

به نام خدا

دستور کار آزمایشگاه شیمی عمومی 2

دکتر بهار خدادادی

تجزیه شیمیایی

هدف از تجزیه شیمیایی تعیین عناصر و یا ترکیباتی که یک جسم را تشکیل می دهند می باشد این تجزیه شامل 2 بخش اساسی زیر است:

-تجزیه کیفی «Qualitative Analysis» که تنها با شناخت عناصر مختلفی که یک جسم را تشکیل می دهند سروکار دارد.

تجزیه کمی «Quantitative Analysis»، که هدف آن اندازه گیری عناصر بر حسب وزن یا حجم در یک ماده یا مخلوطی از چندین جسم است.

(آنالیز کاتیون ها)

آنالیز کاتیون ها در زمره تجزیه کیفی قرار می گیرد کلیه کاتیون ها در پنج گروه اصلی قرار می گیرند و اساس تقسیم بندی آن ها نامحلول بودن املاح خاصی از آن ها می باشد. این گروه ها عبارت اند از:

1- گروه یک (گروه نقره)

این گروه شامل کاتیون های نقره، جیوه 1 و سرب می باشد. کلرید این یون ها در آب سرد و کلریدریک اسید سرد و رقیق نامحلول است. در صورتی که کلرید سایر فلزات همه محلول هستند و این اختلاف اساس جدا کردن این کاتیون ها از کاتیون های دیگر فلزات است.

2- گروه دو

این گروه شامل کاتیون های جیوه 2، آرسنیک، آنتی مو آن، قلع، سرب، بیسموت، مس و کادیوم است. سولفید این کاتیون ها در محیط اسیدی $M 0.3$ رسوب می کند و به این ترتیب می توان این گروه را از گروه های بعدی جدا نمود.

3- گروه سه

کاتیون های این گروه عبارت اند از: کاتیون های منگنز، روی، کروم، آلومینیوم، آهن، کبالت و نیکل این کاتیون توسط آمونیوم سولفید از کاتیون های سایر گروه ها جدا میشوند.

4- گروه چهار

شامل کاتیون های کلسیم، استرانسیم و باریم می باشد. کلرید، سولفید و هیدروکسید این کاتیون ها محلول است. کربنات آن ها در محیط آمونیاکی محلول بوده و اساس جداسازی کاتیون ها از سایر گروه ها می باشد.

5- گروه پنج

شامل کاتیون های منیزیم، سدیم، پتاسیم و آمونیوم می باشد و معرف مشترکی برای رسوب دادن آن ها وجود ندارد.

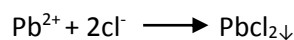
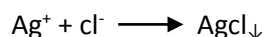
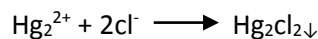
«آنالیز گروه یک»

در این آزمایش هدف شناسایی کاتیون های Hg_2^{2+} ، Ag^+ ، Pb^{2+} می باشد.

تئوری آزمایش:

کلریدریک اسید کاتیون های گروه یک را به صورت جیوه 1 کلرید، نقره کلرید و سرب کلرید رسوب می دهد و این رسوب ها در کلریدریک اسید حل نمی شوند.

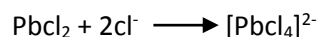
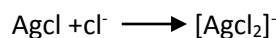
معادلات مربوط عبارتند از:



حاصل ضرب حلالیت و میزان حلالیت این رسوب ها به صورت زیر است:

نمک	Ksp	C(gr/lit)
Hg_2Cl_2	$1/1 \times 10^{-18}$	5×10^{-8}
$AgCl$	$1/2 \times 10^{-10}$	$1/1 \times 10^{-5}$
$PbCl_2$	$1/7 \times 10^{-5}$	$1/6 \times 10^{-2}$

همان طور که ملاحظه می شود حلالیت سرب کلرید خیلی بیشتر از حلالیت نقره کلرید و مرکور و کلرید است. در ضمن باید مندرک شد که در این مرحله باید از افزودن مقدار زیاد کلریدریک اسد اجتناب شود زیرا $PbCl_2$ و $AgCl$ طبق واکنش های زیر می توانند تشکیل کمپلکس دهند:

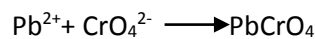


سپس انجام آزمایش:

به 10 قطره محلول مورد آزمایش آب اضافه کنید تا حجم آن به یک میلی لیتر برسد، سپس دو قطره کلریدریک اسید 6 M اضافه کرده و رسوب را سانتریفیوژ کنید. محلول روی رسوب هیچ کاتیونی از گروه یک نخواهد داشت.

جداکردن و شناسایی کاتیون سرب (Pb^{2+})

چون حلالیت $PbCl_2$ زیاد است، بنابر این خیلی سریعتر از $AgCl\downarrow$ ، $Hg_2Cl_2\downarrow$ حل می شود. از طرفی حلالیت $PbCl_2$ در آب گرم سه برابر آب سرد است بنابر این از این نکته استفاده کرده و Pb^{2+} را از دوکاتیون دیگر جدا می کنیم. پس از جداسازی Pb^{2+} آن را به کمک یون کرومات و تشکیل رسوب زرد رنگ سرب کرومات می توان شناخت.



(زردرنگ)

روش انجام مرحله

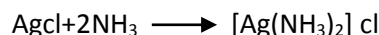
۱- بر روی رسوب سانتریفیوژ شده که شامل $\text{PbCl}_2\downarrow$, $\text{AgCl}\downarrow$, $\text{Hg}_2\text{Cl}_2\downarrow$ است، ۱۰ قطره آب گرم اضافه کنید تا PbCl_2 حل شود. محلول روی رسوب شامل Pb^{2+} است که از رسوب های AgCl و Hg_2Cl_2 جدا می شود. این محلول را دو قسمت کرده به صورت زیر عمل نمایید:

۱ - ۱ به یک قسمت دو قطره پتاسیم کرومات (K_2CrO_4) بزنید. تشکیل رسوب زرد رنگ $\text{PbCrO}_4\downarrow$ دلیل وجود Pb^{2+} است.

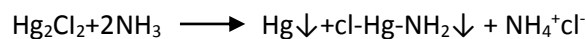
1 - 2 قسمت دوم محلول را زیر شیر آب سرد بگیرید. کریستال های سفید PbCl_2 مجددا ظاهر می شوند.

۲-2 جداکردن و شناسایی Hg_2^{2+}

وقتی به مخلوطی از رسوب های AgCl و Hg_2Cl_2 آمونیاک اضافه شود، AgCl تشکیل کمپلکس می دهد:



Hg_2Cl_2 در مجاورت آمونیاک به فلز جیوه سیاه رنگ و ترکیب سفیدرنگ کلرید آمیدورجیوه تبدیل می شود.



مرحله ۲ - ۱

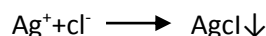
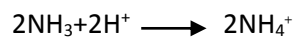
به رسوب باقی مانده از مرحله قبل که شامل $\text{AgCl}\downarrow$ و Hg_2Cl_2 است، ۵ قطره آمونیاک ۴M اضافه کنید. اگر رسوب سیاه یا خاکستری تشکیل شد دلیل حضور Hg_2^{2+} است. محلول برای شناسایی Ag^+ استفاده می شود.

شناسایی Ag^+

بعد از جداکردن کاتیون Hg_2^{2+} به وسیله آمونیاک و تشکیل کمپلکس $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2] \text{Cl}$ می توان به کمک نیتریک اسید یون نقره را شناسایی کرد. برای این کار باید به محلول نیتریک اسید اضافه کرد. به این ترتیب در محیط مقدار زیادی H^+ ظاهر می شود که باعث جابه جایی معادله تعادلی زیر Cl^- به سمت راست خواهد شد.



سپس یون Ag^+ مجددا با یون Cl^- موجود در محیط ترکیب شده و رسوب سفید AgCl دوباره تشکیل می شود.



مرحله ۳ -

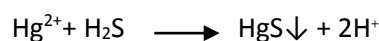
به محلول به دست آمده از مرحله قبل که شامل کمپلکس $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2] \text{Cl}$ است، چند قطره نیتریک اسید ۴M بیفزایید تا محیط اسیدی گردد. تشکیل رسوب سفید رنگ دلیل وجود Ag^+ است.

« آنالیز کاتیون های گروه دو »

رسوب مشترک کاتیون های گروه دو سولفید آن هاست. یعنی یون های Pb^{2+} ، Cd^{2+} ، Hg^{2+} ، As^{3+} ، Sb^{3+} ، Bi^{3+} و Sn^{4+} به صورت سولفید در محیط اسیدی 3 M رسوب می کنند.

حلالیت Cds از تمام سولفیدهای گروه دو بیشتر است. از طرفی چون کاتیون های گروه سه هم رسوب سولفید می دهند و کمترین حلالیت را بین کاتیون های گروه سه ZnS دارد، بنابر این اگر غلظت یون سولفید در محیط کنترل شود، به خوبی می توان این دو گروه را از هم جدا نمود. به طوری که Cd^{2+} به طور کامل با S^{2-} رسوب می کند در صورتی که جزئی از مقدار Zn^{2+} رسوب نمی کند. مناسب ترین محیط برای جدا کردن گروه دو از گروه سه محیط محلول اشباع شده از H_2S است که غلظت یون H^+ آن 0/3 M می باشد. در این محیط CdS کاملاً رسوب می کند و Zn^{2+} اصلاً رسوب نمی کند. به این ترتیب اگر کاتیون های گروه سه با کاتیون های گروه دو همراه باشند در همان مرحله اول جدا شده و مزاحمتی ایجاد نخواهند کرد

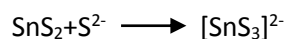
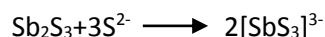
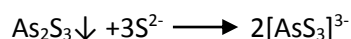
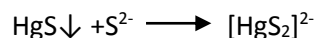
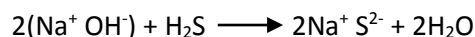
واکنش ها به صورت زیر است:



$PbS \downarrow$ ، $CuS \downarrow$ و $HgS \downarrow$ سیاه رنگ هستند $SnS_2 \downarrow$ ، $CdS \downarrow$ و As_2S_3 زرد رنگ بوده و رنگ $Bi_2S_3 \downarrow$ قهوه ای مایل به سیاه و رنگ $Sb_2S_3 \downarrow$ نارنجی مایل به قهوه ای و گاهی سیاه می باشد.

«تقسیم بندی کاتیون های گروه دوبه گروه های A و B»

اساس تقسیم بندی کاتیون های گروه در این است که رسوب های گروه ۲ دسته A (شامل $\downarrow \text{HgS}$, $\downarrow \text{SnS}$, $\downarrow \text{Sb}_2\text{S}_3$, $\downarrow \text{As}_2\text{S}_3$) در محیط قلیایی تولید کمپلکس سولفید محلول می کنند در صورتی که دسته B (شامل $\downarrow \text{PbS}$, $\downarrow \text{Bi}_2\text{S}_3$, $\downarrow \text{CuS}$, $\downarrow \text{CdS}$) تولید کمپلکس نمی کنند. معرفی که برای این دسته بندی به کار می رود، Na_2S است که از واکنش زیر تهیه می شود:



روش جدا کردن دسته دو A از دو B

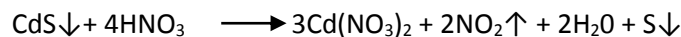
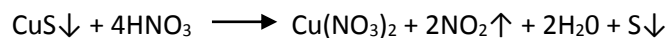
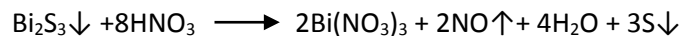
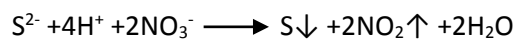
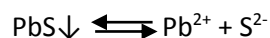
به رسوب سولفید گروه ۲، 2 قطره محلول NaOH 4 مولار و ۴ قطره تیواستامید اضافه کرده و مخلوط را به مدت ۵ دقیقه در حمام آب گرم حرارت دهید. سپس باقیمانده را از محلول جدا کنید. رسوب شامل سولفیدهای گروه دو B و محلول شامل گروه دو A است.

توجه: به دلیل وجود کاتیون های سمی Hg^{2+} و As^{3+} در کانیون های گروه دو A، آنالیز این گروه انجام نمی شود.

جدا کردن و شناسایی سرب:

بعد از این که کاتیون های Pb^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} و Cu^{2+} در مجاورت یون S^{2-} در محیط اسیدی 0/3M قرار گرفت رسوب سولفیدی این کاتیون ها ($\downarrow \text{PbS}$, $\downarrow \text{CdS}$, $\downarrow \text{Bi}_2\text{S}_3$ و $\downarrow \text{CuS}$) تشکیل می شود. این رسوبات را به وسیله آمونیوم نیترات شستشو دهید. از آب به این دلیل استفاده نمی شود که سولفیدهای فوق به صورت کلئیدی در آمده و قسمتی از آن ها هدر می رود.

سولفیدهای فوق در محلول نیتریک اسید داغ تجزیه شده و به صورت محلول در می آیند. حل شدن رسوب ها به این دلیل است که HNO_3 یون S^{2-} را اکسید کرده و به گوگرد تبدیل می کند. بنابراین غلظت S^{2-} در محیط کم شده منجر به حل شدن رسوب خواهد شد. به عنوان مثال:



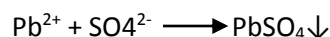
حال یون Pb^{2+} را می توان به وسیله یون SO_4^{2-} رسوب سرب سولفات سفید رنگ از کادمیم، مس و بیسموت جدا نمود. البته قبل از اضافه کردن یون سولفات باید نیتریک اسید اضافی را از محیط عمل خارج کرد زیرا:



و به خاطر غلظت بالای H^+ ناشی از حضور نیتریک اسید، غلظت SO_4^{2-} طبق واکنش بالا کم شده و رسوب تشکیل نمی شود. (حاصل ضرب به K_{sp} نمی رسد) برای جدا کردن و خروج نیتریک اسید اضافی می توان از سولفوریک اسید استفاده کرد، به این ترتیب که بعد از اضافه کردن سولفوریک اسید محلول را حرارت داده تا دو دسولفورتری اکسید (SO_3) ظاهر شود:



نیتریک اسید فرار بوده مسلماً قبل از خروج دود SO_3 از محیط عمل خارج شده است. حال اگر سولفوریک اسید موجود را به وسیله آب رقیق کنید یون سولفات تشکیل شده و با کاتیون سرب تشکیل رسوب $PbSO_4 \downarrow$ سفید رنگ خواهد داد.



رسوب سرب سولفات در آمونیوم استات حل می شود، سپس اگر به محلول حاصل پتاسیم کرومات افزوده شود، تشکیل رسوب زرد رنگ $PbCrO_4 \downarrow$ مشاهده خواهد شد.

روش آزمایش:

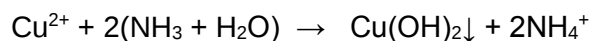
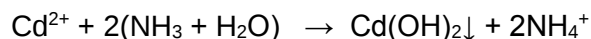
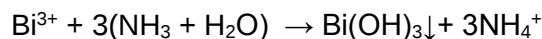
به ده قطره مخلوط کاتیون های گروه دو B پنج قطره HNO_3 ، 4M اضافه کنید و سپس حرارت دهید. بعد محلول را سرد کرده و ۱۰ قطره آب سرد و آمونیاک اضافه کنید تا محلول قلیایی شود (با کاغذ تورنسل pH محیط را کنترل کنید). سپس به محلول HCl، 1/0 M اضافه کنید تا محیط اسیدی شود و به این محیط اسیدی دو قطره HCl اضافه کرده و سپس پنج قطره محلول آمونیوم سولفید اضافه کرده و در حمام آب گرم به مدت چند دقیقه حرارت دهید. محلول را سانتریفیوژ کنید. رسوب شامل سولفید کاتیون های گروه دو B می باشد. محلول روی رسوب را دور بریزید.

مرحله اول - جدا کردن Pb^{2+}

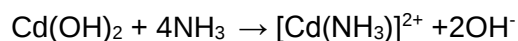
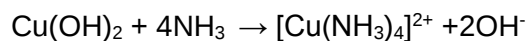
رسوب به دست آمده را به وسیله 1 ml آب که به آن دو قطره آمونیوم نیترات (NH_4NO_3)، اضافه کرده اید شستشو داده و محلول شستشو را بیرون بریزید. به رسوب 15 قطره HNO_3 ، 16M اضافه کرده و در حمام آب گرم برای چند دقیقه حرارت دهید، رسوب سولفیدهای فوق حل می شود. گوگرد تشکیل شده را از محیط عمل جدا کنید. به محلول حاصل چند قطره H_2SO_4 ، 4M اضافه کرده و روی شعله حرارت دهید تا دود SO_3 ظاهر گردد. سپس محلول را سرد کرده و 1ml آب مقطر به آن اضافه کنید، سپس گرم کرده و هم بزنید تا رسوب $PbSO_4$ ظاهر شود. به کمک سانتریفیوژ رسوب را از محلول جدا کنید. محلول را برای شناسایی Bi^{3+} ، Cd^{2+} و Cu^{2+} نگه دارید. به رسوب $PbSO_4$ چند قطره آب افزوده و شستشو دهید. سپس پنج قطره آمونیوم استات 1M و یک قطره استیک اسید افزوده هم بزنید تا رسوب حل شود، بعد یک قطره K_2CrO_4 ، 1M بیفزایید. تشکیل رسوب زرد رنگ تایید کننده وجود سرب است.

جدا کردن و شناسایی کاتیون بیسموت (Bi^{2+})

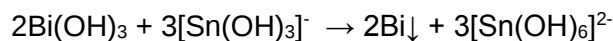
تئوری: اگر به محلول جدا شده از مرحله قبل آمونیاک بیفزایید، هیدروکسیدهای بیسموت، مس و کادمیوم در رسوب می شوند.



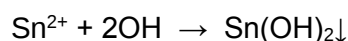
حال اگر مقدار آمونیاک موجود در محیط زیاد شود، هیدروکسیدهای مس و آلومینیوم تشکیل کمپلکس محلول می دهند ولی رسوب بیسموت هیدروکسید حل نمی شود. به این ترتیب می توان Bi^{3+} را از Cu^{2+} و Cd^{2+} جدا نمود.



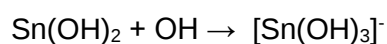
نکته- بعد از جدا کردن رسوب از محلول می توان به رسوب Bi(OH)_3 سدیم استات که یک احیا کننده قوی افزوده در این صورت Bi^{3+} به Bi فلزی سیاه رنگ تبدیل می شود.



نکته- در این قسمت از آزمایش حتما باید از سدیم استات تازه تهیه شده استفاده کرد. برای تهیه سدیم استاتیت به محلول SnCl_2 سود اضافه کنید تا رسوب تشکیل شود، افزایش سود را ادامه دهید تا رسوب تشکیل شده حل شود.



رسوب سفید رنگ



بی رنگ

اگر محلول بی رنگ سدیم استاتیت مدت زیادی بماند طبق واکنش زیر تجزیه شده و رسوب سیاه رنگ $\text{SnO}\downarrow$ تشکیل می شود و در این حالت برای شناسایی Bi^{3+} مناسب نیست.



روش انجام آزمایش

مرحله دوم- جدا سازی Bi^{3+} :

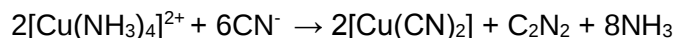
به محلول حاصل از مرحله قبل که سرب را از آن جدا کرده اید و شامل کاتیون های Bi^{3+} ، Cd^{2+} و Cu^{2+} است، ده قطره محلول آمونیاک 10M اضافه کنید تا محیل قلیایی شود (بوی آمونیاک احساس شود) اگر محلول آبی شد دلیل وجود کمپلکس $[\text{Cu(NH}_3)_4]^{2+}$ است و تشکیل رسوب سفید هم نشان دهنده Bi(OH)_3 می باشد، رسوب را از محلول جدا کنید، محلول را برای شناسایی Cd^{2+} و Cu^{2+} مرحله بعد نگه دارید. بر روی رسوب سفید رنگ Bi(OH)_3 چند قطره محلول بی رنگ سدیم استاتیت تازه تهیه شده اضافه کنید، اگر رسوب سیاه رنگ فوراً تشکیل شد حضور Bi^{3+} تایید می شود.

جدا کردن و شناسایی Cu^{2+} و Cd^{2+}

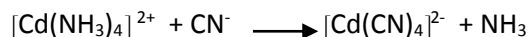
تئوری:

اگر محلول آبی رنگ باشد معلوم است کاتیون Cu^{2+} حضور داشته که به صورت کمپلکس $[\text{Cu(NH}_3)_4]^{2+}$ در آمده است. برای اطمینان از حضور Cu^{2+} به محلول $[\text{Fe(CN)}_6]^{4-}$ K₄ و رسوب سفید رنگ $\text{Cd[Fe(CN)}_6]$ تشکیل می شود که رنگ شکلاتی مانع از تشخیص رنگ سفید می شود یعنی در این مرحله در صورتی که Cu^{2+} و Cd^{2+} هر دو حضور داشته باشند فقط Cu^{2+} شناسایی می شود اما اگر Cu^{2+} در محلول حضور نداشته باشد، رسوب سفید رنگ در این مرحله حضور Cd^{2+} را تایید می کند. اگر Cu^{2+} و Cd^{2+} هر دو با هم بود، باید مزاحمت Cu^{2+} را برای شناسایی Cd^{2+} از بین برد. برای این منظور به روی محلول شامل هر دو کاتیون یون سیانید بیفزایید، Cu^{2+} با یون سیانید تولید کمپلکس $[\text{Cu(CN)}_2]$ می کند. در این حالت Cd^{2+}

و Cu^{2+} احیا شده است. حال اگر یون سولفید به محیط اضافه کنید کمپلکس پایدار $[\text{Cu}(\text{CN})_2]$ وارد واکنش نمی شود اما $[\text{Cd}(\text{CN})_4]^{2-}$ نا پایدار بوده و با یون سولفید تشکیل رسوب زرد رنگ CdS می دهد.



(Cu^{2+} به Cu^2 احیا شده و CN^- به سیانوزن اکسید می شود)



(واکنش اکسایش - کاهش اتفاق نمی افتد.)



روش انجام آزمایش:

مرحله سوم - شناسایی و جداسازی Cu^{2+} و Cd^{2+}

محلول جداشده از یون Bi^{3+} ممکن است دارای $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ آبی رنگ، $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ بی رنگ و یا هر دو باشد. اگر محلول آبی رنگ باشد دلیل وجود Cu^{2+} است ولی اگر بی رنگ باشد نمی توان گفت Cu^{2+} وجود ندارد زیرا ممکن است غلظت آن کم باشد و رنگ آبی دیده نشود. در هر حال باید ده قطره از این محلول را در لوله آزمایش ریخته و چند قطره $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 0/1 مولار اضافه کنید. اگر رسوب شکلاتی رنگ تشکیل شد دلیل وجود Cu^{2+} است. اگر رسوب سفید تشکیل شد یعنی Cu^{2+} در محلول وجود ندارد و Cd^{2+} وجود دارد و نیازی به ادامه آزمایش نیست. اما اگر رسوب شکلاتی بود حضور مس تایید می شود و باید در ادامه Cd^{2+} شناسایی شود.

مرحله چهارم - شناسایی Cd^{2+} :

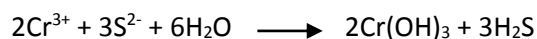
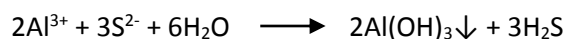
به محلول باقی مانده دو قطره پتاسیم سیانید 0/1 M و دو قطره تیواستامید اضافه کرده و در حمام آب گرم قرار دهید. رسوب زرد رنگ CdS دلیل وجود Cd^{2+} است.

آنالیز کاتیون های گروه سه

کاتیون های این گروه عبارتند از: Fe^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} . با HCl و با یون سولفید در محیط اسیدی نیز تشکیل رسوب نخواهد داد. اما کاتیون های Fe^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} و Co^{2+} با آمونیوم سولفید رسوب سولفید تشکیل می دهند و Al^{3+} , Cr^{3+} نیز در همین محلول به صورت هیدروکسید رسوب می کنند. بنابر این برای رسوب گیری کاتیون های این گروه از آمونیوم سولفید استفاده می شود.



کاتیون های Al^{3+} و Cr^{3+} به صورت هیدروکسید رسوب می کنند زیرا سولفید آن ها هیدرولیز می شود.



1-1 اگر آهن موجود به صورت Fe^{3+} باشد باید به وسیله هیدروژن سولفید در محیط اسیدی به Fe^{2+} احیا شود ا رسوب پایدار FeS تشکیل شود.



2-1 کاتیون های گروه سه غالباً رنگی بوده و رنگ آن ها به قرار زیر است:

Mn^{2+}	بی رنگ	Co^{2+}	بی رنگ و در غلظت زیاد صورتی
Zn^{2+}	سبز رنگ	Fe^{3+}	زرد رنگ
Ni^{2+}	صورتی مایل به قرمز	Al^{3+}	بی رنگ
Cr^{3+}	سبز تیره		

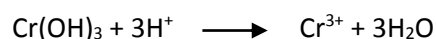
3-1 رسوب دادن کاتیون های گروه سه

به محلول مورد نظر (ده قطره) یک قطره HCl مولار اضافه کرده و حجم محلول را با آب مقطر به حدود ۱ ml برسانید. سپس دو قطره محلول آمونیوم سولفید افزوده و به مدت ۵ دقیقه در حمام آب گرم بگذارید. سپس به محلول پنج قطره آمونیاک غلیظ (۱۵M) اضافه کرده و محلول را هم بزنید تا رسوب تشکیل شود. مجدداً پنج دقیقه در حمام آب گرم قرار داده و سانتیفریوژ کنید. رسوب را از محلول جدا کنید و با چند قطره آب مقطر شستشو دهید. همه کاتیون های گروه سه تشکیل رسوب داده اند.

جدا کردن کبالت و نیکل

تئوری: سولفیدهای کبالت و نیکل در کلریدریک اسید نامحلول هستند ولی ZnS , FeS , MnS , $\text{Al}(\text{OH})$, $\text{Cr}(\text{OH})$ در HCl رقیق حل می شوند. بنابر این همه این پنج کاتیون ها به صورت محلول از رسوب CoS و NiS جدا خواهند شد.





روش آزمایش:

2-3 رسوب های اولیه گروه سه عبارتند از: CoS ، NiS ، MnS ، ZnS ، FeS ، $\text{Al}(\text{OH})_3$ و $\text{Cr}(\text{OH})_3$ به رسوب های موجود ده قطره HCl 1 مولار اضافه کرده و مخلوط را به هم بزنید و فوراً رسوب را از محلول رویی جدا نمایید. (چون در اثر مجاورت سولفیدهای کبالت و نیکل با HCl ممکن است قدری از این سولفیدها یونیزه شوند) رسوب را که شامل CoS و NiS است با ۴ قطره HCl یک مولار شستشو دهید و محلول جدا شده را که شامل کاتیون های Mn^{2+} ، Fe^{2+} ، Zn^{2+} ، Al^{3+} ، Cr^{3+} است برای مراحل بعد بگذارید. در ابتدا آزمایش های مربوط به شناسایی کبالت و نیکل را روی رسوب انجام دهید.

شناسایی کبالت و نیکل:

تئوری- سولفیدهای کبالت و نیکل در محلولی از کلریدریک اسید و نیتریک اسید (تیز اب سلطانی) حل می شوند:



برای اینکه اکسیدهای ازت خارج شوند باید محلول را تا جوشیدن حرارت داد (بهتر است تا خشک شدن حرارت ادامه یابد. زیرا اکسیدهای ازت در مراحل بعد ایجاد مزاحمت می کنند..

پس باید به محلول آمونیاک افزود. در این صورت کاتیون های Co^{2+} و Ni^{2+} با NH_3 تولید کمپلکس های زیر را می کنند:



برای شناسایی کبالت می توان از آمونیوم تیوسیانات در محیط آمیل الکل یا استون استفاده نمود. SCN^- با Co^{2+} تولید کمپلکس آبی رنگ

$(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$ می کند.

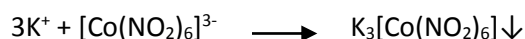
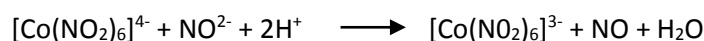
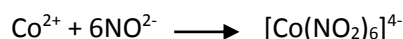


در این قسمت باید توجه داشت اگر در محیط Fe^{3+} وجود داشته باشد تولید مزاحمت می کند زیرا Fe^{3+} با SCN^- می تواند تولید کمپلکس قرمز خونی $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ بکند. برای رفع مزاحمت Fe^{3+} از سدیم فلوئورید استفاده می شود که با Fe^{3+} کمپلکس پایدار ایجاد می کند و دیگر Fe^{3+} با SCN^- وارد واکنش نشده و شناسایی Co^{2+} به خوبی انجام می شود.



اگر در این قسمت مطمئن باشید Fe^{3+} وجود ندارد ولی باز هم هنگام شناسایی کبالت در اثر افزودن آمونیوم تیو سیانات رنگ قرمز خونی تشکیل شود دلیل وجود نیتروزیل تیوسیانات است (NOSCN) این مزاحمت در صورتی به وجود می آید که هنگام حل کردن CoS و NiS در تیزاب سلطانی محلول به قدر

کافی حرارت داده نشود و اکسیدهای ازت خارج نشوند. برای شناسایی کبالت راه دیگری هم وجود دارد که طبق آن روش ابتدا باید Co^{2+} را به وسیله پتاسیم نیتريت به Co^{3+} اکسید نمود. در این مورد به علت وجود یون های Co^{3+} و NO_2 در محیط رسوب زرد رنگ $[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]^{3-}$ تشکیل می شود که تایید کننده وجود Co^{2+} در محیط است.



برای شناسایی نیکل می توان از مصرف دی متیل گلی اکسیم استفاده نمود که در حضور نیکل رسوب قرمز یا صورتی تشکیل می شود.

روش انجام آزمایش :

3-3 شناسایی کبالت و نیکل به رسوب CoS و NiS باقیمانده از مرحله قبل، سه قطره کلریدریک اسید (HCl) 12 M و یک قطره نیتريك اسید اضافه کرده و مخلوط را در حمام آب گرم قرار دهید تا سولفیدهای کبالت و نیکل حل شوند. سپس گوگرد را از محلول جدا کنید و محلول را روی شعله مستقیم بجوشانید، بهتر است شرارت را تا خشک شدن ادامه دهید که اکسید ازت خارج شود. به محلول آمونیاک 4M اضافه کنید تا محلول قلیایی شود. محلول آمونیاکی را برای شناسایی کبالت و نیکل به سه قسمت تقسیم کنید و روی هر قسمت مطابق روش های زیر آزمایش انجام دهید.

الف- 3-4- شناسایی نیکل (Ni^{2+})

به محلول ده قطره دی متیل گلی اکسیم اضافه کنید. اگر رسوب قرمز یا صورتی تشکیل شد نشان دهنده وجود نیکل است.

ب- 3-5- شناسایی کبالت (Co^{2+})

به قسمت دوم محلول HCl مولار ۱ اضافه کنید تا اسیدی شود و سپس به محلول چند دانه کریستال NH_4SCN اضافه کنید و به اندازه حجم آن آمیل الکل افزوده و محلول را به هم بزنید. اگر رنگ آبی حاصل شد، دلیل وجود کبالت و تشکیل ترکیب $[\text{Co}(\text{SCN})_4](\text{NH}_4)_2$ می باشد. اگر در اثر اضافه کردن NH_4SCN رنگ قرمز تولید شد دلیل وجود Fe^{3+} است که برای رفع این مزاحمت به محلول چند قطره سدیم فلوئورید بیفزایید (تا NaF جامد را به مقدار کم اضافه کنید). حال اگر رنگ محلول آبی شد دلیل وجود Co^{2+} است.

ج- 3-6- شناسایی Co^{2+}

سومین قسمت محلول را به وسیله استیک اسید 4M اسیدی کرده و سپس چند دانه کریستال پتاسیم نیتريت به محلول بیفزایید و محلول را در حمام آب گرم قرار دهید. اگر رسوب زرد رنگ تشکیل شد، وجود Co^{2+} تایید می شود.

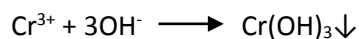
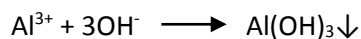
جداکردن و شناسایی آهن، منگنز، آلومینیوم، روی و کروم

تئوری- باید در این مرحله به محلول شامل کاتیون های Fe^{2+} ، Mn^{2+} ، Al^{3+} ، Cr^{3+} ، Zn^{2+} نیتريك اسید اضافه نمود تا Fe^{2+} به Fe^{3+} تبدیل شود.

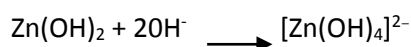


علت تبدیل Fe^{2+} به Fe^{3+} این است که $\text{Fe}(\text{OH})_3$ کم محلول تر از $\text{Fe}(\text{OH})_2$ بوده و خاصیت ژلاتینی کمتری دارد. برای جدا کردن و شناسایی این کاتیون ها اگر به محلول سود و آب اکسیژنه اضافه شود ابتدا کاتیون ها رسوب می کنند.

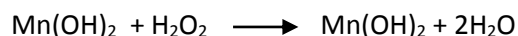




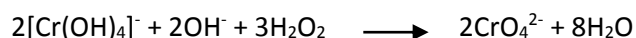
اگر مجدداً سود اضافه شود، هیدروکسیدهای Al(OH)_3 ، Cr(OH)_3 ، Zn(OH)_2 حل می شوند ولی هیدروکسیدهای Fe(OH)_3 و Mn(OH)_2 حل نمی شوند.



حال اگر به رسوب Mn(OH)_2 آب اکسیژنه اضافه شود، Mn(OH)_2 را اکسید کرده و به MnO_2 که دارای حلالیت کمتری است، تبدیل می کند.

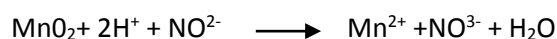


از طرفی آب اکسیژنه Cr^{3+} را به Cr^{6+} اکسید می کند:

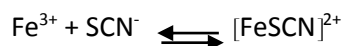


در این قسمت رسوب شامل MnO_2 و Fe(OH)_3 و محلول حاوی CrO_4^{2-} ، $[\text{Al(OH)}_4]^-$ ، $[\text{Zn(OH)}_4]^{2-}$ بوده و با سانتریفیوژ این دو قسمت از هم جدا می شوند.

اگر به رسوب شامل MnO_2 و Fe(OH)_3 مخلوطی از نیتریک اسید و سدیم نیتريت افزوده شود، رسوب ها می شوند و یون نیتريت در محیط اسیدی Mn^{4+} را به Mn^{2+} احیا می کند.

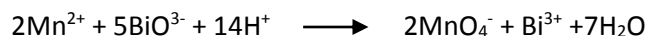


Fe^{3+} با یون تیوسیاناتات (SCN^-) تولید کمپلکس قرمز خونی $[\text{FeSCN}]^{2+}$ می کند و از این واکنش می توان برای شناسایی Fe^{3+} استفاده کرد.



از آنجا که Mn^{2+} مزاحمتی در شناسایی Fe^{3+} ایجاد نمی کند و نیز Fe^{3+} مزاحمتی در شناسایی Mn^{2+} ندارد، می توان این دو کاتیون را در محلول حاوی هر دو شناسایی کرد.

برای شناسایی Mn^{2+} می توان سدیم بیسموتات را در محیط نیتریک اسید به Mn^{2+} افزود، عمل اکسایش انجام شده و یون پرمنگنات ارغوانی رنگ تشکیل می شود.



روش انجام آزمایش

3-7 محلول یون های Mn^{2+} ، Fe^{3+} ، Al^{3+} ، Cr^{3+} ، Zn^{2+} را که از کبالت و نیکل جدا کرده اید، به ظرف مناسب منتقل کرده و 1 ml انیتریک اسید 4M به آن افزوده و تا خشک شدن حرارت دهید. به باقی مانده 1 ml آب مقطر افزوده و ده (10) قطره سود 4M و 6 قطره آب اکسیژنه 3% افزوده و در حمام آب

گرم به مدت پنج دقیقه قرار دهید. رسوب را که شامل MnO_2 و $\text{Fe}(\text{OH})_3$ است به کمک سانتریفیوژ از محلول جدا کنید. محلول را برای شناسایی Al^{3+} ، Cr^{3+} و Zn^{2+} نگه دارید. رسوب را به وسیله ده قطره آب و یک قطره سود 4M شستشو دهید.

8-3 شناسایی آهن و منگنز

به رسوب MnO_2 قهوه ای رنگ و $\text{Fe}(\text{OH})_3$ آجری رنگ برای شستشو 10 قطره آب مقطر و 1 قطره سود 4M افزوده و عمل شستشو را انجام دهید سپس به رسوب HNO_3 2ml چند قطره NaNO_2 افزوده و تا انحلال رسوب حرارت دهید (تا جوش). پس از سرد شدن محلول را در قسمت کنید:

الف- شناسایی Fe^{3+}

به یک قسمت از محلول 1ml آب مقطر و مقدار کمی NH_4SCN خشک بیفزایید. رنگ قرمز خونی حضور Fe^{3+} را تایید می کند.

ب- شناسایی Mn^{2+}

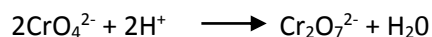
به قسمت دوم محلول چند قطره آب مقطر و مقدار کمی سدیم بیسموتات خشک بیفزایید. با هم زدن محلول رنگ ارغوانی پرمنگنات (MnO_4^-) ظاهر می شود که دلیل آن حضور Mn^{2+} در محلول است

جدا کردن و شناسایی Al^{3+}

تئوری- اگر به محلول شامل $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ ، $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ و CrO_4^{2-} نیتریک اسید افزوده شود، Al^{3+} و Zn^{2+} خاصیت بازی نشان داده و به صورت کاتیون های مربوطه در می آیند.



اما در حضور اسید (بسته به غلظت یون هیدروژن محیط) به CrO_4^{2-} تبدیل می شود



حال اگر به محلول، محلول آمونیاک اضافه شود، Al^{3+} به $\text{Al}(\text{OH})_3$ ژلاتینی و $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ مجدداً به CrO_4^{2-} تبدیل شده ورودی به کمپلکس $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ تبدیل می شود و به این ترتیب Al^{3+} از دو یون دیگر جدا میشود.



حال با سانتریفیوژ می توان رسوب: $\text{Al}(\text{OH})_3$ را از محلول شامل روی و کروم جدا کرد. برای شناسایی آلومینیوم باید رسوب $\text{Al}(\text{OH})_3$ را در HCl حل کرده و برای شناسایی آن از معرف آلیزارین در حضور آمونیاک استفاده نمود. رسوب قرمز رنگ در این شرایط نشان دهنده وجود Al^{3+} است.

9-3- شناسایی Al^{3+}

محلول شامل $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ و CrO_4^{2-} و $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ را به وسیله استیک اسید 4M اسیدی کنید. سپس ۲ تا ۳ قطره اسید اضافی به محلول بیفزایید و PH محیط را با کاغذ pH کنترل کنید. حال محلول را با آمونیاک 4M قلیایی کنید (تشکیل رسوب ژلاتینی $\text{Al}(\text{OH})_3$ به کمک کاغذ pH می توان از میزان مناسب آمونیاک مطمئن شد. حال رسوب را از محلول به کمک سانتریفیوژ جدا کنید. به رسوب چند قطره آلیزارین بیفزایید. اگر رسوب قرمز رنگ تشکیل شد حضور Al^{3+} تایید می شود.

شناسایی Cr^{3+} و Zn^{2+}

تئوری- اگر یون کرومات در محلول وجود داشته باشد به آسانی قابل شناسایی است زیرا رنگ محلول زرد خواهد شد. محلول را باید اسیدی و به دو قسمت تقسیم نمود. اگر به قسمت اول باریم کلرید خشک اضافه شود تشکیل رسوب لیمویی دلیل وجود Cr^{3+} در محیط است. به قسمت دوم اگر تیو استامید اضافه شود و حرارت داده شود تولید رسوب روی سولفید (ZnS) سفید رنگ مشاهده می شود که دلیل وجود Zn^{2+} است. از طرفی Zn^{2+} را می توان به کمک معرف دی تیزون شناسایی کرد که اگر Zn^{2+} در محلول وجود داشته باشد رنگ قرمز متمایل به ارغوانی مشاهده می شود.

3-10- روش شناسایی Cr^{3+} و Zn^{2+}

محلول شامل CrO_4^{2-} و $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ را جهت شناسایی Zn^{2+} و Cr^{3+} به سه قسمت تقسیم کنید.

الف- شناسایی Cr^{3+}

به یک قسمت از محلول استیک اسید بیفزایید تا محلول اسیدی شود سپس باریم کلرید خشک بیفزایید. رسوب زرد رنگ باریم کرومات موید حضور Cr^{3+} است. (به جای باریم کلرید می توان از سرب استات برای شناسایی کروم استفاده کرد که اینجا هم اگر کروم وجود داشته باشد رسوب زرد رنگ PbCrO_4 تشکیل میشود.)

ب- شناسایی Zn^{2+}

به قسمت دیگری از محلول پنج قطره تیو استامید افزوده و در حمام آب گرم قرار دهید. اگر رسوب سفید تشکیل شد حضور روی مشخص می شود.

ج- شناسایی Zn^{2+}

به قسمت سوم محلول دی تیزون اضافه کنید. رنگ قرمز متمایل به قهوه ای حضور روی را در محلول تایید می کند.

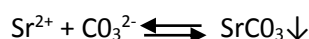
کاتیون های گروه چهار

کاتیون های این گروه عبارتند از: استرانسیم، کلسیم و باریم که کلریدها و سولفیدها و هیدروکسیدهای این کاتیون ها در شرایط رسوب گیری گروه های یک و دو و سه محلول هستند. این سه کاتیون در محیط آمونیاکی با آمونیم کربنات رسوب می کنند. غلظت یون کربنات که از محلول آمونیم کربنات به دست می آید باید به اندازه ای باشد که کاتیون های فوق به طور کامل رسوب کنند. از طرفی مقداری از یون کربنات هیدرولیز میشود.



غلظت یون OH^- حاصل از آمونیاک بر واکنش تعادلی فوق اثر گذاشته، واکنش به سمت چپ متمایل میشود و غلظت یون کربنات به اندازه مورد نظر می رسد که کاتیون های گروه چهار به صورت کربنات رسوب کنند. از طرفی با کاهش غلظت یون OH^- اگر منیزیم در محیط باشد نمی تواند به صورت منیزیم هیدروکسید رسوب کند و مزاحمت احتمالی یون منیزیم از بین می رود.

اگر محلول مورد آزمایش مقداری NH_4^+ اضافی داشته باشد، باید محلول را قبل از آزمایش تا خشک شدن حرارت داد تا نمک آمونیم موجود تجزیه و خارج گردد، در غیر این صورت غلظت یون کربنات بیش از حد پایین آمده و کربنات های این گروه به طور کامل رسوب نخواهند کرد.



این رسوب های کربناتی در محیط های اسیدی حل می شوند. برای حل کردن آن ها از استیک اسید استفاده میشود. به عنوان مثال می توان حل شدن باریم کربنات را در استیک اسید در نظر گرفت:

- 1) $\text{BaCO}_3 \rightleftharpoons \text{Ba}^{2+} + \text{CO}_3^{2-}$
- 2) $\text{CH}_3\text{COOH} \rightleftharpoons \text{CH}_3\text{COO}^- + \text{H}^+$
- 3) $\text{CO}_3^{2-} + \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{HCO}_3^-$
- 4) $\text{HCO}_3^- + \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{H}_2\text{CO}_3$
- 5) $\text{H}_2\text{CO}_3 \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$

غلظت یون H^+ حاصل از واکنش ۲ که در معادلات ۳ و ۴ و ۵ تاثیر می گذارد، باعث می شود غلظت یون کربنات در معادله ۱ کاهش یافته و باعث انحلال بیشتر باریم کربنات می شود.

روش انجام آزمایش:

1-4- رسوب دادن کاتیون های گروه چهار

ده قطره از محلول مورد آزمایش را تا خشک شدن حرارت دهید. سپس یک قطره HCl ، 12M و 12 قطره آب بیفزایید سپس محیط را به وسیله آمونیاک 4M قلیایی کنید. بعد از قلیایی شدن محیط یک قطره آمونیاک اضافه و 2 قطره آمونیم کربنات اضافه کرده و در حمام

آب گرم قرار دهید. بعد از سرد شدن سانتیفریوژ کرده و رسوب را جدا کنید.

جدا کردن باریم

از آن جا که باریم کرومات در محیط استیک اسید نا محلول است و کرومات های استرانسیم و کلسیم در محیط محلول می باشند به این روش می توان باریم را از دو کاتیون دیگر تشخیص داد.

2-4- روش انجام آزمایش

رسوب را در مخلوطی از ۲ قطره استیک اسید 4M و ۴ قطره آمونیم استات 1M حل کنید و سپس به محلول یک قطره پتاسیم کرومات (K₂CrO₄) 1مولار اضافه کنید. رسوب زرد BaCrO₄ نشان دهنده وجود باریم است. رسوب را از محلول جدا کرده و مجدداً کرومات اضافه کنید. اگر رسوب جدید تشکیل نشد محلول برای شناسایی استرانسیم و کلسیم آماده است و اگر رسوب تشکیل شد با سانتیفیوژ مجدد محلول را جدا کنید.

به رسوب BaCrO₄ موجود یک قطره سولفوریک اسید M۴ و ۳ قطره HCl ۱۲مولار اضافه کنید. رسوب سفید رنگ باریم سولفات (BaSO₄) تایید کننده حضور باریم است.

توجه کنید که یون کرومات در محیط اسیدی دارای واکنش تعادلی زیر است:



به همین دلیل غلظت H⁺ محیط باید کنترل شود زیرا اگر محیط بیش از حد اسیدی باشد باریم کرومات به صورت BaCr₂O₇ در آمده که محلول است و علی رغم وجود Ba²⁺ در محیط رسوبی مشاهده نمی شود. از طرفی اگر غلظت H⁺ محیط خیلی پایین باشد، غلظت یون کرومات زیاد شده و باعث می شود علاوه بر باریم، استرانسیم هم تشکیل رسوب SrCrO₄ داده و همراه باریم از محیط خارج شده و ایجاد خطا نماید (BaCr₂O₇ در محیط قلیایی رسوب می کند). بنابر این باید pH محیط تنظیم شود به گونه ای که فقط BaCrO₄ رسوب کند و SrCrO₄ رسوب نکند. به این منظور از تامپون استیک اسید و آمونیم استات استفاده می شود.

تشخیص استرانسیم و کلسیم تتوری

تتوری - اگر به محلول حاوی استرانسیم و کلسیم آمونیم سولفات اضافه شود، استرانسیم به صورت استرانسیم سولفات رسوب می کند ولی کلسیم رسوب نخواهد کرد.



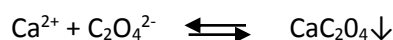
سفیدرنگ

3-4 شناسایی استرانسیم

به محلول جد آمده از رسوب باریم کرومات، چند قطره آمونیم سولفات اضافه کرده و آن را بجوشانید. رسوب استرانسیم سولفات سفید رنگ حاصل می شود. سانتیفیوژ کرده و رسوب را جدا کنید. برای اطمینان از خروج کامل Sr²⁺، محلول را مجدداً با آمونیم سولفات بجوشانید و اگر مجدداً رسوباتی تشکیل شد آن را سانتیفیوژ کنید. محلول جدا شده برای شناسایی کلسیم به کار می رود.

4-4 شناسایی کلسیم

محلول باقی مانده از مرحله قبل را تا جوش حرارت داده و سپس دو قطره محلول آمونیم اگزالات تشکیل می شود.



نکته: شعله املاح باریم سبز رنگ، کلسیم نارنجی رنگ و استرانسیم ارغوانی می باشد.

الف- به ده قطره از محلول کاتیون های گروه پنج آنقدر آمونیاک M۴ اضافه کنید تا محیط قلیایی گردد، سپس دو قطره محلول سدیم هیدروژن فسفات (Na₂HPO₄) یک مولار اضافه کنید، رسوب سفید کریستالی دلیل وجود Mg²⁺ است.

ب- به ده قطره از محلول کاتیون های گروه پنج ابتدا چند قطره سود بیفزایید، سپس چند قطره معرف زرد. تیتان اضافه کنید. تشکیل رسوب قرمز رنگ نشان دهنده کاتیون Mg²⁺ می باشد.

شناسایی کاتیون پتاسیم

تئوری- برای شناسایی K^+ یون Mg^{2+} ایجاد مزاحمت می کند. به همین دلیل از محلولی که Mg^{2+} آن را به یکی از دو روش گفته شده به صورت رسوب جدا شده باید استفاده شود. از طرفی یون NH_4^+ نیز در شناسایی K^+ اشکال ایجاد می کند. برای رفع مزاحمت و خارج کردن NH_4^+ به محیط نیتریک اسید اضافه کرده و آنقدر حرارت می دهند تا خشک شود. در این صورت نمک آمونیم از محیط خارج می شود. همچنین می توان برای خارج ساختن املاح آمونیایی از محلول سود استفاده نمود.

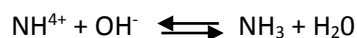
حال اگر به محلول دارای یون K^+ محلول کمپلکس سدیم هگزانیتر و کبالتات سه $(Na_3[Co(Na_2)_6])$ افزوده شود رسوب زرد رنگ $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ تشکیل می شود که دلیل حضور K^+ در محیط است. ضمناً رنگ شعله پتاسیم بنفش می باشد، اما اگر رنگ بنفش توسط رنگ زرد پوشانده شد نشانه وجود سدیم در محیط است که در این صورت برای مشاهده شعله پتاسیم از شیشه کبالت استفاده می شود. از پشت شیشه کبالت ، شعله پتاسیم به وضوح دیده می شود.

3-5- روش انجام آزمایش شناسایی K^+

به محلولی که Mg^{2+} آن را جدا کرده اید ۴ قطره نیتریک اسید غلیظ افزوده و محلول را تا خشک شدن حرارت دهید. سپس باقی مانده را سرد کرده و به آن یک قطره HCl ده مولار و پنج قطره استیک اسید 4M اضافه کرده و بجوشانید. حال دو قطره از محلول را برداشته و به آن پنج قطره محلول سدیم هگزانیتر و کبالتات سه اشباع بیفزایید. اگر رسوب زرد رنگ تشکیل شود دلیل بر وجود یون K^+ در محیط است

شناسایی یون آمونیم

تئوری- برای شناسایی آمونیم در محلول از باز قوی غیر فرار نظیر سود استفاده می شود، برای این کار به محلول شامل کاتیون های گروه پنج سود اضافه کرده و حرارت می دهند تا گاز آمونیاک متصاعد شود



کاتیون های گروه پنج

کاتیون. های این گروه شامل Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , NH_4^+ می باشد. این کاتیون ها را نمی توان مانند کاتیون های گروه های قبل به وسیله یک معرف رسوب داد. بنابر این برای شناسایی کاتیون های این گروه بدون رسوب گیری آن ها را شناسایی می کنند.

شناسایی سدیم

تئوری- برای شناسایی سدیم می توان از محلول استات مضاعف روی واورانیل (روی استات، اورانیل استات و استیک اسید) استفاده کرد که رسوب زرد کریستالی استات تروپیل روی و سدیم و اورانیل دلیل حضور یون سدیم در محیط است.



به هنگام شناسایی Na^+ کاتیون های Mg^{2+} و NH_4^+ مزاحمتی ایجاد نمی کنند.

نکته: رنگ شعله سدیم زرد است.

۱-۵- روش انجام آزمایش شناسایی سدیم به دو قطره از محلول مورد آزمایش استیک اسید اضافه کنید تا محیط اسیدی گردد، سپس به یک قطره از محلول پنج قطره معرف سدیم اضافه کنید، هم زده و یک ساعت بگذارید بماند، رسوب زرد کریستالی تولید شده دلیل وجود سدیم است. جدا کردن و شناسایی کاتیون منیزیم تئوری باید به یک قسمت از محلول شامل کاتیون های گروه پنج آمونیاک افزوده و سپس به آن سدیم هیدروژن فسفات اضافه شود. اگر در منیزیم در محیط حضور داشته باشد رسوب سفید کریستالی آمونیم منیزیم فسفات تشکیل می شود.



همان طور که مشاهده می شود، در اثر این واکنش یون هیدروژن تولید شده که باعث می شود مقداری از رسوب مجدداً حل شود. برای رفع این مشکل باید محلول را توسط آمونیاک قلیایی نمود که در این صورت غلظت H^+ کم شده و تعادل به سمت راست، متمایل می شود. رسوب آمونیم منیزیم فسفات $(\text{MgNH}_4)\text{PO}_4$ در اسید ها قابل حل می باشد.

نکته- برای شناسایی کاتیون منیزیم می توان از معرف زرد تیتان $(\text{Na}_2\text{C}_{28}\text{H}_{18}\text{N}_5\text{S}_4\text{O}_6)$ استفاده نمود که با منیزیم تولید رسوب قرمز رنگ می نماید.

2-۵- روش انجام آزمایش شناسایی کاتیون منیزیم

و اگر در اثر تماس گاز متصاعد شده با کاغذ تورنسل رنگ آن آبی میشود حضور NH_4^+ تایید می شود. باید توجه داشت که سایر کاتیون های گروه پنج در شناسایی آمونیوم تولید مزاحمت نمی کنند. به همین دلیل در این قسمت می توان از محلول اولیه استفاده کرد.

4-۵- روش انجام آزمایش شناسایی یون آمونیوم (NH_4^+) به ده قطره محلول اولیه چند قطره سودا مولار اضافه کنید تا محیط قلیایی گردد، سپس یک تکه کاغذ تورنسل را توسط آب مقطر به قسمت محدب شیشه ساعت بچسبانید و شیشه ساعت را روی محلول قرار داده و به آهستگی حرارت دهید (شیشه ساعت به لوله آزمایش نچسبد) اگر کاغذ در آن مدت زمان آبی شد یعنی در محلول آمونیوم وجود دارد.

توجه- وجود یون آمونیوم را می توان به وسیله معرف نسلر نیز شناسایی کرد که در حضور این معرف یون آمونیوم در محیط رنگ قهوه ای ایجاد می کند.