiti najprej v razredčenih, nato pa v koncentriranih kislinah in bazah. Zavedati se moramo, da lahko pri agresivnejših postopkih raztapljanja nekatere ione izgubimo (karbonat npr. se pri nakisanju pretvori v plin CO_2) ali pretvorimo v drugo zvrst. Če nas zanimajo samo nekatere komponente, se pri netopnih vzorcih lahko odločimo za ekstrakcijo, to je selektiven prenos analita v ustrezno tekočo fazo.

Z raztopino vzorca pričnemo izvajati posamezne dokazne reakcije. Po preizkušenem pristopu najprej s pomočjo skupinskih reagentov ugotovimo, iz katere skupine ionov bi lahko bil naš analit, šele nato se lotimo specifičnih dokazov. Pri vsakem posamičnem dokazu se moramo zavedati vseh možnih motenj.

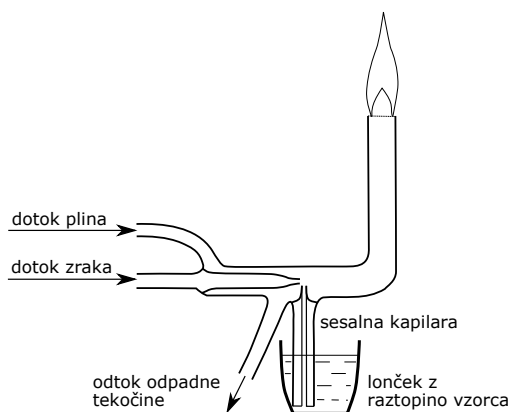
Sledi podrobnejši opis posameznih testnih postopkov za izbrano skupino nekaterih bolj pogostih anorganskih kationskih in anionskih zvrsti.

Kationi: H_3O^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Ni^+ , Cu^{2+} , Ag^+ , Zn^{2+} , Hg^{2+} , Al^{3+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} .

Anioni:

OH^- , Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, NO_3^- , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , BO_2^- , ClO^- , ClO_3^- , ClO_4^- , MnO_4^- , CrO_4^{2-} .

3.3 Plamenski testi



Slika 1: Shema gorilnika za izvajanje “plamenskih reakcij”

Plamenske teste izvajamo na več načinov. Pri prvem uporabimo platinsko ali redkeje grafitno žičko na ustreznem držalu, ki jo pomočimo v preiskovano raztopino in jo nato prežarimo v plamenu običajnega plinskega gorilnika. Lahko pa raztopino vpihujemo v reaktivno zmes posebej prirejenega gorilnika (Slika 1). Obakrat se plamen značilno obarva. Čeprav včasih to žargonsko poimenujemo kot *plamenske reakcije*, večinoma ne gre za take kemijske reakcije v plamenu, kjer bi se ob reakciji energija sprostil s oddajanjem svetlobe (kemiluminescenca). Visoka temperatura plamena pomeni visoko kinetično energijo zvrsti, ki so prisotne. Pri trkih je tako na voljo energija, ki pri nekaterih atomih zadošča, da zunanji elektroni preidejo na višji energijski nivo (sprejmejo energijo). Ta vzbujena stanja niso stabilna in pri povratku elektrona na nižje stanje se razlika v energiji izseva kot foton. Valovna dolžina izsevane svetlobe je značilna za posamezne elemente, saj vsaki zvrsti pripada enoten in značilen nabor stanj in pripadajoči seznam možnih energijskih razlik med njimi. To se kaže kot različna obarvanost plamena, ko vanj razpršujemo raztopine ionov (Tabela 1). Raztopine ionov predhodno nakisamo z razredčeno HCl.

Tabela 1: Kationi, ki jih določamo s plamenskimi testi

Kation	Obarvanost plamena
Li^+	karminska (rožnatordeča)
Na^+	rumena
K^+	vijoličasta
Ca^{2+}	opekasto rdeča (oranžnordeča)
Sr^{2+}	karminska (rožnatordeča)
Ba^{2+}	svetlo zelena
Cu^{2+}	temno zelena

3.4 pH raztopine

Z meritivijo in včasih zgolj z oceno pH ugotovimo, kateri ioni — oksonijevi ali hidroksidni — prevladujejo v raztopini. Prebitek nastane bodisi zaradi dodajanja prebitka kisline ali baze bodisi zaradi hidrolize soli šibkih kislin ali baz. Za oceno pH raztopine, torej semikvantitativno določitev pH, lahko raztopino barvnega indikatorja, z barvnim prehodom pri določenem pH (Tabela 2). Lahko pa uporabimo komercialni pH-papir. Nanj kanemo kapljico vzorca in za barvni ton, ki se razvije, poiščemo najbližjega na primerjalni barvni lestvici, kjer so zabeleženi poleg barve tudi vrddnosti pH.

Tabela 2: Ocena pH raztopine s hitrimi testi

Test	Barva v kislem	Vmesna barva	Barva v bazičnem
lakmus papir	modra \longrightarrow rdeča		rdeča \longrightarrow modra
bromtimolmodro	rumena (pH < 6.0)	$6.0 \leq \text{pH} \leq 7.6$ zelena	modra (pH > 7.6)

4 Reagenti

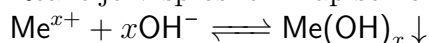
Običajno razdelimo reagente glede na nabor analitov s katerimi reagirajo. Najširše uporabni so *skupinski reagent*, manjše število analitov pa zajamejo *selektivni reagenti*.

4.1 Skupinski reagenti

V nasprotju s *skupinskimi reagenti za anione* so tisti za katione v splošni uporabi. Najpomembnejši skupinski reagenti za katione so: močna baza (NaOH ali KOH), šibka baza (NH_3), karbonatni ioni (pripravek Na_2CO_3 ali $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, fosfatni(V) ioni (Na_3PO_4 ali $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$), sulfidni ioni (H_2S , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ ali Na_2S , jodidni ioni (KI) ter oksalatni ioni ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$). Pri reakciji kationov s temi reagenti nastajajo različne obarvane zvrsti, pretežno oborine, ki razkrijejo prisotnost kationa iz ustrezne skupine. Nekatere oborine se topijo v prebitku reagenta: če na oborino ali v suspenzijo še naprej dodajamo reagent, se bo oborina raztopila, raztopina se bo zbistrila, kar je včasih zelo pomemben del dokaza. Iz Tabel 3–9 lahko razberete, kako posamezni kationi reagirajo s skupinskimi reagenti, medij in motnje pri reakciji. Navedene motnje se nanašajo samo na ionske zvrsti, ki jih obravnavamo v okviru teh vaje. Pri realnih vzorcih so torej možne še druge motnje. Od skupinskih reagentov za anione obravnavamo samo srebrove ione (AgNO_3) v Tabeli 10.

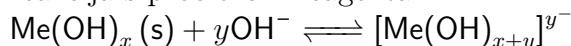
Tabela 3: Raztopina močne baze (OH^-) kot skupinski reagent za katione (navajamo le katione, kjer reakcija poteče). Vzajemno se motijo vsi kationi, ki se obarjajo z NaOH.

Reakcijo v splošnem napišemo:



potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):

reakcija s prebitkom reagenta:



Kation	Oborina	Obarvanje	Prebitek	Obarvanje	Dodatno
Mg^{2+}	$\text{Mg}(\text{OH})_2$ ^(a)	brezbarvna			segrevanje
Cr^{3+}	$\text{Cr}(\text{OH})_3$	zelena	$[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$	zelena	
Mn^{2+}	$\text{Mn}(\text{OH})_2$ ^(b)	bela			
Fe^{3+}	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	rjavordeča			
Ni^{2+}	$\text{Ni}(\text{OH})_2$	bledo zelena			
Cu^{2+}	$\text{Cu}(\text{OH})_2$	bledo modra	(c)		
Ag^+	Ag_2O	rjava			
Zn^{2+}	$\text{Zn}(\text{OH})_2$	bela	$[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$	brezbarvna	
Hg^{2+}	HgO	rumena			
Al^{3+}	$\text{Al}(\text{OH})_3$ ^(d)	brezbarvna	$[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$	brezbarvna	segrevanje
Pb^{2+}	$\text{Pb}(\text{OH})_2$	bela	$[\text{Pb}(\text{OH})_3]^-$	brezbarvna	
Bi^{3+}	$\text{Bi}(\text{OH})_3$	bela			

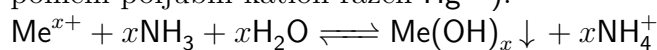
(a) oborina je slabo vidna: pred dodatkom NaOH dodamo barvilo titan rumeno, ki se veže nanjo in jo obarva.

(b) Na zraku se počasi oksidira v MnO_2 (s) rjave barve.

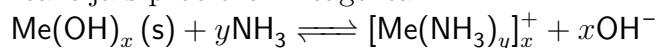
(c) Samo s koncentriranim NaOH nastane nekaj $[\text{Cu}(\text{OH})_4]^{2-}$.

(d) Oborina je slabo vidna: pred dodajanjem NaOH dodamo barvilo alizarin S, ki se veže nanjo in jo obarva.

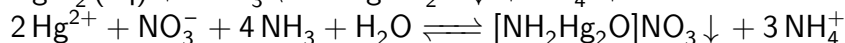
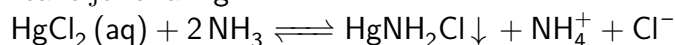
Tabela 4: Raztopina šibke baze (NH_3) kot skupinski reagent za katione (navedeni so le kationi, ki reagirajo z reagentom). Vzajemno se motijo vsi kationi, ki reagirajo z NH_3 . Splošni potek reakcije ($\text{Me}x+$ pomeni poljubni kation razen Hg^{2+}):



reakcija s prebitkom reagenta:



reakcije iona Hg^{2+} :



Kation	Oborina	Obarvanje	Prebitek	Obarvanje	Dodatno
Mg^{2+}	$\text{Mg}(\text{OH})_2^{(a)}$	brezbarvna			segrevanje
Cr^{3+}	$\text{Cr}(\text{OH})_3$	zelena			
Mn^{2+}	$\text{Mn}(\text{OH})_2^{(b)}$	bela			
Fe^{3+}	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	rjavordeča			segrevanje
Ni^{2+}	$\text{Ni}(\text{OH})_2$	bledo zelena	$[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	svetlo modra	
Cu^{2+}	$\text{Cu}(\text{OH})_2$	bledo modra	$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	temno modra	
Ag^+	Ag_2O	rjava	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$	brezbarvna	
Zn^{2+}	$\text{Zn}(\text{OH})_2$	bela	$[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	brezbarvna	
Hg^{2+}	$\text{HgNH}_2\text{Cl}^{(c)}$	bela			
Al^{3+}	$\text{Al}(\text{OH})_3^{(d)}$	brezbarvna			segrevanje
Pb^{2+}	$\text{Pb}(\text{OH})_2$	bela			
Bi^{3+}	$\text{BiOCl}^{(e)}$	bela			

(a) Oborina nastane le v odsotnosti NH_4^+ soli; je slabo vidna: pred dodatkom NH_3 dodamo barvilo titan rumeno, ki se veže nanjo in jo obarva

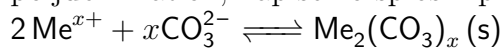
(b) Na zraku se počasi oksidira v MnO_2 (s) rjave barve.

(c) Nastane, če je v vzorcu HgCl_2 ; če je $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, nastane bela oborina $[\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{O}]\text{NO}_3$ (s).

(d) Oborina je slabo vidna: pred dodatkom NH_3 dodamo barvilo alizarin S, ki se veže nanjo in jo obarva.

(e) Nastane, če je v vzorcu BiCl_3 ; če je $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, nastane bela oborina BiONO_3 (s).

Tabela 5: Raztopina karbonata (CO_3^{2-}) kot skupinski reagent za katione (navedeni so le kationi, ki reagirajo z reagentom). Amonijakalen medij, produktov s prebitkom reagenta ni, vzajemno se motijo vsi kationi te skupine; reakcije v kislem ne potečejo. Če Me^{x+} pomeni poljubni kation, napišemo splošni potek reakcije:



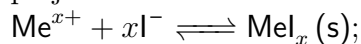
če je x deljiv z 2, je produkt $\text{Me}(\text{CO}_3)_{x/2} (\text{s})$

Kation	Oborina	Barva
Mg^{2+}	$\text{MgCO}_3^{(\text{a})}$	bela
Ca^{2+}	CaCO_3	bela
Sr^{2+}	SrCO_3	bela
Ba^{2+}	BaCO_3	bela
Cr^{3+}	$\text{CrO}(\text{OH})$	zelena
Mn^{2+}	$\text{MnCO}_3^{(\text{b})}$	bela
Fe^{3+}	$\text{FeO}(\text{OH})$	rjava
Ni^{2+}	$\text{NiCO}_3 \cdot \text{Ni}(\text{OH})_2$	bledo zelena
Ag^+	Ag_2CO_3	bela
Zn^{2+}	ZnCO_3	bela
Hg^{2+}	$\text{HgCO}_3 \cdot 2 \text{HgO}$	rumena
Al^{3+}	$\text{AlO}(\text{OH})$	bela
Pb^{2+}	PbCO_3	bela
Bi^{3+}	$(\text{BiO})_2\text{CO}_3$	bela

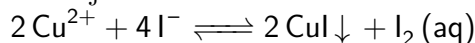
(a) Oborina nastane le v odsotnosti NH_4^+ soli, sicer se zelo počasi tvori in je ne vidimo.

(b) Na zraku se počasi oksidira v $\text{MnO}_2 (\text{s})$ rjave barve.

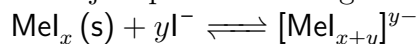
Tabela 6: Raztopina jodida (I^-) kot skupinski reagent za katione (navedeni so le kationi, ki reagirajo z reagentom). Vzajemno se motijo vsi kationi te skupine. Splošni potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation razen Cu^{2+}):



reakcija za Cu^{2+} :



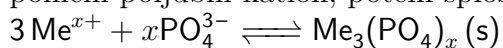
reakcija s prebitkom reagenta:



Kation	Oborina	Obarvanje	S prebitkom	Obarvanje	Medij
Cu^{2+}	$\text{CuI}^{(\text{a})}$	bela			
Ag^+	AgI	rumena			
Hg^{2+}	HgI_2	rdeča	$[\text{HgI}_4]^{2-}$	oranžna	
Pb^{2+}	PbI_2	rumena	$[\text{PbI}_4]^{2-}$	rumena	
Bi^{3+}	BiI_3	črna	$[\text{BiI}_4]^-$	oranžna	močno kislo

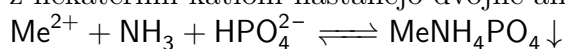
(a) Pri reakciji nastaja tudi elementarni jod (I_2), ki obarva suspenzijo rjavo.

Tabela 7: Raztopina fosfata (PO_4^{3-} ali HPO_4^{2-}) kot skupinski reagent za katione (navedeni so le kationi, ki reagirajo z reagentom). Pisava je poenostavljena in pišemo enostavne soli, čeprav gre večinoma za kristalohidrate. Vzajemno se motijo vsi kationi te skupine; v kislem je večina fosfatov topnih, amfoterne raztapljajo tudi baze. Če Me^{x+} pomeni poljubni kation, potem splošno reakcijo zapišemo:



Če je x deljiv s 3, je produkt $\text{Me}(\text{PO}_4)_{x/3} (\text{s})$.

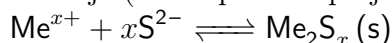
z nekaterimi kationi nastanejo dvojne amonijeve soli:



Kation	Oborina	barva	Prebitek	barva	Medij	Motnje poleg kationov iz te skupine
Mg^{2+}	MgNH_4PO_4	bela			amonijakalno	kislina
Ca^{2+}	$\text{CaHPO}_4^{(a)}$	bela			amonijakalno	kislina
Sr^{2+}	$\text{SrHPO}_4^{(a)}$	bela			amonijakalno	kislina
Ba^{2+}	$\text{BaHPO}_4^{(a)}$	bela			amonijakalno	kislina
Cr^{3+}	$\text{CrPO}_4^{(a)}$	bledo zelena			amonijakalno	kislina; močne baze
Mn^{2+}	MnNH_4PO_4	bela			nevtralno, amonijeve soli	kislina
Fe^{3+}	$\text{FePO}_4^{(a)}$	rumena	$[\text{Fe}(\text{PO}_4)_2]^{3-}$	brezbarvna	ocetno kislo do bazično	močne kisline
Ni^{2+}	$\text{NiHPO}_4^{(a)}$	bledo zelena			nevtralno	kislina; prebitek NH_3
Cu^{2+}	CuNH_4PO_4	bledo modra			nevtralno, amonijeve soli	kislina; prebitek NH_3
Ag^+	Ag_3PO_4	svetlo rumena			nevtralno	kislina; prebitek NH_3
Zn^{2+}	ZnNH_4PO_4	bela			nevtralno, amonijeve soli	močne kisline ali baze; prebitek NH_3
Hg^{2+}	$\text{HgHPO}_4^{(a)}$	bela				
Al^{3+}	$\text{AlPO}_4^{(a)}$	bela	$[\text{Al}(\text{PO}_4)_2]^{3-}$	brezbarvna	ocetno kislo do amonijakalno	močne kisline ali baze
Pb^{2+}	$\text{PbHPO}_4^{(a)}$	bela				močne baze
Bi^{3+}	$\text{BiPO}_4^{(a)}$	bela				

(a) Oborina je dejansko nedefinirana zmes fosfatov, hidrogenfosfatov in hidroksfosfatov.

Tabela 8: Raztopina sulfida (S^{2-} ali HS^-) kot skupinski reagent za katione (navedeni so le kationi, ki reagirajo z reagentom). Obarjanje moti soobarjanje vseh ostalih kationov iz skupine. Splošni potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):

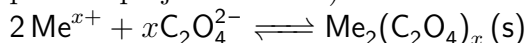


če je x deljivo z 2, je produkt $MeS_{x/2} (s)$

Kation	Oborina	Barva	Prebitok	Barva	Medij
Mn^{2+}	MnS	bledo roza			amonijakalno
Ni^{2+}	NiS	črna			amonijakalno
Fe^{2+}	$FeS^{(a)}$	črna			amonijakalno
Cu^{2+}	CuS	črna			
Ag^+	Ag_2S	črna			
Zn^{2+}	ZnS	bela			očetno kislo
Hg^{2+}	HgS	črna	HgS_2^{2-}	rumena	Na_2S
Pb^{2+}	PbS	črna			
Bi^{3+}	Bi_2S_3	rjavočrna			

(a) Če so prisotni ioni Fe^{3+} se ti najprej s sulfidnimi ioni reducirajo do Fe^{2+} , ki se nato obarja s sulfidom. Pri redukciji se sulfidni ioni oksidirajo do elementarnega žvepla, ki se izloči v obliki suspenzije ali oborine.

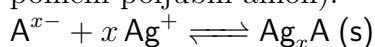
Tabela 9: Raztopina oksalata ($C_2O_4^{2-}$) kot skupinski reagent za katione (navedeni so le kationi, ki reagirajo z reagentom). Medij: amonijakalno. Pri določitvi se vsi ioni skupine vzajemno motijo. Produktov s prebitkom reagenta ni. Splošni potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):



če je x deljiv z 2, je produkt $Me(C_2O_4)_{x/2} (s)$

Kation	Oborina	Barva
Ca^{2+}	CaC_2O_4	bela
Sr^{2+}	SrC_2O_4	bela
Ba^{2+}	BaC_2O_4	bela
Mn^{2+}	MnC_2O_4	bela
Ni^{2+}	NiC_2O_4	bledo zelena
Cu^{2+}	CuC_2O_4	bledo modra
Ag^+	$Ag_2C_2O_4$	bela
Zn^{2+}	ZnC_2O_4	bela
Hg^{2+}	HgC_2O_4	bela
Pb^{2+}	PbC_2O_4	bela
Bi^{3+}	$Bi_2(C_2O_4)_3$	bela

Tabela 10: Raztopina srebrovih ionov (Ag^+) kot skupinski reagent za anione (navedeni so le anioni, ki reagirajo z reagentom). Vzajemno se motijo vsi anioni te skupine. Če medij ni razr. HNO_3 , lahko motijo (se obarjajo) še SO_4^{2-} , $S_2O_3^{2-}$, PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , BO_3^{2-} ioni. Produktov s prebitkom reagenta ni. Splošni potek reakcije (A^{x-} pomeni poljubni anion):

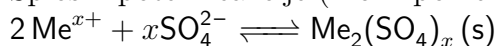


Kation	Oborina	Barva	Medij
Cl^-	AgCl	bela	razredčena HNO_3
Br^-	AgBr	svetlo rumena	razredčena HNO_3
I^-	AgI	rumena	razredčena HNO_3
S^{2-}	Ag_2S	črna	kislo

4.2 Selektivni reagenti za katione

Obravnavamo reagente, ki reagirajo z manjšim številom kationov: sulfatni(VI) ioni (Na_2SO_4), fluoridni ioni (NaF), kromatni(VI) ioni ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), heksacianoferatni(II) ioni ($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$), kloridni ioni (NaCl ali HCl). V vseh primerih gre za tvorbo oborin, ki s prebitkom reagenta ne tvorijo novih produktov. Z uravnavanjem pogojev v raztopini lahko pri nekaterih dosežemo specifični dokaz za natanko en kation. Iz Tabel 11–15 lahko ugotovite, kako posamezni kationi reagirajo s selektivnimi reagenti, motnje pri reakciji ter možnosti specifičnih dokazov.

Tabela 11: Raztopina sulfata(VI) (SO_4^{2-}) kot selektivni reagent za katione in reagent za specifične dokaze. Vse oborine so bele. Vzajemno se motijo vsi kationi iz te skupine, motijo tudi Bi^{3+} ioni. Splošni potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):

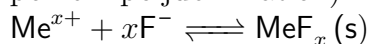


če je x deljiv z 2, je produkt $\text{Me}(\text{SO}_4)_{x/2}$ (s)

Kation	Oborina	Specifični dokaz
Ca^{2+}	$\text{CaSO}_4^{(a)}$	ni možen
Ba^{2+}	BaSO_4	da, medij: 2 M HCl
Sr^{2+}	SrSO_4	ni možen
Pb^{2+}	PbSO_4	ni možen
Ag^+	$\text{Ag}_2\text{SO}_4^{(a)}$	ni možen

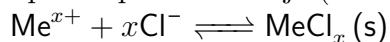
(a) Obarja se le pri visokih koncentracijah ionov.

Tabela 12: Raztopina fluorida (F^-) kot selektivni reagent za katione in reagent za specifične dokaze. Vzajemno se motijo vsi kationi iz te skupine, motijo tudi Bi^{3+} ioni. Splošni potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):



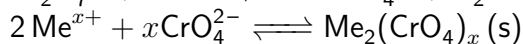
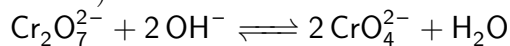
Kation	Oborina	Barva	Specifični dokaz
Mg^{2+}	MgF_2	brezbarvna	ni možen
Ca^{2+}	CaF_2	brezbarvna	da, medij: 2 M HNO_3
Ba^{2+}	BaF_2	brezbarvna	ni možen
Sr^{2+}	SrF_2	brezbarvna	ni možen
Pb^{2+}	PbF_2	brezbarvna	ni možen
Hg^{2+}	HgF_2	bela	ni možen

Tabela 13: Raztopina klorida (NaCl ali HCl) kot selektivni reagent za katione in reagent za specifične dokaze. Barva vseh oborin: bela. Kationa iz te skupine se vzajemno motita, motnja so tudi Bi^{3+} ioni. Splošni potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):



Kation	Oborina	Specifični dokaz
Ag^+	AgCl	da, oborina se raztopi v NH_3 in ponovno obori ob nakisanju
Pb^{2+}	PbCl_2	ni možen; posredni dokaz je večja topnost oborine v vročem

Tabela 14: Raztopina dikromata(VI) ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) kot selektivni reagent za katione in reagent za specifične dokaze. Vzajemno se motijo vsi kationi iz te skupine. Splošni potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):

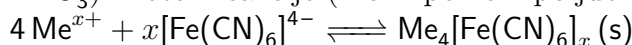


če je x deljiv z 2, je produkt $\text{Me}(\text{CrO}_4)_{x/2} (\text{s})$

Kation	Oborina	Barva	Specifični dokaz
Ba^{2+}	BaCrO_4	rumena	da, medij: 6 M NaOH
Pb^{2+}	PbCrO_4	rumena	ni možen
Ag^+	Ag_2CrO_4	oranžna	ni možen
Hg^{2+}	$\text{HgCrO}_4^{(\text{a})}$	rumena	ni možen

(a) Raztopina mora vsebovati kromat in ne dikromat, torej mora biti nevtralna do šibko alkalna

Tabela 15: Raztopina heksacianoferata(II) ($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$) kot selektivni reagent za katione in reagent za specifične dokaze. Motnje: ioni se vzajemno motijo. Specifični dokaz ni možen za nobenega od kationov. Medij za izvedbo reakcij je kislina raztopina (2 M HCl ali HNO_3). Potek reakcije (Me^{x+} pomeni poljubni kation):



Kation	Oborina	Barva
Mn^{2+}	$\text{Mn}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	bledo vijolična
Fe^{3+}	$\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$	temno modra
Ni^{2+}	$\text{Ni}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	svetlo zelena
Cu^{2+}	$\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	temno rjava
Ag^+	$\text{Ag}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	bela
Zn^{2+}	$\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$	bela
Hg^{2+}	$\text{Hg}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{(\text{a})}$	bela
Pb^{2+}	$\text{Pb}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{(\text{b})}$	bela
Bi^{3+}	$\text{Bi}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3^{(\text{c})}$	rumenkasta

(a) Nastane le, ko dodajamo Hg^{2+} v heksacianoferat, sicer dobimo nedefinirane mešanico heksacianoferatov in cianomerkuratov.

(b) Kot medij ne smemo uporabiti 2 M HCl, temveč 2 M HNO_3 , sicer se obarja beli $\text{PbCl}_2(\text{s})$.

(c) Dejansko je to oborina nedefinirane sestave, verjetno deloma posledica hidrolize Bi^{3+} .

5 Dokazne reakcije za katione

5.1 Litijevi ioni, Li^+

(a)

Plamenska reakcija, karminsko rdeč plamen.

Medij: 2 M HCl.

Motnje: Natrij lahko s svojo intenzivno rumeno prekrije karminsko rdečo litija. Stroncij daje podobno obarvanje.

Izvedba: Stroncij oborimo z dodajanjem amonijevega oksalata, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, in amonijaka, $\text{NH}_3(\text{aq})$. Centrifugiramo in oborino zavržemo. Nerazredčeno raztopino nakisamo z 2 M HCl v porcelanskem lončku in izpostavimo aspiraciji (odčrpavanju) na posebnem plinskem gorilniku. Plamen se obarva intenzivno karminsko rdeče.

(b)

Obarvanje s kalijevim železovim perjodatom.

Reagent: Raztopina kalijevega železovega iodata(VII), K_2FeIO_6 .

Reakcija:



Medij: Nevtralna do alkalna raztopina.

Motnje: Zvrsti, ki bi reducirale jodat(VII). Zvrsti, ki dajejo bodisi obarvane komplekse ali oborine z Fe^{3+} . Ostale alkalije ne motijo.

Izvedba: Dokaz izvedemo vzporedno z vzorcem in slepim vzorcem (prečiščeno vodo). V epruveto damo kapljico preiskovane raztopine, dve kapljici raztopine 2M NaCl in reagent *kalijev železov perjodat*. Segrevamo na vodni kopeli 15–20 s. V epruveti s slepim vzorcem je bistra raztopina, v epruveti z litijevimi ioni pa dobimo belo do rumenkasto oborino.

5.2 Natrijevi ioni, Na^+

Plamenska reakcija, rumen plamen

Medij: 2 M HCl.

Motnje: Najresnejša motnja je možnost, da je se je vzorec med manipulacijo kontaminiral z natrijem in dobimo lažno pozitiven rezultat.

Izvedba: Nerazredčeno raztopino nakisamo z 2 M HCl v porcelanskem lončku in izpostavimo aspiraciji (odčrpavanju) na posebnem plinskem gorilniku. Plamen se obarva intenzivno rumeno zaradi natrijevega emisijskega dubleta (pri 589 nm). Barva mora biti intenzivna in trajna.

5.3 Kalijevi ioni, K^+

(a)

Plamenska reakcija, vijoličen plamen.

Medij: 2 M HCl.

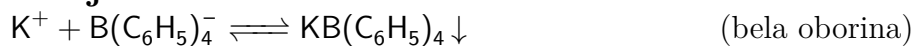
Motnje: Rumena barva natrija močno moti.

Izvedba: Nerazredčeno raztopino nakisamo z 2 M HCl v porcelanskem lončku in izpostavimo aspiraciji (izsrkavanju) na posebnem plinskem gorilniku. Plamen se obarva vijolično. Barva je šibka in v prisotnosti natrijevih ionov jo opazimo le skozi kobaltovo steklo, ki močno absorbira v okolici natrijevega emisijskega dubleta (589 nm).

(b)

Reagent: Kalignost — natrijev tetrafenilborat, $\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$.

Reakcija:



Medij: Šibko kislina do šibko bazična raztopina (2M CH_3COOH oz. raztopina CH_3COONa).

Motnje: Amonijevi ioni, NH_4^+ . Oksidanti, ki oksidirajo kalignost, kot klorove kisline (ClO_n^-), MnO_4^- , Cr^{VI} .

Izvedba: Amonijeve ioni dajo oborino popolnoma enakega videza, zato jih je potrebno predhodno odstraniti z odparevanjem v alkalnem: raztopini vzorca dodamo raztopino NaOH (2 M) in segrevamo. Postopek ponavljamo, dokler ne odstranimo vseh amonijevih ionov (preskus z Nesslerjevim reagentom). Oksidante odstranimo z redukcijo (npr. z Na_2SO_3 , preostanek reagenta odstranimo z izkuhavanjem).

Poskrbimo za ustrezn medij in dodamo prebitek reagenta. Dokaz kalijevh ionov je znatna količina goste bele oborine; malo oborine ali samo bela motnost ni dokaz.

5.4 Amonijevi ioni, NH_4^+

(a)

Dokaz primeren za višje koncentracije.

Reagent: NaOH (2 M).

Reakcije:



Motnje: Hlapne alkalije, pršiče kapljice raztopine NaOH pri segrevanju.

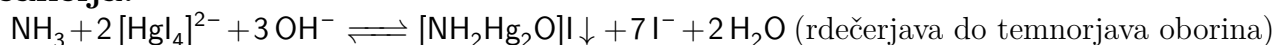
Izvedba: Raztopino vzorca damo v lonček, dodamo reagent in lonček pokrijemo z urnim steklom, na katerega smo s spodnje strani prilepili vlažen lakmus papir

(b)

Dokaz, primeren tudi za nižje koncentracije.

Reagent: Nesslerjev reagent – kalijev tetrajodomerkurat(II), $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$.

Reakcija:



Medij: NaOH (2 M).

Motnje: Vsi ioni, ki se obarjajo z OH^- , I^- ali Hg^{2+} (sulfid!).

Izvedba: Raztopini vzorca dodamo raztopino NaOH do alkalne reakcije ter nekaj kapljic reagenta. Dokaz za NH_4^+ ione je gosta rjava oborina. Če so v vzorcu prisotni moteči ioni, dokaz izvedemo tako, da raztopini vzorca v epruveti dodamo NaOH, nad ustjem epruvete pa držimo stekleno palčko s kapljico Nesslerjevega reagenta, ki se zaradi izhajajočih par NH_3 obarva rdečerjavo.

5.5 Magnezijevi(II) ioni, Mg^{2+}

Dokaz je specifičen v odsotnosti ostalih kationov, ki tvorijo netopne hidrokside z NaOH.

Reagent: 2 M NaOH, raztopina barvila *titan rumeno*.

Reakcija:



Motnje: Vsi kationi, ki tvorijo netopne oborine z NaOH (glej Tabelo 3). Oksidanti, ki oksidirajo barvilo, kot ClO^- , MnO_4^- , Cr^{VI} .

Izvedba: Ker vsi moteči kationi tvorijo netopne karbonate (glej Tabelo 5), jih oborimo z raztopino $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ v prisotnosti 2 M NH_3 — pod temi pogoji je nastanek MgCO_3 zelo počasna reakcija, kar v praksi pomeni, da Mg^{2+} ostanejo neoborjeni. Oborino karbonatov odcentrifugiramo in v raztopini dokažemo Mg^{2+} . Oksidante lahko reduciramo npr. z Na_2SO_3 , preostanek reagenta odstranimo z izkuhavanjem). Če je raztopina alkalna, jo pred nadaljevanjem nakisamo s HCl.

Raztopini vzorca dodamo 1–2 kapljici raztopine *titan rumenega*, nato še toliko 2 M raztopina NaOH, da se barvilo obarva rožnato. Segrevamo na vodni kopeli, da oborina $\text{Mg}(\text{OH})_2$ koagulira: pri nizkih koncentracijah Mg^{2+} oborino vidno kot plavajoče rožnate kosmiče.

5.6 Kalcijevi(II) ioni, Ca^{2+}

(a)

Plamenska reakcija, opekastordeč plamen.

Medij: 2 M HCl.

Motnje: Rumena barva natrija lahko moti pravilno določitev, posebej v kombinaciji z Li^+ in Sr^{2+} .

Izvedba: Nerazredčeno raztopino nakisamo z 2 M HCl v porcelanskem lončku in izpostavimo aspiraciji (izsrkavanju) na posebnem plinskem gorilniku. Plamen se obarva opekasto rdeče (oranžnordeče), dokaz je možen le v odsotnosti ionov Li^+ in Sr^{2+} .

(b)

Specifični dokaz le v odsotnosti ostalih kationov, ki tvorijo netopne oksalate.

Reagent: Raztopina amonijevega oksalata, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Medij: 2 M raztopina NH_3 .

Reakcija:



Motnje: Vsi kationi, ki tvorijo netopne oksalate (glej Tabelo 9). Oksidanti, ki oksidirajo oksalat, kot klorove kisline, MnO_4^- , Cr^{VI} .

Izvedba: Večino ionov lahko oborimo kot netopne hidrokside z 2 M NaOH. Preostale moteče ione odstranimo kot netopne kromate (Ba^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+}) oz. netopni heksacianoferat(II). Oksidante odstranimo z redukcijo (npr. s trdnim Na_2SO_3 , preostanek reagenta odstranimo z izkuhavanjem v HCl).

Raztopini vzorca potem dodamo reagent in nato 2 M NH_3 do amonijakalne reakcije (vonj!).

5.7 Stroncijevi ioni, Sr^{2+}

(a)

Plamenska reakcija, karminsko rdeč plamen.

Motnje: Motiji vsi ioni, ki dajejo plamenske reakcije. Najbolj moteč je litij, ki daje zelo podobno barvo.

Izvedba: V prisotnosti barijevih ionov raztopino nakisamo z 2 M očetno kislino in oborimo barij kot kromat, $\text{BaCrO}_4 \downarrow$ z dodajanjem raztopine kalijevega dikromata (Cr_2O_7). Nato stroncij oborimo kot oksalat, SrC_2O_4 , kar sicer storimo tudi v prisotnosti litijevih ionov, ki ostanejo v raztopini in se jih tako znebimo. Oborino ob segrevanju raztopimo v 2 M HCl jo prelijemo v čist porcelanski lonček in jo izpostavimo aspiraciji (odčrpavanju) na posebnem plinskem gorilniku. Plamen se obarva intenzivno karminsko rdeče.

(b)

Obarjanje sulfata z nasičeno raztopino CaSO_4 .

Reagent: Nasičena raztopina CaSO_4 .

Reakcija:



Medij: Nasičena raztopina kalcijevega sulfata, CaSO_4 .

Motnje: Ba^{2+} .

Izvedba: Raztopino CaSO_4 pripravimo tako da npr. raztopini kalcijevega klorida, CaCl_2 dodamo razrdečeno H_2SO_4 , centrifugiramo, zavržemo raztopino. Oborino na hitro speremo z razredčeno H_2SO_4 . Nato na oborino dodamo blizu 2 mL prečiščene vode in med segrevanjem na vodni kopeli intenzivno mešamo. Nato centrifugiramo in nasičeno raztopino prelijemo v drugo epruveto, v katero dodamo kapljico preiskovane raztopine, premešamo in segrejemo. V prisotnosti stroncijevih ionov se obarja bela oborina slabo topnega stroncijevega sulfata. Pred tem moramo odstraniti barijeve ione, kar storimo tako, da jih v očetnokislem oborimo z kalijevim dikromatom ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) s katerim se obarja rumeni barijev kromat(VI), BaCrO_4 .

5.8 Barijevi ioni, Ba^{2+}

(a)

Plamenska reakcija, svetlo zelen plamen

Medij: 2 M HCl.

Motnje: Vsi kationi in anioni, ki obarvajo plamen. Posebej je treba paziti na lažni pozitivni izid ob prisotnosti bakra, ki daje temnozelen plamen v višji intenziteti, in boratov, ki prav tako obarvajo plamen zeleno.

Izvedba: Nerazredčeno raztopino nakisamo z 2 M HCl v porcelanskem lončku in izpostavimo aspiraciji (odčrpavanju) na posebnem plinskem gorilniku. Plamen se obarva bledikavo svetlo zeleno. Barva ni intenzivna in raztopina mora biti brez ionov, ki motijo.

(b)

Nastanek netopnega BaSO₄

Reagent: 2 M H₂SO₄, 2 M HCl.

Reakcija:



Motnje: Podobno reagirata stroncij in kalcij v višji koncentraciji.

Izvedba: V odsotnosti stroncija je izvedba zelo enostavna. Kapljici vzorca dodamo 2–3 kapljice 2 M HCl, premešamo in nato dodamo še par kapljic H₂SO₄. V trenutku se izloči drobnozrnata bela oborina, ob manjši koncentraciji barija nastane bel koloid. Prisotni Sr se enako obori kot sulfat. Če sulfat večkrat speremo z 2 M HCl in ga nato kuhamo z Na₂CO₃ se stroncijev sulfat pretvori v karbonat, sulfat pa sprosti v raztopino, ki jo zavržemo. Dobro sprano oborino nato ponovno nakisamo z HCl, pri čemer se stroncijev karbonat razkroji in stroncijevi ioni preidejo v raztopino. Barijev sulfat pri tem ne reagira in ostane ves čas neraztopljen.

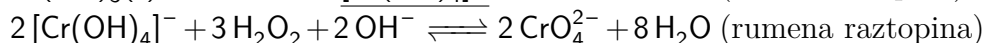
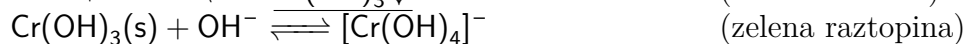
5.9 Kromovi(III) ioni, Cr³⁺

Dokaz gre v dveh korakih

1. stopnja

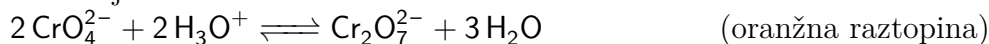
Reagent: Vodikov peroksid, H₂O₂ najprej v alkalnem, nato nakisamo.

Reakcije:

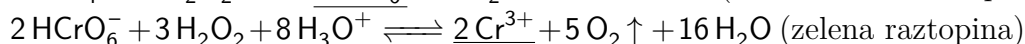
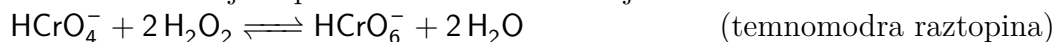


2. stopnja

Po nakisanju dobimo oranžni dikromat:



Reakcija je povratna in v raztopini sta prisotni obe zvrsti. Ob prisotnosti vodikovega peroksida v kislem hitro stečejo zaporedno še te dve reakciji:



Medij: Koncentrirana raztopina NaOH (6 M), nato razredčena H₂SO₄.

Motnje: Samo kromovi(III) ioni dajejo tako zaporedje obarvanj.

Izvedba: Raztopini vzorca dodajamo koncentrirano NaOH po kapljicah, da se sprva pojavi oborina, ki se raztopi v prebitku reagenta. Dodamo kapljico H₂O₂ in kuhamo do rumene raztopine, nato ohladimo, nakisamo z razredčeno H₂SO₄, spet ohladimo in dodamo kapljico H₂O₂. Pojavi se intenzivno temnomodro obarvanje, ki se nato razbarva v svetlo zeleno. Če pri oksidaciji Cr³⁺ do Cr⁶⁺ v alkalnem nismo razkrojili prebitka H₂O₂, se bo temnomodro obarvanje pojavilo takoj po dodatku H₂SO₄.

Posebnosti: Dokaz lahko uporabimo tudi za kromatne(VI) ione od ustreznega koraka dalje. Reakcija je uporabna tudi kot občutljiv test za vodikov peroksid, H₂O₂.

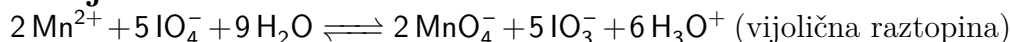
5.10 Manganovi(II) ioni, Mn^{2+}

(a)

Dokaz v kislem mediju.

Reagent: kalijev jodat(VII), KIO_4 .

Reakcija:



Medij: Kapljica H_3PO_4 (konc.), raztopina HNO_3 (2 M), segrevanje brez mešanja.

Motnje: Visoka koncentracija kloridnih ionov.

Izvedba: Kloride, če so prisotni v izredno visoki koncentraciji, odstranimo z uparevanjem raztopina vzorca s HNO_3 ; običajnon to ni potrebno.

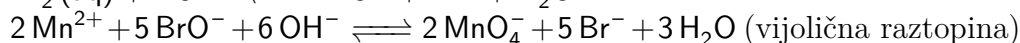
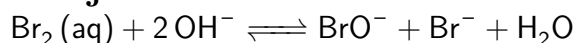
Kapljici raztopine vzorca dodamo trdni KIO_4 , kapljico H_3PO_4 (koncentrirane) in blizu 0.5 mL 2 M HNO_3 , nato segrevamo na vodni kopeli 10 min, brez mešanja. Pozitiven dokaz je, da se raztopina obarva vijolično.

(b)

Dokaz v alkalnem mediju

Reagent: Natrijev bromat(I), NaBrO , v alkalni raztopini (oziroma raztopina Br_2 v NaOH , bromovica).

Reakcije:



Medij: Koncentrirana raztopina NaOH , ioni Cu^{2+} (raztopina CuSO_4) kot katalizator.

Motnje: Reakcija je robustna in je drugi ioni razen zelo visoke koncentracije klorida ne motijo. Če dodamo premalo bromovice in v prisotnosti ionov Bi^{3+} , poteče oksidacija Mn^{2+} le do MnO_4^{2-} (zelene barve), če ne dodamo katalizatorja Cu^{2+} , pa le do $\text{MnO}_2(\text{s})$ (rjava oborina).

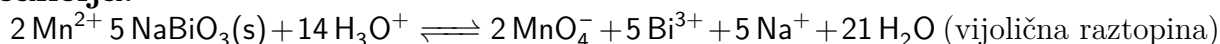
Izvedba: Reakcijo izvajamo v večji epruveti. Vanjo damo pribl. kapljico raztopine vzorca, kapljico raztopine CuSO_4 , 2 mL koncentrirane raztopine NaOH in skoraj do vrha epruvete bromovice. Segrevamo na vodni kopeli 10–15 min. Pozitiven dokaz je vijolično obarvanje raztopine (ioni MnO_4^-).

(c)

Hitri dokaz v kislem mediju

Reagent: Natrijev bizmutat(V), NaBiO_3 .

Reakcija:



Medij: 2 M HNO_3 .

Motnje: Zelo visoke koncentracije kloridnih ionov.

Izvedba: Kapljici vzorca dodamo ščepec rumenega natrijevega bizmutata(V), NaBiO_3 , dodamo blizu 1 mL 2 M HNO_3 , primešamo, segrejemo na vodni kopeli (blizu 30 sekund), centrifugiramo. V prisotnosti manganovih ionov se pojavi intenzivna vijolična barva manganatnih(VII) ionov, MnO_4^- .

5.11 Železovi(III) ioni, Fe^{3+}

(a)

Nastanek rdečih kompleksov s tiocianatom

Reagent: Tiocianatni ioni, SCN^- .

Reakcija:



Medij: Kislo (HCl).

Motnje: Ag^+ ioni se obarjajo s tiocianatom.

Izvedba: Prisotne ione Ag^+ z dodatkom 2 M HCl odstranimo kot oborino $\text{AgCl}(s)$.

Raztopino vzorca nakisamo z 2 M HCl, dodamo za noževno konico trdnega KSCN ali NH_4SCN , premešamo. Pozitiven dokaz je temnordeče obarvanje raztopine.

(b)

Nastanek barvila berlinsko modro

Reagent: Raztopina kalijevega heksacianoferata(II), $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$.

Reakcija:



Medij: Razredčena raztopina HCl.

Motnje: Pri visoki koncentraciji Fe^{3+} modra barva prekrije vse, sicer pa motijo kationi, ki se tudi obarjajo s heksacianoferatom(II), to pa je veliko dvovalentih kationov, kot Cu^{2+} , Ni^{2+} ...

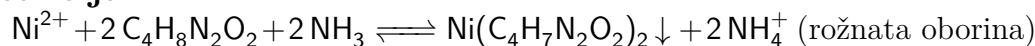
Motijo tudi oksidanti, ki lahko oksidirajo del heksacianoferata(II) v heksacianoferat(III). Slednji razpade in daje že sam berlinsko modro.

Izvedba: Morebitne bakrove ione tako, da raztopini dodamo amonijak v presežku. Pri tem se železo obarja kot $\text{Fe}(\text{OH})_3$, od koder lahko ves baker ekstrahiramo z NH_3 . Oborino potem raztopimo z nekaj kapljicami razredčene HCl, dodamo nekaj kapljic heksacianoferata(II). V trenutku dobimo gosto suspenzijo ali celo oborino barvila *berlinsko modro*. Oborina se pogosto zažre v stekleno epruveto, ki jo je potem potrebno očistiti s HCl (1:1).

5.12 Nikljevi(II) ioni, Ni^{2+}

Reagent: Dimetilglioksim – DMG, $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$.

Reakcija:



Medij: Šibko kislo do šibko alkalno (raztopina NH_3 ali CH_3COOH 2 M).

Motnje: Bakrovi(II) ioni dajejo rjavo raztopino. Moti tudi Pd^{2+} , ki pa ga teh vajah ne uporabljamo.

Izvedba: Motnjo prisotnih bakrovih ionov preprečimo z maskiranjem v kompleks $[\text{Cu}_2(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{2-}$: raztopini vzorca dodamo ravno toliko NH_3 , da se oborina $\text{Ni}(\text{OH})_2$ in $\text{Cu}(\text{OH})_2$ raztopi in dobimo intenzivno modro raztopino. Po kapljicah in med mešanjem dodajamo raztopino $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ do spremembe barve raztopine v zelenomodro. Raztopini nato dodajamo po kapljicah 2 M oetno kislino do razbarvanja, nato pa dimetilglioksim.

V odsonosti bakrovih ionov v raztopini vzorca z dodajanjem raztopine NH_3 ali CH_3COOH ustvarimo ustrezne pogoje (pH), nato dodamo par kapljic raztopine DMG. Rožnata oborina pomeni pozitiven dokaz.

5.13 Bakrovi(II) ioni, Cu^{2+}

(a)

Plamenska reakcija, temnozelen plamen.

Medij: 2 M HCl.

Motnje: Rumena barva natrija moti.

Izvedba: Nerazredčeno raztopino nakisamo z 2 M HCl v porcelanskem lončku in izpostavimo aspiraciji (izčrpavanju) na posebnem plinskem gorilniku.

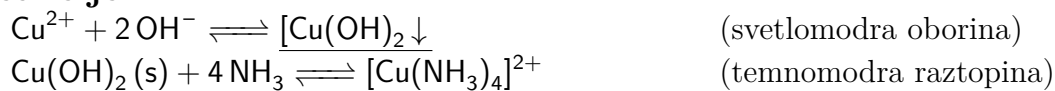
Posebnosti: Plamenska reakcija ni posebno uporabna, saj so raztopine bakrovih ionov že same po sebi obarvane. Obarvanost ni zelo intenzivna in potrebujemo znatno koncentracija Cu^{2+} .

(b)

Nastanek temnomodrega kompleksa $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ s prebitkom NH_3 (glej Tabela 4).

Reagent: Raztopina NH_3 .

Reakcije:



Medij: Raztopina 2 M NH_3 .

Motnje: Ni^{2+} daje pri istih pogojih svetlomodro obarvan amin kompleks, podobno kot nizka koncentracija Cu^{2+} .

(c)

Nastanek bele oborine CuI in I_2 s KI ob odsotnosti drugih ionov, ki reagirajo z jodidom (glej Tabela 6).

Reakcija:



Medij: Razredčena kislina.

Motnje: Kationi, ki tvorijo netopne oborine ali topne komplekse z jodidom (glej Tabela 6), Fe^{3+} , oksidanti.

Izvedba: Oksidante odstranimo z redukcijo (npr. s trdnim Na_2SO_3 , preostanek reagenta odstranimo z izkuhavanjem). Moteče katione oborimo z 2 M HCl (Ag^+) oz. s prebitkom 2 M NH_3 (Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Fe^{3+}). Oborino odstranimo s centrifugiranjem, raztopino, ki vsebuje amino kompleks bakrovih ionov, nakisamo z 2 M CH_3COOH (vonj!) in dodamo KI .

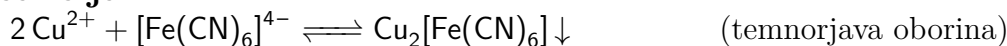
Ob odsotnosti motenj nakisamo raztopino vzorca z očetno kislino. Dodamo raztopino KI , pozitiven dokaz je rjava suspenzija. Če vanjo po kapljicah dodajamo raztopino $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, rjavo obarvanje raztopine izgine (redukcija I_2 do I^-) in postane vidna bela oborina CuI .

(d)

Dokaz s heksacianoferatom(II).

Reagent: Kalijev heksacianoferat(II), $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Reakcija:



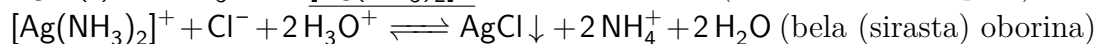
Motnje: Vsi ioni, ki se obarjajo s $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, zlasti UO_2^{2+} , ki daje oborino rdečerrjave barve.

Izvedba: Preiskovano raztopino nakisamo z 2 M HCl in dodamo raztopino $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Dobimo rjavo oborino ali rjavo suspenzijo.

5.14 Srebrovi(I) ioni, Ag^+

Reagent: Kloridni ioni, Cl^- .

Reakcije:



Motnje: Svinčevi(II) in bizmutovi(III) ioni dajejo belo oborino.

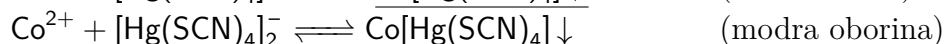
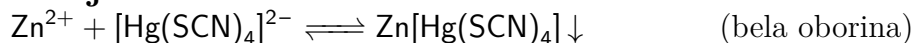
Medij: Raztopina HNO_3 (2 M), nato NH_3 (2 M), nato spet HNO_3 (2 M).

Izvedba: Svinčeve in bizmutove ione odstranimo z obarjanjem z NH_3 . Raztopini vzorca dodamo raztopino HNO_3 (2 M) in kloridne ione (npr. 22 M HCl). Nastalo belo oborino odcentrifugiramo, raztopino nad oborino odstranimo in na oborino dodamo 2 M raztopino NH_3 ter mešamo, da se raztopi. Raztopino ponovno nakisamo z 2 M HNO_3 in spet se pojavi bela oborina.

5.15 Cinkovi(II) ioni, Zn^{2+}

Reagent: tetratiocianatomerkurat(II), $[\text{Hg}(\text{SCN})_4]^{2-}$.

Reakcije:



Medij: Očetno kislino, CoSO_4 za obarvanje kristalov.

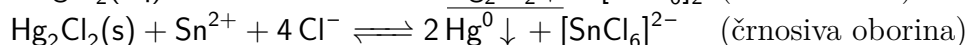
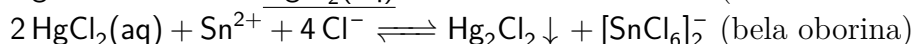
Motnje: Železovi(III) ioni dajejo z SCN^- temnordečo raztopino.

Izvedba: Raztopini vzorca dodamo očetno kislino (2 M), kapljico raztopine CoSO_4 in reagent. Kmalu (po nekaj sekundah) se v prisotnosti Zn^{2+} pojavijo intenzivno modri kristali. Če se pojavi malo oborine šele po daljšem času (5–10 min), to ni pozitiven dokaz za Zn^{2+} . Prisotne moteče ione odstranimo z obarjanjem z NH_3 . Ob cepljenju s kobaltovimi solmi nastanejo intenzivno obarvani mešani kristali pastelno modre barve.

5.16 Živosrebrovi(II) ioni, Hg^{2+}

Reagent: kositrovi(II) ioni, Sn^{2+} .

Reakcije:



Medij: Koncentrirana HCl.

Motnje: Ag^+ .

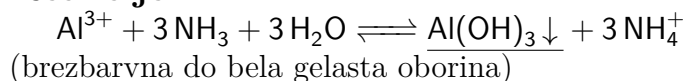
Izvedba: Raztopini vzorca dodamo koncentrirano HCl. Ob prisotnosti Ag^+ se pojavi oborina $\text{AgCl}\downarrow$, ki jo odstranimo pred nadaljevanjem dokaza. Nato pa po kapljicah med mešanjem dodamo raztopino Sn^{2+} , da se pojavi bela oborina, ki nato posivi in končno počrni (včasih šele ob segrevanju).

5.17 Aluminijevi(III) ioni, Al^{3+}

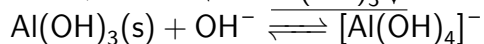
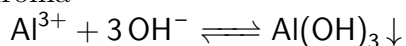
Specifični dokaz v odsotnosti kationov, ki tvorijo netopne hidrokside z NH_3

Reagent: 2 M raztopina NH_3 oziroma 2 M raztopina NaOH, NH_4Cl in raztopina barvila, bodisi *alizarin S* bodisi *krom azurol S*.

Reakcije:



oziroma



Medij: Razredčena očetna kislina za alizarin S. Amonijak/amonijev kloridni pufer za krom azurol S. V obeh primerih medij pripravimo znotraj samega postopka, in sicer šele na koncu.

Motnje: Vsi kationi, ki tvorijo netopne hidrokside z NH_3 (glej Tabelo 4) razen Mg^{2+} , ki zaradi visoke koncentracije NH_4^+ ionov ne tvori oborine $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

Izvedba: Morebitne motnje odstranimo jih z obarjanjem z S_2^- (Mn^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Ag^+ , Zn^{2+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+}). Nato s koncentrirano NaOH oborimo (Fe^{3+}). Kromovi(III) ioni tvorijo s koncentriranim NaOH kompleks $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$, ki ga s H_2O_2 oksidiramo do kromata(VI) — gl. dokaz za kromove(III) ione. Kromat(VI) se z NH_3 ne obarja.

(a)

Oborino obarva Alizarin S.

Raztopini vzorca dodamo prebitek 2 M NaOH, nato kapljico raztopine *alizarin S*, prebitek trdnega NH₄Cl ter segrevamo na vodni kopeli. Dodamo še 2 M CH₃COOH do kisle reakcije (vonj!) ter segrevamo, da se pojavi opečnata kosmičasta oborina.

(b)

Oborino obarva Krom azurol S.

Raztopini vzorca dodamo prebitek 2 M NaOH, kapljico raztopine *kromi azurol S* razredčimo z deionizirano vodo do polovice epruvete, eno kapljico dodamo v preiskovano raztopino in premešamo. Dodamo prebitek trdnega NH₄Cl ter segrevamo na vodni kopeli. V prisotnosti aluminijevih ionov se ob gladini raztopine pojavijo vijolični kosmiči, ki jih lahko s centrifugiranjem spravimo na dno epruvete.

5.18 Svinčevi(II) ioni, Pb²⁺

Specifični dokaz v odsotnosti ionov, ki reagirajo z jodidom.

Reagent: Raztopina KI (2 M).

Reakcije:



Reakcija s presežkom poteče do kompleksa



Medij: Razredčena očetna kislina.

Motnje: Kationi, ki tvorijo netopne oborine ali topne komplekse z jodidom (glej Tabelo 6), Fe³⁺, oksidanti.

Izvedba: Morebitne oksidante odstranimo z redukcijo (npr. z Na₂SO₃, preostanek reagenta odstranimo z izkuhavanjem). Moteče katione oborimo s koncentrirano NaOH (Ag⁺, Hg²⁺, Cu²⁺, Bi³⁺, Fe³⁺). Oborino odstranimo s centrifugiranjem, raztopino, ki vsebuje hidroksido kompleks svinčevih ionov, nakisamo s koncentrirano CH₃COOH (vonj!) in dodamo KI.

Raztopina vzorca mora biti očetno kislina. Dodamo raztopino KI in v prisotnosti Pb²⁺ se pojavi živo rumena oborina, ki se raztopi ob nadaljnjem dodatku KI v rahlo rumeno raztopino.

6 Dokazne reakcije za anione

6.1 Kloridni ioni, Cl^-

Reagent: Srebrovi(I) ioni, Ag^+ .

Reakcije: Gre za iste dokazne reakcije kot pri dokazu Ag^+ .



Medij: Raztopina HNO_3 (2 M), nato NH_3 (2 M), nato spet HNO_3 (2 M).

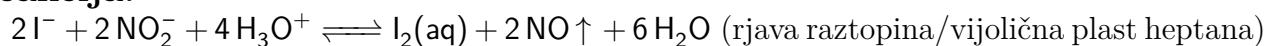
Motnje: V kislem se obarjajo še bromidni in jodidni ioni.

Izvedba: Raztopini vzorca dodamo raztopino HNO_3 (2 M) in raztopino AgNO_3 . Če barva oborine potegne na rumeno, bi lahko bil to bodisi AgI in v manjši meri AgBr . Centrifugiramo in dekantiramo, tako da je v epruveti zgolj oborina. Po potrebi oborino speremo z 2 M raztopino HNO_3 . Na dekantirano oborino dodamo raztopino amonijaka, dobro premešamo in odcentrifugiramo. AgBr(s) se v amonijaku raztaplja zelo počasi, AgI(s) pa sploh ne. Če je oborine veliko, lahko uporabimo koncentriran amonijak. Raztopino nad oborino (ekstrakt) prenesemo v drugo epruveto in nakisamo z 2 M HNO_3 . V prisotnosti klorida ponovno dobimo belo oborino srebrovega klorida.

6.2 Jodidni ioni, I^-

Reagent: Nitrat(III) (trdni NaNO_2 ali KNO_2), topilo n-heptan.

Reakcija:



Medij: 2 M CH_3COOH .

Motnje: Brez motenj.

Izvedba: Raztopini vzorca dodamo par kristalčkov soli nitrata(III) in jo nakisamo z 2 M CH_3COOH (vonj!), premešamo. Če se raztopina rjava ali rumeno obarva ($\text{I}_2(\text{aq})$), dodamo približno 0.5 mL n-heptana in stresamo. Plast organskega topila (zgoraj) se obarva vijolično (I_2 v organskem topilu).

Posebnosti: Jodidne ione lahko dokažemo tudi kot netopne soli nekaterih kationov. Zanimivi so zlasti beli CuI , rumeni PbI_2 , rumeni AgI netopen v NH_3 .

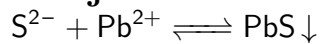
6.3 Sulfidni ioni, S^{2-}

(a)

Dokaz s svinčevimi ioni

Reagent: Raztopina svinčevega acetata, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.

Reakcija:



IIbarvačna oborina

Medij: Originalna raztopina vzorca.

Motnje: Ob pravilni izvedbi dokaza jih ni.

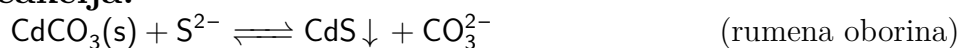
Izvedba: Košček filtrirnega papirja omočimo s kapljico raztopine svinčevega acetata. Počakamo 30 sekunda, da se raztopina porazdeli po papirju. Nato kanemo na mokri del kapljico vzorca. Ob prisotnosti sulfida se pojavi črna packa.

(b)

Obarjanje rumenega kadmijevega sulfida

Reagent: CdCO_3 oz. kadmijev(II) kation, ki tvori oborino z S^{2-} (gl. Tabela 8).

Reakcija:



Motnje: Ob pravilni izvedbi dokaza jih ni.

Izvedba: Raztopini vzorca dodamo trdni CdCO_3 , ki je bele barve. Premešamo in centrifugiramo. V prisotnosti S_2^- nastane rumena oborina CdS , sicer oborina ostane bela.

Posebnosti: Če želimo odstraniti ves sulfid iz raztopine, ponavljamo naslednji postopek: (a) raztopini dodamo trdni CdCO_3 , (b) mešamo in kuhamo, (c) centrifugiramo in dekantiramo. Zaporedje (a), (b), (c) ponavljamo, dokler se beli kadmijev karbonat ob dodatku v raztopino niti malo ne obarva rumeno, ampak ostane snežno bel.

6.4 Sulfatni(VI) ioni, SO_4^{2-}

Reagent: Barijev klorid, BaCl_2 (2M).

Reakcija:



Medij: Raztopina HCl.

Motnje: Ob pravilni izvedbi dokaza jih ni.

Izvedba: Raztopino vzorca nakisamo z 2 M HCl. Raztopini dodamo 2 M raztopino BaCl_2 . Pozitiven dokaz je pojav bele oborine.

6.5 Sulfatni(IV) ioni, SO_3^{2-}

Reagent: Raztopina natrijevega nitrozopentacianoferata, $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$.

Reakcija:

Natančna sestava produkta ni znana, zato reakcije ne podajamo.

Medij: 2 M CH_3COOH , trdni ZnSO_4 , raztopina $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Motnje: Sulfidni ion daje z reagentom vijoličen kompleks v alkalni raztopini.

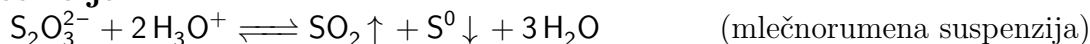
Izvedba: Sulfid z obarjanjem s trdnim CdCO_3 ; glej dokaz za sulfidne ione. Oborino CdS odcentrifugiramo, raztopino prenesemo v čisto epruveto in ponavljamo postopek, dokler niso sulfidni ioni odstranjeni, kar vidimo po tem, da dodani trdni CdCO_3 ostane bel.

Raztopino vzorca nakisamo z 2 M CH_3COOH (vonj!), dodamo prebitek reagenta, žličko trdnega ZnSO_4 . Premešamo. Dodamo še 1–2 kapljici raztopina $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, premešamo. Nastane blede rožnata oborina in izrazito mesno rožnata raztopina.

6.6 Tiosulfatni ioni, $S_2O_3^{2-}$

Reagent: Raztopina HCl (2 M) ali druga razredčena kislina.

Reakcija:



Motnje: Sulfidni ioni.

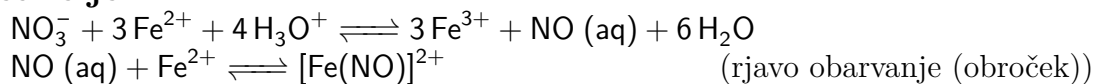
Izvedba: Če so prisotni sulfidni ioni jih pred izvedbo dokaza za tiosulfat odstranimo s trdnim $CdCO_3$; glej dokaz za sulfidne ione. Oborino CdS odcentrifugiramo, raztopino prenesemo v čisto epruveto in ponavljamo postopek, dokler niso sulfidni ioni odstranjeni, kar vidimo po tem, da dodani trdni $CdCO_3$ ostane bel.

Raztopino vzorca nakisamo in segrevamo na vodni kopeli. Izloči se elementarno žveplo kot (svetlo) rumena suspenzija, izhajajo mehurčki SO_2 .

6.7 Nitratni(V) ioni, NO_3^-

Reagent: Železov(II) sulfat, $FeSO_4$, razredčena H_2SO_4 (2M), koncentrirana H_2SO_4 .

Reakcije:



Medij: Raztopina H_2SO_4 (2 M).

Motnje: Kationi in anioni, ki so v raztopini močno obarvani, Nitrat(III), NO_2^- .

Izvedba: Obarvane katione oborimo kot hidrokside ali karbonate in jih odcentrifugiramo. Raztopino prenesemo v čisto epruveto, previdno nakisamo in ohladimo. Nitrita v naših vzorcih ne bomo imeli. Razkrojimo ga lahko z redukcijo z jodidom v rahlo kisllem.

Raztopini vzorca dodamo 2 M raztopino H_2SO_4 ter trdni $FeSO_4$. Previdno ob steni nagnjene epruvete dolivamo koncentrirana H_2SO_4 in pazimo, da se raztopini ne premešata. Ob prisotnosti nitrata se na stični površini raztopin pojavi rjav obroček.

6.8 Fosfatni(V) ioni, PO_4^{3-}

Reagent: Magnezijevi(II) ioni, Mg^{2+} , amonij.

Reakcija:



Medij: Raztopina NH_3 .

Motnje: Podobno reagira arzenat(V).

Izvedba: Raztopini vzorca dodamo Mg^{2+} ione v amonijakalnem pufu ("Mg mikstura") ter 2 M NH_3 do amonijakalnega (vonjl). Pozitiven dokaz je pojav bele kristalinične oborine.

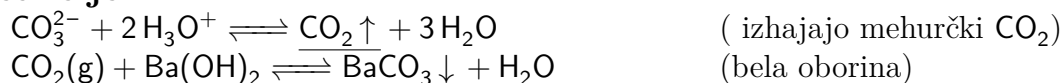
Če se oborina pojavi, vendar nismo prepričani ali je kristalinična ali ne, lahko dodamo toliko HCl, da se ravno raztopi in jo pnovno previdno oborimo. Po kapljicah med mešanjem dodajamo $NH_3(aq)$ do prve motnosti. Kuhamo. Nato postopno ponavljamo naslednje: dodamo kapljico $NH_3(aq)$, premešamo, kuhamo. Kristalinično oborino prepoznamo po tem, da se pri premešanju useda na dno epruvete in se ne lepi kot gel na stene epruvete.

6.9 Karbonatni ioni, CO_3^{2-} .

Reagent: Razredčena kislina in barijev hidroksid, $\text{Ba}(\text{OH})_2$.

Motnje: Ob pravilni izvedbi dokaza jih ni.

Reakcije:



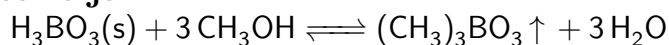
Izvedba: Najprej naredimo grobi preskus na urnem steklu, kamor damo malo vzorca in nakisamo s par kapljicami HCl . Če se pri tem razvijajo mehurčki, oziroma se preiskovana raztopina/kaša peni, nadaljujemo z zahtevnejšim, bolj specifičnim dokazom.

Specifični dokaz izvedemo v posebni kiveti, ki je pokrita s plastičnim pokrovom z dvema odprtinama in skožnikom, ki zadržuje stekleno palčko z zanko na koncu. Stekleno palčko omočimo, da jo lahko gladko premikamo vzdolž osi. V uho palčke kanemo kapljico raztopine $\text{Ba}(\text{OH})_2$. V suho kiveto damo nekaj vzorca in jo pokrijemo s tako pripravljenim pokrovom. Kiveto držimo v vertikalnem položaju in uho na palčki približamo dnu kivete. Nato skozi večjo odprtino damo nekaj kapalk HCl , da ob steni kivete zdrsi do vzorca. V prisotnosti karbonatov bistra raztopina, ki prekriva ušesce, pomotni — postane čisto mlečnega izgleda.

6.10 Boratni ioni, BO_2^-

Reagent: metanol, CH_3OH .

Reakcija:

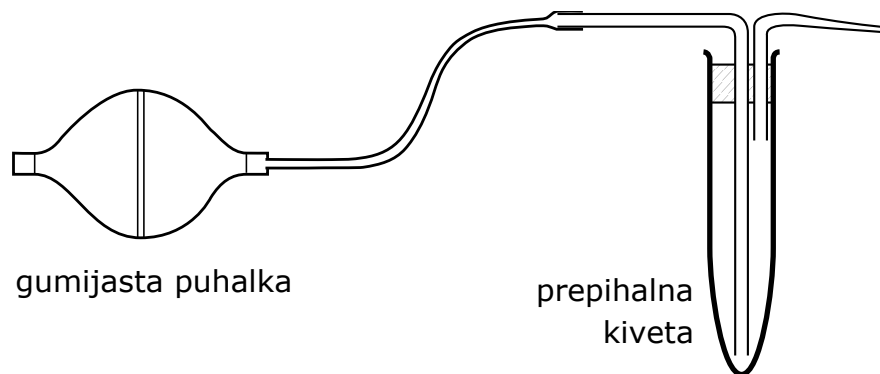


Medij: Koncentrirana H_2SO_4 .

Motnje: Ob pravilni izvedbi dokaza jih ni.

Izvedba: Reakcijo izvajamo izključno s trdnim vzorcem. Če dobimo raztopino, jo je predhodno izpariti in izsušiti v izparilnem lončku.

V posebej oblikovano, suho epruveto damo ščepec suhega vzorca. Nato dodamo blizu 1 mL metanola (CH_3OH) in nato še po kapljicah in med mešanjem blizu 1 mL koncentrirane H_2SO_4 . Epruveto zapremo z zamaškom, skozi katerega vodita dve cevki. Na cevki, ki bo segala v raztopino naj bo nataknjena pihalna žogica, s katero nato preprihavamo vsebino epruvete in pare vodimo v plamen plinskega gorilnika. V prisotnosti borata se tvori metilni ester borove kisline, ki je hlapen in gori z zelenim plamenom.



Slika 2: Priprava za določanje borata

6.11 Kloratni(I) ioni, ClO^-

Reagent: Raztopina barvila indigo rdeče.

Medij: 2 M raztopina NaOH.

Izvedba: Zelo razredčeno raztopina barvila indigo rdeče (modro obarvanje) v epruvetki naalkalimo z 2 M NaOH, da se rumeno obarva. Po kapljicah in med mešanjem ji dodajamo razredčeno raztopino vzorca. Dokaz je razbarvanje barvila (rumeno obarvanje izgine).

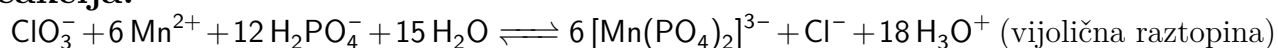
Motnje: Klorat(V), ki pa razbarvata barvilo le v kisli raztopini.

Posebnosti: Ker klorat(I) spontano disproporcionira (reakcija spodaj), so v raztopini vzorca vedno prisotni tudi kloratni(V) in kloridni ioni. Disproporcionacija: $3 \text{ClO}^- \rightleftharpoons 2 \text{Cl}^- + \text{ClO}_3^-$.

6.12 Kloratni(V) ioni, ClO_3^-

Reagent: Zmes koncentrirana H_3PO_4 in nasičene raztopina MnSO_4 (1:1).

Reakcija:



Motnje: Ob pravilni izvedbi dokaza jih ni.

Izvedba: Raztopini vzorca v epruvetki dodamo enak volumen reagenta in segrevamo na vodni kopeli 5 min. Pozitiven dokaz: raztopina se obarva vijolično.

6.13 Kloratni(VII) ioni, ClO_4^-

Reagent: Raztopina barvila metilen modro.

Medij: Dodatek trdnega ZnSO_4 .

Motnje: Ob pravilni izvedbi dokaza jih ni.

Izvedba: Raztopini vzorca dodamo trdni ZnSO_4 in 3–4 kapljice barvila. Premešamo in počakamo nekaj minut. Modra barva preide v vijolično, pri višjih koncentracijah analita se izločijo vijolični kristali.

6.14 Kromatni(VI) ioni, CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

Dokazne reakcije so enake kot pri dokazu kromovih(III) ionov.

7 Vaja 1: Določitev sestave neznanemu vzorcu A

7.1 Naloga

Današnja naloga vključuje prevzem laboratorija, spoznavanje varnostne infrastrukture in določitev sestave vzorca A.

7.2 Priprava na vajo

Preberite razdelek 3 in navodila za tekočo vajo.

V Tabeli 1 poiščite podatke o plamenskih testih za določevane katione. Razmislite, pri katerih kombinacijah gornjih kationov in anionov bi bila raztopina močno kislá, šibko kislá, nevtralna, šibko bazična in močno bazična. V Tabelah 3–9 in 11–15 poiščite podatke o skupinskih in selektivnih reagentih za določevane katione. V Tabeli 10 poiščite podatke o skupinskih reagentih za določevane anione. Poiščite specifične reagente in dokaze za določevane ione.

7.3 Izvedba

7.3.1 Varnost

Skicirali si boste laboratorij in označili mesta varnostne infrastrukture, to je tušev za oči, tuša za telo, digestorijev. Izven laboratorija je pri predalnikih (s poročili) hidrant. Desno od izhoda iz laboratorija je na steni požarna odeja. Oglejte si tudi, kje je predvidena evakuacijska pot.

7.3.2 Kaj določamo v vzorcu?

Neznani vzorec A je sol, sestavljena iz enega kationa in enega aniona.

Kationi so lahko: H_3O^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} .

Anioni so lahko: OH^- , Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , BO_2^- .

7.3.3 Določitev ionov

V škatlici s svojo zaporedno številko dobite neznani vzorec. Če je to raztopina, je zelo koncentrirana, zato zadostuje, da je za posamezno dokazno reakcijo v epruveto odvezamete le 1–2 kapljici. Majhen del trdnega vzorca raztopite v minimalni količini vode. S kvalitativnimi testi določite sestavo neznanega vzorca. Opišite spremembe, ki ste jih opazili. Opišite izid ter v ionski obliki zapišite in uredite dokazne reakcije, ki ste jih izvedli in so dale pozitiven rezultat.

Vse dokazne reakcije razen plamenskih testov izvajate v semimikro epruvetah. Pri izvajanju posamezne reakcije najprej poskrbite za ustrezní medij, nato dodajte še ustrezní reagent in opazujte spremembo. Po potrebi premešajte. Zapišite svoja opažanja.

Kolikor utegnete, izvedite čimveč dokaznih reakcij za ione, ki bi bili možni v neznanem vzorcu.

S pomočjo skupinskih, selektivnih in specifičnih reagentov ugotovite, katera dva iona sta prisotna v vzorcu. Izvajate lahko tudi plamenske teste.

7.4 Preostanek vzorca

Preostanek vzorca iz škatlice izlijemo v posodo za odpadne kemikalije. Škatlico temeljito splaknemo z navadno vodo, nato pa po potrebi očistimo še z raztopino HCl (1:1). Temu sledi splakovanje z navadno in nato še s prečiščeno vodo. Vode na posodici niti ne pivnamo ne

brišemo. Nato posodico postavimo na ustreznih pladenj, pokrovček (ki ga enako očistimo) pa postrani položimo na škatlico, tako da ta ostane ODPRTA.

7.5 Poročilo

- Poročilo oddate na listih.
- Na pol strani A4 opišite in skicirajte varnostno infrastrukturo.
- Opišite videz in vonj svojega vzorca.
- Napišite (v ionski obliki) in uredite reakcije, s katerimi ste potrdili prisotnost ionov v svojem vzorcu. Pomagajte si s tabelami in reakcijami v poglavju 5.
- Narišite odločitveni diagram svojega sklepanja pri analizi vzorca. (Primer odločitvenega drevesa je na Sliki 3).
- V rubriki **REZULTAT** napišite sestavo vzorca **A** v obliki <kation>, <anion>.
- Poročila oddate v ustrezni predal v predalniku na hodniku Katedre za analizo kemijo.

8 Vaja 2: Določitev sestave neznanemu vzorcu B

8.1 Naloga

Določite sestavo vzorca B.

8.2 Priprava na vajo

Preberite razdelek 3 in navodila za tekočo vajo.

V Tabeli 1 poiščite podatke o plamenskih testih za določevane katione. Razmislite, pri katerih kombinacijah gornjih kationov in anionov bi bila raztopina močno kislá, šibko kislá, nevtralna, šibko bazična in močno bazična. V Tabelah 3–9 in 11–15 poiščite podatke o skupinskih in selektivnih reagentih za določevane katione. V Tabeli 10 poiščite podatke o skupinskih reagentih za določevane anione. Poiščite specifične reagente in dokaze za določevane ione. Razmislite o motnjah, ki se pojavijo pri določitvi posameznih ionov in ugotovite, ali so te motnje lahko pri tej vaji lahko dejavne, glede na možni nabor ionov.

V učilnici dobite nekaj dni pred vajo delovne liste. Natisnite svoj delovni list in si doma že napišite reakcije v ustrezne okvirčke, kjer je to mogoče. Tako boste lahko pri praktikumu posvetili izvedbi in zabeležili vanje svoja opažanja.

8.3 Izvedba

8.3.1 Delovni list

Opravite predvidene eksperimente, ki jih določa vaš delovni list in vanj vpišite manjkajoče podatke.

8.3.2 Kaj določamo v vzorcu?

Nabor ionov je povsem enak kot pri prvi vaji. Neznani vzorec B je kombinacija soli, sestavljena iz dveh kationov enega ali dveh anionov.

Kationi so lahko: H_3O^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} .

Anioni so lahko: OH^- , Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , BO_2^- .

8.3.3 Določitev ionov

Opišite izid vsake reakcije, napišite in uredite enačbe reakcij, ki so dale pozitivni rezultat. S kvalitativnimi testi določite sestavo neznanega vzorca. Opišite spremembe, ki ste jih opazili. V ionski obliki zapišite in uredite dokazne reakcije, ki ste jih izvedli.

Vse dokazne reakcije razen plamenskih testov izvajate v semimikro epruvetah. Pri izvajanju posamezne reakcije najprej poskrbite za ustrezní medij, nato dodajte še ustrezní reagent in opazujte spremembo. Po potrebi premešajte. Zapišite svoja opažanja.

Kolikor utegnete, izvedite čimveč dokaznih reakcij za ione, ki bi bili možni v neznanem vzorcu. Seveda ni treba ponavljati reakcij, ki ste jih naredili po navodilih z delovnega lista.

V škatlici s **svojo zaporedno številko** dobite neznani vzorec. Če je to raztopina, je zelo koncentrirana, zato zadostuje, da jo za posamezno dokazno reakcijo v epruveto odvezamete le 1–2 kapljici.

S pomočjo skupinskih, selektivnih in specifičnih reagentov ugotovite, kateri ioni iz predpisanega nabora so prisotni v vzorcu.

8.4 Preostanek vzorca

Preostanek vzorca iz škatlice izlijemo v posodo za odpadne kemikalije. Škatlico temeljito splaknemo z navadno vodo, nato pa po potrebi očistimo še z raztopino HCl (1:1). Temu sledi splakovanje z navadno in nato še s prečiščeno vodo. Vode na posodici niti ne pivnamo ne brišemo. Nato posodico postavimo na ustreznih pladenj, pokrovček (ki ga enako očistimo) pa postrani položimo na škatlico, tako da ta ostane ODPRTA.

8.5 Poročilo

- Poročilo oddate na listih.
- Opišite videz in vonj svojega vzorca.
- Napišite (v ionski obliki) in uredite reakcije, s katerimi ste potrdili prisotnost ionov v svojem vzorcu. Pomagajte si s tabelami in reakcijami v poglavju 5.
- Narišite odločitveni diagram svojega sklepanja pri analizi vzorca. (Primer odločitvenega drevesa je na Sliki 3).
- V rubriki **REZULTAT** napišite sestavo vzorca **B** v obliki < kationi>, <anioni>.
- Poročila oddate v ustrezni predal v predalniku na hodniku Katedre za analizno kemijo.

9 Vaja 3: Določitev sestave neznanima vzorcema C in D

9.1 Naloga

Določite sestavo vzorcev C (oksidant) in D (reducent).

9.2 Priprava na vajo

Preberite razdelek 3 in navodila za tekočo vajo.

V Tabeli 1 poiščite podatke o plamenskih testih za določevane katione. V Tabelah 3–9 in 11–15 poiščite podatke o skupinskih in selektivnih reagentih za določevane katione. Poiščite specifične reagente in dokaze za določevane ione.

V učilnici dobite nekaj dni pred vajo delovne liste. Natisnite svoj delovni list in si doma že napišite reakcije v ustrezne okvirčke, kjer je to mogoče. Tako boste lahko pri praktikumu posvetili izvedbi in zabeležili vanje svoja opažanja.

9.3 Izvedba

9.3.1 Delovni list

Opravite predvidene eksperimente, ki jih določa vaš delovni list in vanj vpišite manjkajoče podatke. Vzorec D lahko vsebuje tiosulfat, pri katerem se ob nakisanju tvori elementarno žveplo. V prisotnosti tiosulfata raztopino nakisamo z 2 M HCl in kuhamo. Nato raztopino centrifugiramo in uporabimo le supernatant, to je bistro raztopino *nad* oborino, ki jo previdno prelijemo v lonček in šele nato pristopimo k plamenskemu testu. Vsakršna oborina ali suspenzija namreč povzroči mašenje in s tem nepravilno delovanje gorilnika.

9.3.2 Kako do vzorcev

Po obravnavi delovnih listov se lotimo vzorca C, ki je v oštevilčeni škatlici na pladnju. Ko končamo z vzorcem C pomijemo škatlico (ne brišemo), ter stopimo do tehnika, ki nam da vzorec D.

9.3.3 Kaj določamo v vzorcu C?

Neznani vzorec C je sol, sestavljena iz enega od kationov, ki jih že poznamo in enega aniona, ki ima lastnosti oksidanta.

Kationi so lahko: Na^+ , K^+ , Mg^{2+} .

Anioni so lahko: ClO^- , ClO_3^- , ClO_4^- .

9.3.4 Določitev ionov

Opišite izid vsake reakcije, napišite in uredite enačbe reakcij, ki so dale pozitivni rezultat. S kvalitativnimi testi določite sestavo neznanega vzorca. Opišite spremembe, ki ste jih opazili. V ionski obliki zapišite in uredite dokazne reakcije, ki ste jih izvedli.

Vse dokazne reakcije razen plamenskih testov izvajate v semimikro epruvetah. Pri izvajanju posamezne reakcije najprej poskrbite za ustreznemu medij, nato dodajte še ustreznemu reagent in opazujte spremembo. Po potrebi premešajte. Zapišite svoja opažanja.

9.3.5 Kaj določamo v vzorcu D?

Neznani vzorec **D** je sol, sestavljena iz enega od kationov, ki jih že poznamo in enega aniona, ki ima lastnosti reducenta.

Kationi so lahko: Na^+ , K^+ , NH_4^+ .

Anioni so lahko: S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, I^- .

Enako kot za vzorcem **C**, opišite izid vsake reakcije, napišite in uredite enačbe reakcij, ki so dale pozitivni rezultat. S kvalitativnimi testi določite sestavo neznanega vzorca. Opišite spremembe, ki ste jih opazili. V ionski obliki zapišite in uredite dokazne reakcije, ki ste jih izvedli.

Reakcije izvajamo podobno kot pri vzorcem **C**

Kolikor utegnete, izvedite čimveč dokaznih reakcij za ione, ki bi bili možni v neznanem vzorcem. Seveda ni treba ponavljati reakcij, ki ste jih naredili po navodilih z delovnega lista.

9.4 Preostanek vzorca

Preostanek vzorca iz škatlice izlijemo v posodo za odpadne kemikalije. Škatlico temeljito splaknemo z navadno vodo, nato pa po potrebi očistimo še z raztopino HCl (1:1). Temu sledi splakovanje z navadno in nato še s prečiščeno vodo. Vode na posodici niti ne pivnamo ne brišemo. Nato posodico postavimo na ustrezni pladenj, pokrovček (ki ga enako očistimo) pa postrani položimo na škatlico, tako da ta ostane ODPRTA.

9.5 Poročilo

- Poročilo oddate na listih.
- Opišite videz in vonj svojega vzorca.
- Napišite (v ionski obliki) in uredite reakcije, s katerimi ste potrdili prisotnost ionov v svojem vzorcem. Pomagajte si s tabelami in reakcijami v poglavju 5.
- Narišite odločitveni diagram svojega sklepanja pri analizi vzorca. (Primer odločitvenega drevesa je na Sliki 3).
- V rubriki **REZULTAT** napišite sestavo vzorca **C** in vzorca **D** v obliki <kationi>, <anioni>.
- Poročila oddate v ustrezni predal v predalniku na hodniku Katedre za analizo kemijo.

10 Vaja 4: Določitev sestave neznanima vzorcema E in F

10.1 Naloga

Določite sestavo vzorca E.

10.2 Priprava na vajo

Preberite razdelek 3 in navodila za tekočo vajo.

V Tabeli 1 poiščite podatke o plamenskih testih za določevane katione. Razmislite, pri katerih kombinacijah gornjih kationov in anionov bi bila raztopina močno kislá, šibko kislá, nevtralna, šibko bazična in močno bazična. V Tabelah 3–9 in 11–15 poiščite podatke o skupinskih in selektivnih reagentih za določevane katione. V Tabeli 10 poiščite podatke o skupinskih reagentih za določevane anione. Poiščite specifične reagente in dokaze za določevane ione. Razmislite o motnjah, ki se pojavijo pri določitvi posameznih ionov in ugotovite, ali so te motnje lahko pri tej vaji lahko dejavne, glede na možni nabor ionov.

V učilnici dobite nekaj dni pred vajo delovne liste. Natisnite svoj delovni list in si doma že napišite reakcije v ustrezne okvirčke, kjer je to mogoče. Tako boste lahko pri praktikumu posvetili izvedbi in zabeležili vanje svoja opažanja.

10.3 Izvedba

10.3.1 Delovni list

Opravite predvidene eksperimente, ki jih določa vaš delovni list in vanj vpišite manjkajoče podatke.

10.3.2 Kaj določamo v vzorcu?

Neznana vzoreca E in F sta soli, sestavljeni iz enega kationa in enega aniona. Ko končate z vzorce E, preostanek odvrzite v posodo za odpadne kemikalije, pomijte štatlico in poprosite tehnika za vzorec F.

Kationi so lahko: Cr^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Ag^+ , Zn^{2+} , Hg^{2+} , Al^{3+} , Pb^{2+} ,
Anioni so lahko: Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} .

10.3.3 Določitev ionov

V škatlici s **svojo zaporedno številko** dobite neznan vzorec. Če je to raztopina, je zelo koncentrirana, zato zadostuje, da jo za posamezno dokazno reakcijo v epruveto odvezamete le 1–2 kapljici. Trdno snov bo potrebno raztopiti. Smiselni vrstni red je hladna voda, vroča voda. Če se snov ne raztopi, poskušamo s šibkimi kislinami. Vedno delamo le z majhnim delom originalnega vzorca.

Opišite izid vsake reakcije, napišite in uredite enačbe reakcij, ki so dale pozitivni rezultat. S kvalitativnimi testi določite sestavo neznanega vzorca. Opišite spremembe, ki ste jih opazili. V ionski obliki zapišite in uredite dokazne reakcije, ki ste jih izvedli.

Vse dokazne reakcije razen reakcije za Mn^{2+} v alkalnem mediju izvajate v semimikro epruvetah. Pri izvajanju posamezne reakcije najprej poskrbite za ustrezni medij, nato dodajte še ustrezni reagent, po potrebi premešajte vsebino epruvete in opazujte spremembe. Zapišite svoja opažanja.

S pomočjo skupinskih, selektivnih in specifičnih reagentov ugotovite, kateri ioni iz predpisanega nabora so prisotni v vzorcu.

Kolikor utegnete, izvedite čimveč dokaznih reakcij za ione, ki bi bili možni v neznanem vzorcu. Seveda ni treba ponavljati reakcij, ki ste jih naredili po navodilih z delovnega lista.

10.4 Preostanek vzorca

Preostanek vzorca iz škatlice izlijemo v posodo za odpadne kemikalije. Škatlico temeljito splaknemo z navadno vodo, nato pa po potrebi očistimo še z raztopino HCl (1:1). Temu sledi splakovanje z navadno in nato še s prečiščeno vodo. Vode na posodici niti ne pivnamo ne brišemo. Nato posodico postavimo na ustrezni pladenj, pokrovček (ki ga enako očistimo) pa postrani položimo na škatlico, tako da ta ostane ODPRTA.

10.5 Poročilo

- Poročilo oddate na listih.
- Opišite videz in vonj svojega vzorca.
- Napišite (v ionski obliki) in uredite reakcije, s katerimi ste potrdili prisotnost ionov v svojem vzorcu. Pomagajte si s tabelami in reakcijami v poglavju 5.
- Narišite odločitveni diagram svojega sklepanja pri analizi vzorca. (Primer odločitvenega drevesa je na Sliki 3).
- V rubriki **REZULTAT** napišite sestavo vzorca **E** v obliki < kationi>, <anioni>.
- Poročila oddate v ustrezni predal v predalniku na hodniku Katedre za analizo kemijo.

11 Vaja 5: Določitev sestave neznanemu vzorcu G

11.1 Naloga

Po ločbenem postopku in z ustreznimi dokaznimi reakcijami določite sestavo vzorca G.

11.2 Priprava na vajo

Preberite razdelek 3 in navodila za tekočo vajo.

Razmislite, pri katerih kombinacijah gornjih kationov in anionov bi bila raztopina močno kislá, šibko kislá, nevtrálna, šibko bazična in močno bazična. V Tabelah 3–9 in 11–15 poiščite podatke o skupinskih in selektivnih reagentih za določevane katione. V Tabeli 10 poiščite podatke o skupinskih reagentih za določevane anione. Poiščite specifične reagente in dokaze za določevane ione. Razmislite o motnjah, ki se pojavijo pri določitvi posameznih ionov in ugotovite, ali so te motnje lahko pri tej vaji lahko dejavne, glede na možni nabor ionov. Razmislite, kakšne motnje so možne pri dokazovanju kationov in kako se jim lahko izognete. V učilnici bo objavljena tudi kakšna možna ločbena shema, ki služi za navdih pri analizi vzorca. Sheme se ni smiselno slepo držati, saj se z vsakim pravilno določenim ionom problem močno poenostavi.

V učilnici dobite nekaj dni pred vajo delovne liste. Natisnite svoj delovni list in si doma že napišite reakcije v ustrezne okvirčke, kjer je to mogoče. Tako boste lahko pri praktikumu posvetili izvedbi in zabeležili vanje svoja opažanja.

11.3 Izvedba

11.3.1 Delovni list

Pri tej vaji NI DELOVNEGA LISTA.

11.3.2 Kaj določamo v vzorcu?

Neznani vzorec G je mešanica dveh soli, dobimo lahko do dva različna kationa in do dva različna aniona.

Kationi so lahko: Cr^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Ag^+ , Zn^{2+} , Hg^{2+} , Al^{3+} , Pb^{2+} ,

Anioni so lahko: Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} .

11.3.3 Določitev ionov

V škatlici s svojo zaporedno številko dobite neznani vzorec. Če je to raztopina, je zelo koncentrirana, zato zadostuje, da jo za posamezno dokazno reakcijo v epruveto odvezamete le 1–2 kapljici. Trdno snov bo potrebno raztopiti. Smiselni vrstni red je: hladna voda, vroča voda. Če se snov ne raztopi, poskušamo z razredčenimi kislinami. Vedno delamo le z majhnim delom originalnega vzorca.

Opišite izid vsake reakcije, napišite in uredite enačbe reakcij, ki so dale pozitivni rezultat. S kvalitativnimi testi določite sestavo neznanega vzorca. Opišite spremembe, ki ste jih opazili. V ionski obliki zapišite in uredite dokazne reakcije, ki ste jih izvedli.

Vse dokazne reakcije razen reakcije za Mn^{2+} v alkalnem mediju izvajate v semimikro epruvetah. Pri izvajanju posamezne reakcije najprej poskrbite za ustrezní medij, nato dodajte še ustrezní reagent in opazujte spremembo. Po potrebi premešajte. Zapišite svoja opažanja.

S pomočjo skupinskih, selektivnih in specifičnih reagentov ugotovite, kateri ioni iz predpisanega nabora so prisotni v vzorcu.

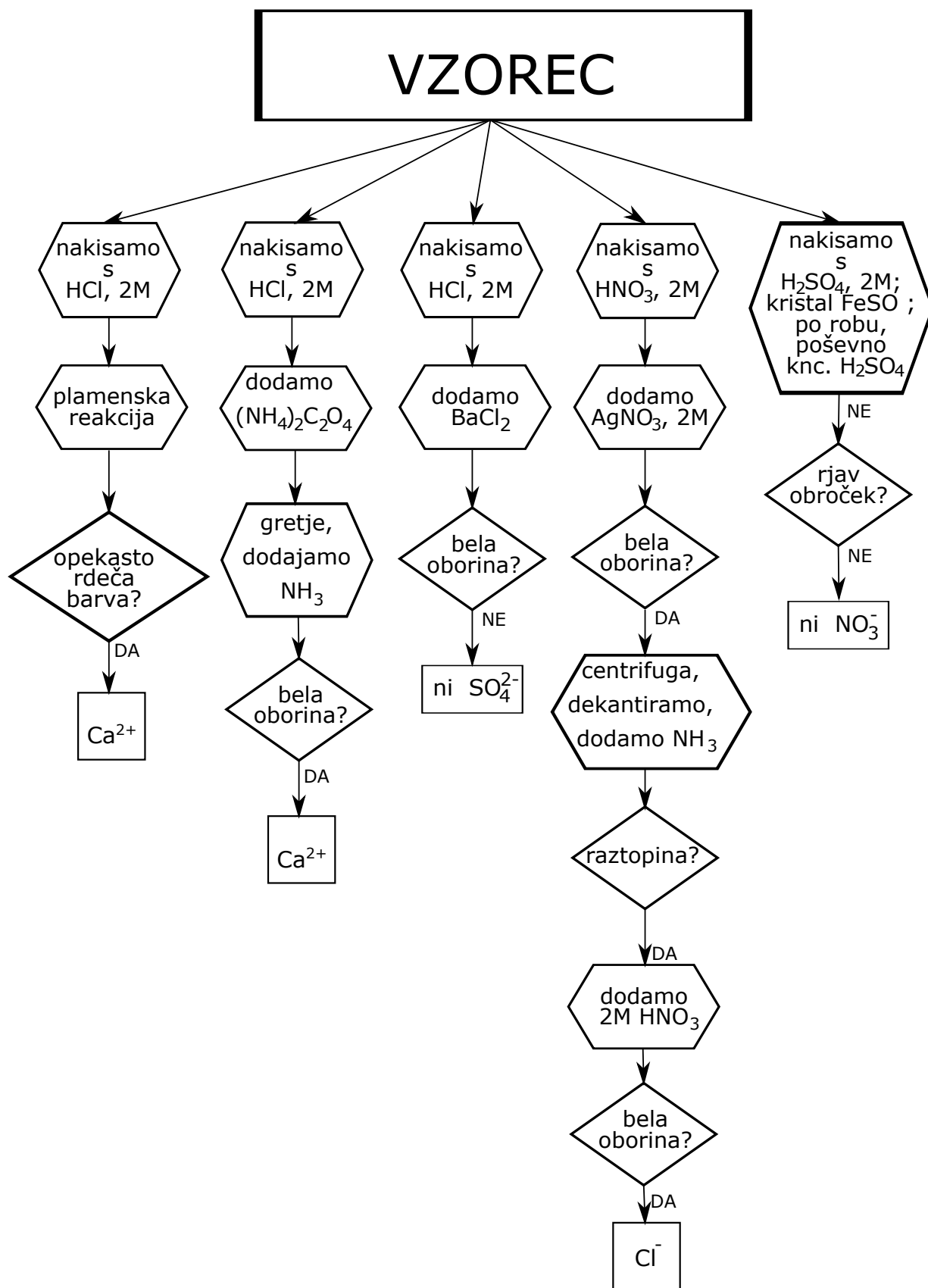
11.4 Preostanek vzorca

Preostanek vzorca iz škatlice izlijemo v posodo za odpadne kemikalije. Škatlico temeljito splaknemo z navadno vodo, nato pa po potrebi očistimo še z raztopino HCl (1:1). Temu sledi splakovanje z navadno in nato še s prečiščeno vodo. Vode na posodici niti ne pivnamo ne brišemo. Nato posodico postavimo na ustreznih pladenj, pokrovček (ki ga enako očistimo) pa postrani položimo na škatlico, tako da ta ostane ODPRTA.

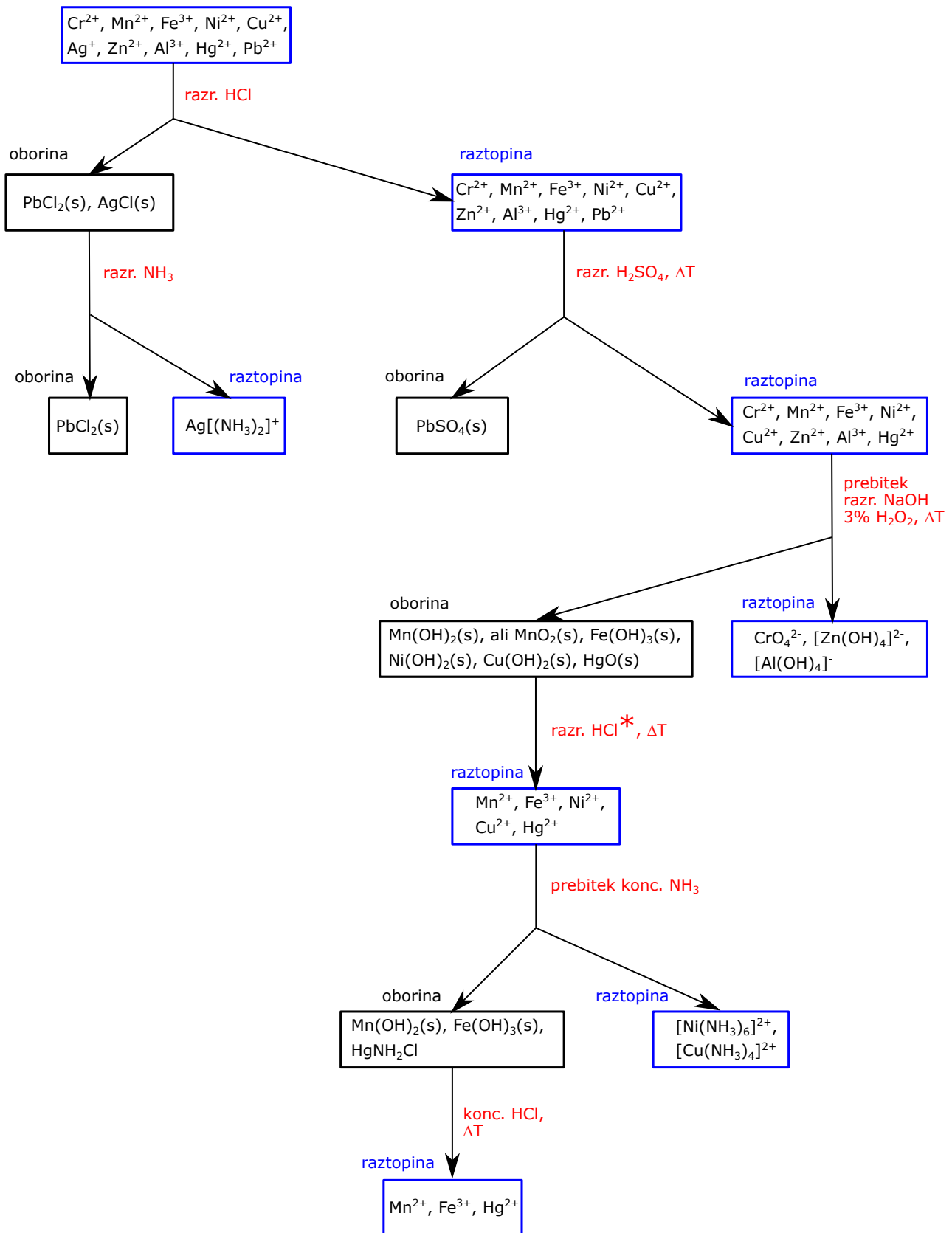
11.5 Poročilo

- Poročilo oddate na listih.
- Opišite videz in vonj svojega vzorca.
- Napišite (v ionski obliki) in uredite reakcije, s katerimi ste potrdili prisotnost ionov v svojem vzorcu. Pomagajte si s tabelami in reakcijami v poglavju 5 .
- Narišite odločitveni diagram svojega sklepanja pri analizi vzorca. (Primer odločitvenega drevesa je na Sliki 3).
- V rubriki **REZULTAT** napišite sestavo vzorca **F** v obliki < kationi>, <anioni>.
- Poročila oddate v ustrezni predal v predalniku na hodniku Katedre za analizno kemijo.

PRILOGA



Slika 3: Primer odločitvenega drevesa



Slika 4: Primer ločbe za izbrano skupino kationov

(*) Manganovi(II) ioni se v alkalnem na zraku oksidirajo in nastaja MnO_2 . Ta se v HCl laže topi, če ga ob segrevanju reduciramo s kapljico 3-procentne raztopine H_2O_2 .