

جزوه آزمایشگاه شیمی عمومی (کاتیون شناسی)

شعبه بین المللی ارس، دانشگاه علوم پزشکی تبریز

قوانین و نکات ایمنی جهت کار در آزمایشگاه

۱. قبل از شروع کار روزانه ونتیلاتور و سیستم های تهویه را روشن کنید و اگر معایب و اختلالی در کار آنها بوجود آمد تمام کارهایی را که با مواد سمی همراه می باشد متوقف ساخته و برای عمل تهویه پنجره های آزمایشگاه را باز کنید .
۲. قبل از به کار انداختن دستگاه های الکتریکی باید محل نصب و سیم اتصال زمینی آنها را کنترل و بررسی کرد .
۳. تمام وسایل چینی و شیشه ای که جهت نگهداری مواد شیمیایی به کار می روند باید داری برچسب همراه با اسامی دقیق آنها باشد ، شناسایی مواد شیمیایی از طریق چشیدن یا بو کردن ممنوع است.
۴. هنگام کار با مایع برم و اسید ها و قلیاهای غلیظ و سایر مایعات سوزاننده باید از هود مجهز به ونتیلاتور استفاده گردد. خالی کردن مقدار زیاد اسیدها و قلیاها از ظرفی به ظرف دیگر باید به کمک سیفون صورت گیرد و کسی که این عمل را انجام می دهد باید از دستکش لاستیکی ، پیشبند ، چکمه و عینک محافظ استفاده کند .
۵. برای ریختن اسیدها و قلیاها در قطره چکان و یا پیست نباید از مکیدن بوسیله دهان استفاده کرد . بر ای این کار پواره ای مخصوصی بکار برده می شود.
۶. هنگامی که می خواهید اسید سولفوریک غلیظ را رقیق نمایید اسید را به آهستگی و به مقادیر کم در آب سرد ریخته و مدام به هم بزنید ، عکس این عمل یعنی ریختن آب روی اسید غلیظ ممنوع است زیرا باعث پاشیدن قطرات اسید به سر و صورت و اطراف و در نتیجه سوختگی می شود .
۷. ریختن اسیدها و قلیاهای زیاد در دستشویی در صورتی مجاز است که آنها را به حد کافی خنثی کرده باشند .

۸. مواد قلیایی جامد مانند حبه ه ای سود و پتاس را با پنس یا انبره ای مخصوص یا توسط اسپاتوله ای چینی و به کمک دستکش لاستیکی برداشته و به کار برد .
۹. هنگام برداشتن در شیشه های برم ، آب اکسیژنه ، اسیدها وسایر مایعات شیمیایی سوزاننده باید دهانه آنها را دور از افراد گرفت بخصوص عمل باز کردن ارلن ها و ظروف محتوی برم باید زیر هود انجام گیرد .
۱۰. محل نگهداری ظروف محتوی اسیدها و قلیاها وسایر محلول های خطرناک باید دور از دستگاهها و وسایل تولید حرارت باشد.
۱۱. اگر بخواهید ظرف محتوی یک محلول داغ را از جایی به جای دیگر ببرید آن را دور از بدن گرفته و یک دست خود را به کمک یک حوله یا یک قطعه پارچه زیر آن قرار دهید .
۱۲. بری جلوگیری از جوشیدن محلول که در نتیجه اختلاف دانسیته سطوح تحتانی و فوقانی صورت می گیرد باید فیلترها را قبل از حرارت دادن به هم بزنید .
۱۳. ظروف شیشه ای داغ را از قبیل بشر و ارلن و غیره با دست خالی نگیرید و برای این کار از گیره های بخصوص یا حوله و غیره استفاده کنید .
۱۴. ظروفی که در خلأ مورد استفاده قرار می گیرند مانند ارلن بوخنر و غیره باید ابتدا توسط یک پمپ خلأ در هود محافظ چوبی تحت آزمایش و کنترل قرار گیرند و موقع کاربرد باید داری توری سیمی محافظ باشند .
۱۵. کلیه ظروف شیشه ای ، ارلن ها ، قطره چکان ها و غیره باید عاری از لبه های تیز بوده و در صورت ترک خوردگی از آنها استفاده نشود .
۱۶. ظروفی که حرارت داده می شوند نباید بیش از دو سوم حجم خود دارای محلول باشند .

۱۷. عمل ارتباط و اتصال ظروف مثلاً گذراندن لوله های شیشه ی از چوب پنبه ها و یا بستن لوله های کوارتزی توسط چوب پنبه و غیره باید به کمک یک حوله انجام داد و ظروف مربوطه را قبلاً با گلیسرین چرب نمود و در این عمل باید دست شخص تا آنجا که ممکن است به چوب پنبه نزدیک باشد .
۱۸. طرز کار وسیل الکتریکی را به طور مرتب باید کنترل و بررسی نمود .
۱۹. تمام تکنسین ه ای آزمایشگاه موظف اند محل کار خود را پاکیزه نگه داشته و محلولهای ریخته شده و شیشه های شکسته را فوراً جمع آوری نمایند . وسایل و دستگاههای الکتریکی را در صورتی می توان تمیز نمود که خاموش باشند .
۲۰. نگهداری و صرف غذا در اطاق ه ای کار بخصوص جاهایی که گاز و مواد سمی شیمیایی وجود دارند ممنوع است . و استفاده از ظروف آزمایشگاهی برای نگهداری غذا نیز مجاز نیست.
۲۱. کلیه کارکنان آزمایشگاه باید از روپوش کار تمیز و بدون سوراخ و پارگی استفاده نم آیند.
۲۲. ورود افراد متفرقه به آزمایشگاه مجاز نیست .
۲۳. بکار گماردن افراد در آزمایشگاه باید پس از معاینات دقیق پزشکی و آموزش کامل مقررات آزمایشگاه صورت گیرد .
۲۴. به منظور جلوگیری از خطرات آتش سوزی باید هر آزمایشگاه مجهز به کپسولهی آتش نشانی و شیره ای آب و پادریه ای پشمی باشد .
۲۵. نگهداری مواد آتش زا در آزمایشگاه باید به مقدار کم و در حد مصرف روزانه باشد (از سه الی چهار کیلوگرم تجاوز نکند).
۲۶. مواد قابل اشتعال را باید در جعبه ه ای آهنی نگهداری کرد و روی آن برچسب (مواد آتش گیر) چسباند

۲۷. در صورتی که یکی از مواد آتش گیر روی زمین بریزد باید بلافاصله دستگاهه ای حرارتی را خاموش کرده و محل مربوطه را پاک نمود.

۲۸. ارلن ها و سایر ظروف م یعات زلال و روشن را باید دور از تابش مستقیم نور آفتاب قرار داد زیرا که در اثر تمرکز اشعه آفتاب بر روی سطح میز ، باعث آتش سوزی شود .

۲۹. از اتصال چند دستگاه الکتریکی به یک پریز برق خودداری کنید.

۳۰. پس از اتمام کار روزانه باید کلید دستگاههای الکتریکی و ونتیلاتور را خاموش کرده و شیرهای آب و جریان برق ورودی را قطع کنید .

۳۱. کشیدن سیگار در اتاقهای کار ممنوع است.

۳۲. هنگام حمل و نقل و یا استفاده از کپسول ه ای گاز اکسیژن یا سایر گازها ای فشرده بلیستی نهایت مراقبت و دقت را به عمل آورد و از افتادن اتفاقی آنها ویا ایجاد ضربه جلوگیری کرد .

۳۳. اینگونه کپسولها را نباید نزدیک اجاق و سایر وسایل تولید حرارت قرار داد . حداقل فاصله آنها تا لوازم حرارتی باید پنج متر باشد و اشعه مستقیم آفتاب نیز نباید به آنها بتابد

۳۴. کپسولهای گاز فشرده را باید به طور مداوم محافظت نمود.

۳۵. هنگام کار حتی الامکان از آغشته شدن بدنه کپسول گاز اکسیژن و بخصوص مانومتر آن با چربیها و نفت و غیره اجتناب نمود . به کار بردن واشر ولوله های ارتباطی قابل اشتعال در اینگونه کپسولها ممنوع است .

۳۶. کپسولهای گاز فشرده نباید کاملاً خالی شوند بهتر است در حدود دو اتمسفر گاز در آنها بماند .

۳۷. هنگام استفاده از چراغهای الکلی یا نفت سوز، بنزین سوز و غیره از گرم شدن مخزن آنها جلوگیری نمایید تا باعث انفجار نشود. برای این منظور می توان گهگاهی مخزن آنها را با یک پارچه مرطوب خنک نمود و یا چراغ را خاموش ساخت تا مخزن آن خنک گردد.

تجزیه کیفی عناصر

در روش های کلاسیک تشخیص و اندازه گیری عناصر دو طریق کلی که در بسیاری از جهات با یکدیگر مشابه و در برخی از نکات با یکدیگر تفاوت دارند دیده می شود .

۱- تجزیه کیفی (چونی) *Qualitative Analysis* : که در آن عناصر شامل فلزات و غیر فلزات موجود در یک ماده جامد یا در یک مایع را تشخیص می دهند .

۲- تجزیه کمی (چندی) *Quantitative Analysis*: که نه فقط عناصر موجود در جامد یا مایع تشخیص داده می شود بلکه مقدار آن نیز اندازه گرفته و محاسبه می شود . در این مبحث را که فقط عبارت از تجزیه کیفی عناصر است مورد بحث می باشد .

میانگ و تجزیه کیفی

در تجزیه کیفی بسته به مقدار نمونه ممکن است روش متفاوتی دنبال شود . جدول زیر روش مربوط به هر مورد را نشان می دهد .

روش تجزیه	وزن نمونه	حجم نمونه
ماکرو	۰/۱ - ۱۰ گرم	۵-۱۰۰ میلی لیتر
نیمه میکرو	۱۰-۱۰۰ میلی گرم	۰/۰۵-۵ میلی لیتر
میکرو	۱-۱۰ میلی گرم	۰/۰۰۱ میلی لیتر

از آنجائی که روش تجزیه نیمه میکرو مستلزم وقت کم و مصرف مواد شیمیایی در حد متوسط می باشد بر سایر روش ها ارجحیت دارد .

اصل روش مبنی بر آن است که با اضافه کردن یک محلول یا یک گرد خشک بعضی از عناصر را رسوب گرفته و از برخی دیگر جدا می کنند .

مثال : اگر محلولی شامل یون نقره و یون روی باشد با اضافه کردن اسید سولفوریک رقیق به این محلول بودن نقره موجود در محلول با یون کلر حاصل از اسید کلریدریک بر طبق فرمول زیر ترکیب شده و ایجاد رسوب سفید $AgCl$ را می نماید .

در حالی که یون روی مطلقاً با یون کلر وارد فعل و انفعال نمی شود و همانطور در داخل محلول باقی می ماند . حال اگر این محلول را که شامل رسوب نیز هست از روی یک کاغذ صافی که در داخل قیفی گذارده شده صاف کنیم رسوب کلرور نقره در روی کاغذ صافی باقی می ماند در حالی که محلول صاف شده شامل یون روی است . به این ترتیب می توان دو یون نقره و روی را از یکدیگر جدا کرد .

تایید کننده تجزیه میکرو:

- A: بهم زدن:** کلیه محلول ها را پس از اضافه نمودن معرف بایستی به هم زد تا اختلاط کاملاً صورت گیرد.
- B: رسوب گیری:** هرگاه دو محلول با یکدیگر وارد واکنش شوند و جسم جامدی را تولید نمایند این پدیده را رسوب گیری می گویند. در تجزیه نیمه میکرو رسوب گیری درون لوله آزمایش با استفاده از سانتریفوژ صورت می گیرد . بایستی بعضی از اصول ضروری را در روش رسوب گیری در نظر داشت و به آن ها توجه نمود .

- ۱- معرفها را به ملایمت اضافه کرد (قطره قطره) (چکه چکه) و با محلول خوب مخلوط نمود.
 - ۲- رسوبی که در حمام آب گرم تشکیل می شود خیلی رضایت بخش تر از رسوبهایی است که در محیط سرد بوجود می آیند. حرارت سرعت واکنش را افزایش داده و رسوب بیشتری به دست می آید.
 - ۳- بیش از حد لزوم نبایستی معرف اضافه شود، زیرا زیادی معرف ممکن است حلالیت رسوب را به دلیل تشکیل یونهای کمپلکس یا اثر نمکها بالا ببرد.
 - ۴- همیشه با افزودن یک قطره معرف به محلول های رسوب، کامل بودن عمل رسوب گیری را آزمایش نمائید.
 - ۵- غالباً در هنگام رسوب گیری، حضور یک الکترولیت در محلول مانع از انتشار ذرات کلوئیدی می شود
- C- حرارت دادن محلول:** محلول را در لوله آزمایش کوچک نمی توان به آسانی حرارت داد زیرا تمام یا مقداری از محلول بیرون پاشیده می شود. بهترین روشی که برای حرارت دادن محلول وجود دارد گرفتن لوله آزمایش با گیره مخصوص و قرار دادن آن در بن ماری می باشد.
- D- تبخیر:** گاهی لازم است که حجم محلول را توسط تبخیر کاهش دهیم. کم کردن حجم قابل ملاحظه ای از یک محلول در لوله آزمایش توسط حمام آب گرم عملاً وقت گیر است. تبخیر را توسط حرارت دادن محلول در یک بوتله چینی یا بشر کوچک بر روی شعله مستقیم می توان انجام داد، وقتی که تبخیر را تا نزدیک خشک شدن انجام می دهیم بایستی بشر را بوتله را در حالی که هنوز چند قطره محلول در آن باقی مانده است، از روی شعله برداشت.

E- سانتریفوژ: در این روش از نیروی گریز از مرکز جهت ته نشینی املاح استفاده می کنیم ، لذا برای متعادل بودن دستگاه ، وقتی لوله آزمایش محتوی محلول آزمایش را در یک حفره قرار می دهیم باید یک لوله آزمایش دیگر را برابر با حجم مجهول پر از آب نموده و در حفره مقابل قرار می دهیم اگر در این مورد احتیاط نکرده و تعادل برقرار نباشد خسارت جدی به دستگاه سانتریفوژ وارد می گردد.

F- جداسازی مایع از رسوب: وقتی که محلول حاوی رسوب سانتریفوژ می گردد ، رسوب به صورت متراکم در انتهای لوله آزمایش ته نشین می گردد. مایع سطحی را که محلول روی رسوب نامیده می شود می توان با احتیاط و بدون بر هم زدن رسوب توسط میکروپیت جدا نمود . اگر رسوب متراکم نباشد ، تکه ای پشم در انتهای پیت قرار داده تا از ورود رسوب به داخل میکرو پیت جلوگیری شود معمولا محلول شفاف روی رسوب را به لوله آزمایش دیگری منتقل می نمایند .

G: شستشوی رسوب: پس از جداسازی محلول روی رسوب مقداری از محلول اولیه بر روی رسوب می باشد. چنین یونهایی ممکن است در تجزیه رسوب مزاحمت تولید نمایند متداول است که آن ها را توسط شستشو جدا نمائیم در عمل شستشو یونهای ناخواسته را با چندین بار اضافه کردن مقدار کمی آب مقطر خارج می سازند (یا با محلول ذکر شده) سپس محلول را سانتریفوژ نموده و آب شستشو را توسط میکروپیت خارج ساخت . شستشوی مواد کلوئیدی دشوارتر از اجسام بلوری است . در صورتی که رسوب ریز و پراکنده باشد ، محل شستشو بایستی حاوی یک الکترولیت مانند نمک طعام مانند نمک آمونیوم باشد .

طرح کلی تجزیه کیفی

نمونه آزمایش که ممکن است یک عنصر یا ترکیبی از چند عنصر باشد به دو روش عمومی زیر مورد تجزیه قرار می گیرد:

۱- تجزیه مواد خشک ۲- تجزیه تر

نمای تجزیه خشک:

- ۱- این روش عموماً شامل آزمایشهای مقدماتی بر روی نمونه است لیکن در جریان پیوسته عمل تجزیه دارای کارایی بیشتری خواهد بود .
- ۲- اطلاعات مفیدی برای پی بردن به ماهیت یک یا چند عنصر نمونه مجهول به دست می دهد .
- ۳- نوع این واکنش ها غیر یونی بوده و عموماً به کاتیونها ، آنیونها و یا ترکیب مشخصی از رادیکال های موجود در نمونه بستگی دارد .
- ۴- در رابطه با تشخیص مواد نامحلول که دارای ترکیب شیمیایی نسبتاً ساده ای بوده ولی حل کردن همراه با اشکالات زیادی همراه است . استفاده از این روش دارای اهمیت می باشد .
- ۵- به طور کلی استفاده از روش تجزیه خشک برای آزمایش های اثباتی توصیه می شود .

روش های تجزیه تر:

A: احتراق در لوله خشک:

برخی مواد بر اثر احتراق تجزیه شده و محصولات خاصی تولید می کنند مثلاً کربناتها بر اثر احتراق تولید گاز CO_2 می کنند .

برخی از مواد بر اثر حرارت تغییر رنگ داده و اگر سرد شوند به رنگ اولیه در می آیند مثل ZnO از سفید به زرد .

برخی از مواد بر اثر حرارت سوخته و تولید زغال می کنند.

B- آزمایش های شعله:

برخی از مواد ، مخصوصاً ترکیباتی که دارای فلزات واقع در سومین گروه اصلی در جدول تناوب می باشد در شعله معمولی تولید رنگ می کنند و بنابراین فلز خاصی از طریق رنگ شعله آن ممکن می گردد این عمل با استفاده از سیم پلاتینی تمیز انجام می گیرد .

سدیم به رنگ زرد طلایی ، پتاسیم به رنگ بنفش کم رنگ ، لیتیم به رنگ قرمز جگری ، باریم به رنگ سبز روشن در می آید .

C- آزمایش با دانه های بوراکس:

فلزات واسطه واقع در میانه گروه های طولانی جدول تناوبی بوراتهای رنگین می کنند که ممکن است از آنها در آزمایشهای خشک برای تشخیص این فلزات استفاده کرد . در شعله های اکسید کننده و احیاء کننده ممکن است بوراتها با رنگ های مختلف تولید شوند .

فلز	شعله احیاء کننده	شعله اکسید کننده
کروم	سبز	سبز
کبالت	آبی	آبی

مس	قرمز	آبی یا آبی سبز
نیکل	خاکستری	قهوه ای

D- آزمایش با دانه های کربنات سدیم:

کربنات سدیم روی شعله چراغ تولید دانه مات می کند از این دانه ها اکثراً برای تشخیص سیلیکاکه با آن تولید شیشه شفاف می نماید استفاده می شود .

به عنوان یک قلیا ، با برخی از اکسید های اسیدی تولید ترکیبات رنگین می کند .

رنگ حامل در شعله اکسید کننده	ماده آزمایش
زرد	ترکیبات کروم
سبز	ترکیبات منگنز
شفاف	ترکیبات سیلیکا

E- آزمایش با دانه های نمک میکرو کزومیک $NaNH_4HPO_4, 4H_2O$

نمک میکرو کزومیک هرگاه روی سیم پلاتینی ذوب شود ، تولید دانه سدیم شفاف می کند . سدیم متا- فسفات همانند بوراکس هرگاه با برخی از اکسید های فلز ذوب شود با آنها تولید ترکیبات رنگین خواهد کرد . از دانه های فسفات بیشتر برای تشخیص سیلیکا که با آن ترکیب نمی شوند استفاده می کنند . بنابراین اسکلت سیلیکا در دانه فسفات در طول ذوب کردن و بعد از آن مشاهده خواهد شد .

F- واکنش های زغال: این روش برای تشخیص عناصر در شکل احیاء شده آن ها به کار می رود.

روش های تجزیه

A- آمیختن نمونه با اسید های مشخص شده قلیاها و شناسایی ترکیبات فرار حاصل:

نتایج حاصل از این روش توام با نتایج حاصل از آزمایش های تجزیه خشک اغلب اطلاعات بسیار

مفیدی در مورد طبیعت مجهول بدست می دهد .

الف- آمیختن نمونه با اسید سولفوریک رقیق :

روی حدود ۰/۵ گرم از نمونه در داخل لوله آزمایش ۵ سی سی اسید سولفوریک ۲ نرمال اضافه کرده و توجه

کنید آیا واکنش انجام می گیرد ؟

سپس لوله آزمایش را به آرامی حرارت داده و توجه نمائید آیا در این حالت واکنش انجام می گیرد در جدول

زیر نتیجه گیری متناسب با ملاحظات آمده است .

ملاحظات	گاز یا بخار متصاعد شده
گاز آغشته به استات سر ب را سیاه می کند (نشانگر سولفور)	H_2S
گاز قهوه ای رنگ ، گاز آغشته به نشاسته و یدور پتاسیم را سیاه می کند (نشانگر نیتريتها)	NO_2
گاز موجب آتش گرفتن جسم گذاخته می شود .	O_2
گاز خفه کننده زرد - سبز کاغذ ترنسل را قرمز و سپس بی رنگ می کند (نشانگر هیپوکلریت)	Cl_2

ب) آمیختن نمونه با اسید سولفوریک غلیظ

بر روی حدود ۰/۱ گرم از نمونه در داخل یک لوله آزمایش چند قطره اسید سولفوریک ۳۶ نرمال

اضافه کنید در حالی که سر لوله آزمایش را به به جهت دور از خود گرفته اید به آرامی حرارت دهید (در

صورتی که احتمال وجود کلرات یا پرمنگنات می رود لازم است بیش از حد احتیاط نمود) و هر گونه واکنش

را تحت نظر بگیرید در این رابطه اظهار نظر مطابق جدول زیر خواهد بود .

نشانهگر	ملاحظات و نتایج	گاز یا بخار متصاعد شده
نشانهگر سیانور ، فرو سیانور ، فری سیانور ، فرمات	گاز با شعله آبی می سوزد	CO
نشانهگر یدور – نشانهگر کلرو در حضور کرومات یا دی کرومات	گاز دارای اثر خوردگی لوله آزمایش – دود قهوه ای – قرمز که اگر از آب عبور داده شود تولید اسید کرومیک و اسید کلریدریک می نماید	HF
نشانهگر یدور	دود اسیدی – تند ، رنگ بنفش	HI-I ₂ -SO ₄
نشانهگر کلرور	گاز ، بوی تند ، در هوا دود می کند و در تماس با محلول آمونیاک تولید گاز نشادر می نماید .	HCl
نشانهگر تارترات نشانهگر سیترات	اگر به سرعت تبدیل به زغال شوند گاز سرعت زغال شدن کند بوده و همراه با بخار خارش آور باشد .	CO ₂ -SO ₂ -CO

ج) آمیختن با قلیاها

روی نمونه آزمایشی در داخل لوله آزمایش ، سود ۲ نرمال می افزاید متصاعد شدن گاز آمونیاک در دمای معمولی نشانگر نمکهای آمونیوم است .

د) انحلال نمونه مورد آزمایش و بررسی سیستماتیک واکنش های آن

قسمت عمده هر تجزیه کیفی عبارت است از واکنش های نمونه آزمایش در محلول و این با آمونیاک حل شود .



گرچه استفاده از قلیاها به عنوان حلال مفید است ولی محدود به تعداد کمی از اجسام می شود و باید توجه داشت که در صورت استفاده از آن یونهای جدیدی به محلول مورد آزمایش اضافه می شود .

ج- ذوب قلیایی

بسیاری از اجسام کم محلول ، وقتی با کربنات سدیم (یا مخلوط کربنات سدیم و کربنات پتاسیم که در دمای پایین ترین ذوب می شوند) ذوب شوند طبق واکنش زیر عمل می کنند .

موضوع خلاصه می شود در تهیه محلولی جهت آزمایش که موجب دستیابی به یون های موجود در نمونه مورد نظر است .

هرگاه ماده مورد آزمایش در آب محلول باشد مشکلی پیش نمی آید ولی هرگاه ماده آزمایشی در آب محلول نباشد لازم است ابتدا آن را با ماده یا مواد دیگری آمیخت تا نمونه آزمایش را به ترکیب یا ترکیبات محلول در آب تبدیل نماید که به ترتیب زیر انجام می گیرد :

الف- حل کردن در یک اسید

ب- حل کردن در قلیاها

ج- ذوب قلیایی

الف- حل کردن در یک اسید :

اکثر موادی که برای نمونه انتخاب می شوند در اسید کلریدریک رقیق یا اسید نیتریک رقیق حل م گردند ، فقط در مورد تعداد کمی از مواد نیاز به استفاده از اسید غلیظ یا تیزاب سلطانی می باشد . در صورتی که ماده آزمایش در حلال های فوق حل نشود نیاز به ذوب قلیایی خواهد بود .

معمولا برای حل کردن نمونه از اسید کلریدریک ۲ نرمال استفاده می شود ولی هرگاه نمونه شامل کاتیون های فلزات گروه I باشد ($Ag-pb-Hg$) چون این کاتیون ها به صورت کلرور رسوب خواهند کرد معمولا از اسید نیتریک ۲ نرمال برای حلال ایتفاده خواهد شد .

برای حل کردن فسفر قرمز ، گوگرد ، سولفورهای طبیعی و سنتز شده برخی از فلزات و آلیاژها از اسید نیتریک غلیظ استفاده می شود .

برای حل کردن برخی از مواد کم محلول (از جمله برخی فلزات مانند قلع ، بسیاری از مواد معدنی ، دی اکسید ها مانند MnO_2 ، کروماتها ، پرمنگنات ها که سه مورد آخر به وسیله HCl احیاء شده و گاز Cl_2 متصاعد می شود) اسید کلریدریک غلیظ بسیار مناسب تر از اسید کلریدریک رقیق است .

تیزاب سلطانی (مخلوط یک حجم اسید نیتریک سه حجم اسید کلریدریک که هر دو غلیظ باشند) بندرت مورد احتیاج است . تیزاب موجب حل شدن $HgSO_4$ ، SnS_4 و برخی مواد معدنی و آلیاژها می گردد .

ب- حل کردن در قلیاها

فسفو مولیبداتهای کم محلول (نمک پتاسیم یا آمونیوم) طبق واکنش زیر به راحتی در محلول سرد با وجود اینکه اکثر کربناتها در آب کم محلول اند بنابراین استخراج با این حلال و صاف کردن در مرحله بعد موجب می شود که تمام آنیونها به صورت نمک های سدیم یا پتاسیم جدا شده و کربناتها فلزی نامحلول روی کاغذ صافی باقی بمانند که آن ها را بعدا می توان در اسید مناسب حل کرد و به طریق معمول جداسازی نمود سایر موارد که در ذوب قلیایی مورد استفاده قرار می گیرند به شرح زیر هستند :

۱- برای ترکیبات نامحلول منگنز ، کروم و گوگرد $Na_2CO_3+KHNO_3$

۲- برای کرومیت ها $KHSO_4$

۳- برای ترکیباتی که با کربنات سدیم ترکیب نمی شوند $NaOH$

یا کم تجزیه می شوند مانند : SnO_2 , Al_2O_3

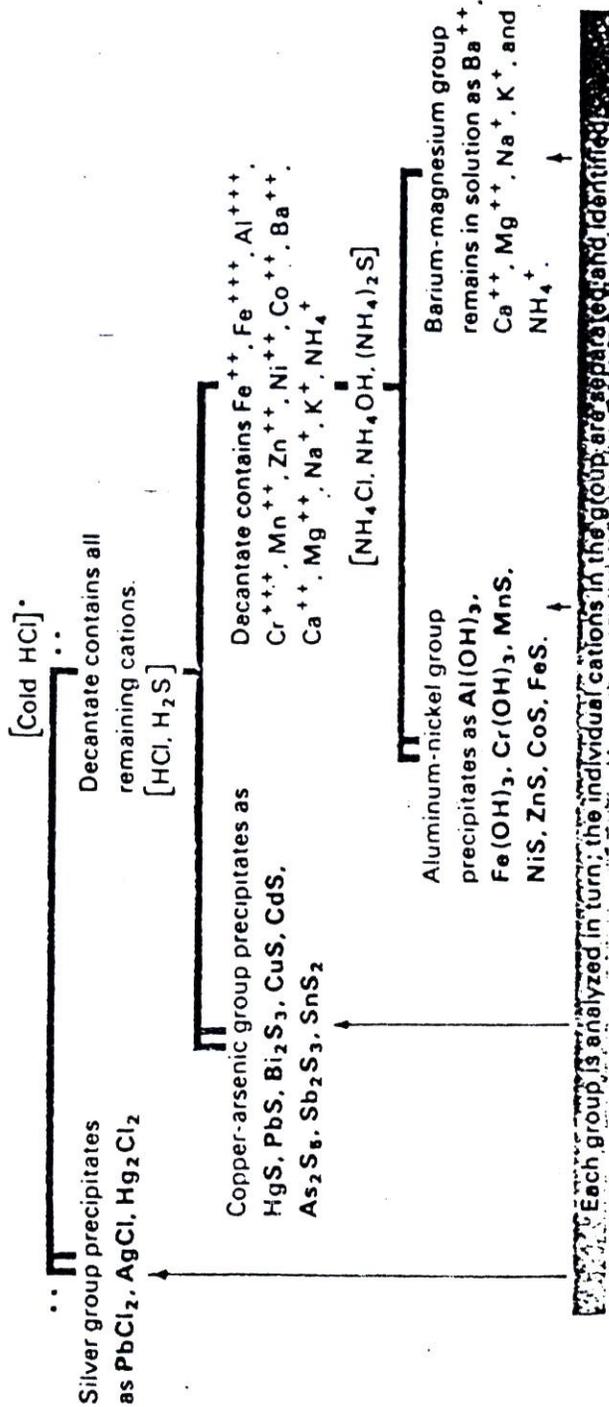
۴- برای Na_2CO_3+S , Sb_2O_4 , CrO_3

نمای شناسایی کل کاتیونها

1.00 cc

0.02 M

Solution contains Pb^{++} , Ag^+ , Hg_2^{++} , Hg^{++} , Bi^{+++} , Cu^{++} , Cd^{++} , H_2AsO_3 , AsO_4^{--} , Sb^{+++} , Sn^{+++} , Sn^{++} , Fe^{++} , Fe^{+++} , Al^{+++} , Cr^{+++} , Mn^{++} , Zn^{++} , Ni^{++} , Co^{++} , Ba^{++} , Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ , K^+ and NH_4^+ .

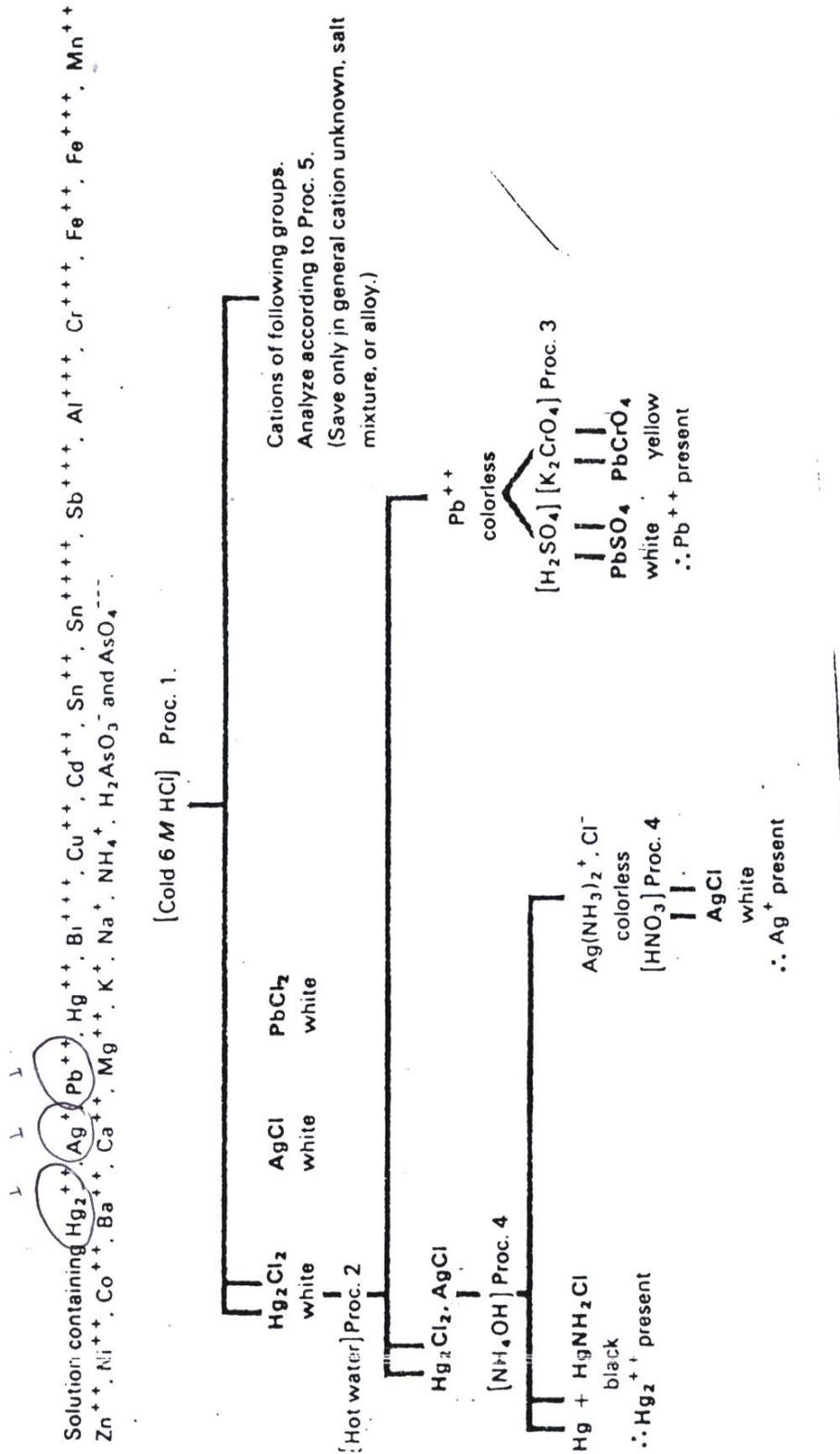


Each group is analyzed in turn; the individual cations in the group are separated and identified.

* A bracketed formula [cold HCl] means that the substance (HCl in this case) is added as a reagent.

** The notation means separation by centrifuging and decanting. The double vertical parallel lines at the left refer to the precipitate and one vertical line at the right refers to the decantate.

نمای شناسایی کاتیونهای گروه I



بخش اول: تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه I

مرحله اول: آماده کردن محلول جهت رسوب گیری کاتیون های گروه I

دو میلی لیتر از محلول آزمایشی را در یک لوله آزمایش ریخته و اسیدیته محیط را به وسیله کاغذ تورنسل بررسی می کنیم. اگر pH محلول قلیایی باشد، با افزایش اسید نیتریک ۶ مولار آن را اسیدی می کنیم.

مرحله دوم: رسوب گیری کاتیون های گروه I

روی محلول اسیدی ۲ قطره اسید کلریدریک **HCl**، ۶ مولار اضافه می کنیم در صورت مشاهده رسوب افزایش اسید کلریدریک را تا موقعی که تمامی کاتیون های گروه I رسوب بکنند، ادامه می دهیم (افزایش بیش از حد اسید کلریدریک سبب حل شدن مجدد رسوب ها خواهد شد) رسوب را جدا کرده و پس از شستشو دادن با مخلوط ۱۰ قطره آب مقطر و یک قطره اسید کلریدریک جهت تجزیه و تشخیص مرحله اول: آماده کردن محلول جهت تجزیه و تشخیص کاتیون های گروه I مورد آزمایش قرار می دهیم.

محلول صاف فوقانی را جهت تجزیه و تشخیص کاتیون های گروه *III, II, IV, V* نگهداری می کنیم.

مرحله سوم: تفکیک سرب از جیوه و نقره

روی رسوب ۱۵-۲۰ قطره آب مقطر ریخته مدت ۲-۳ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم، لوله آزمایش محتوی محلول را در حالی که گرم می باشد در سانتریفیوژ قرار داده، رسوب ته مانده را جدا مینمائیم، محلول را جهت تشخیص سرب طبق مرحله ۴ و رسوب را جهت تشخیص نقره و جیوه مورد آزمایش قرار می دهیم. (م-۵)

مرحله چهارم : تشخیص سرب

محلول حاصل از مرحله ۳ را سرد نموده ، به دو قسمت تقسیم می کنیم .

روی قسمت اول چند قطره کرومات پتاسیم ۱ مولار می ریزیم . تشکیل رسوب زرد رنگ دلیل بر

وجود سرب است .

روی قسمت دوم چند قطره اسید سولفوریک ۳ مولار می ریزیم ، تشکیل رسوب سفید رنگ تأیید

کننده وجود رسوب می باشد .

مرحله پنجم : تفکیک جیوه و نقره و تشخیص آنها

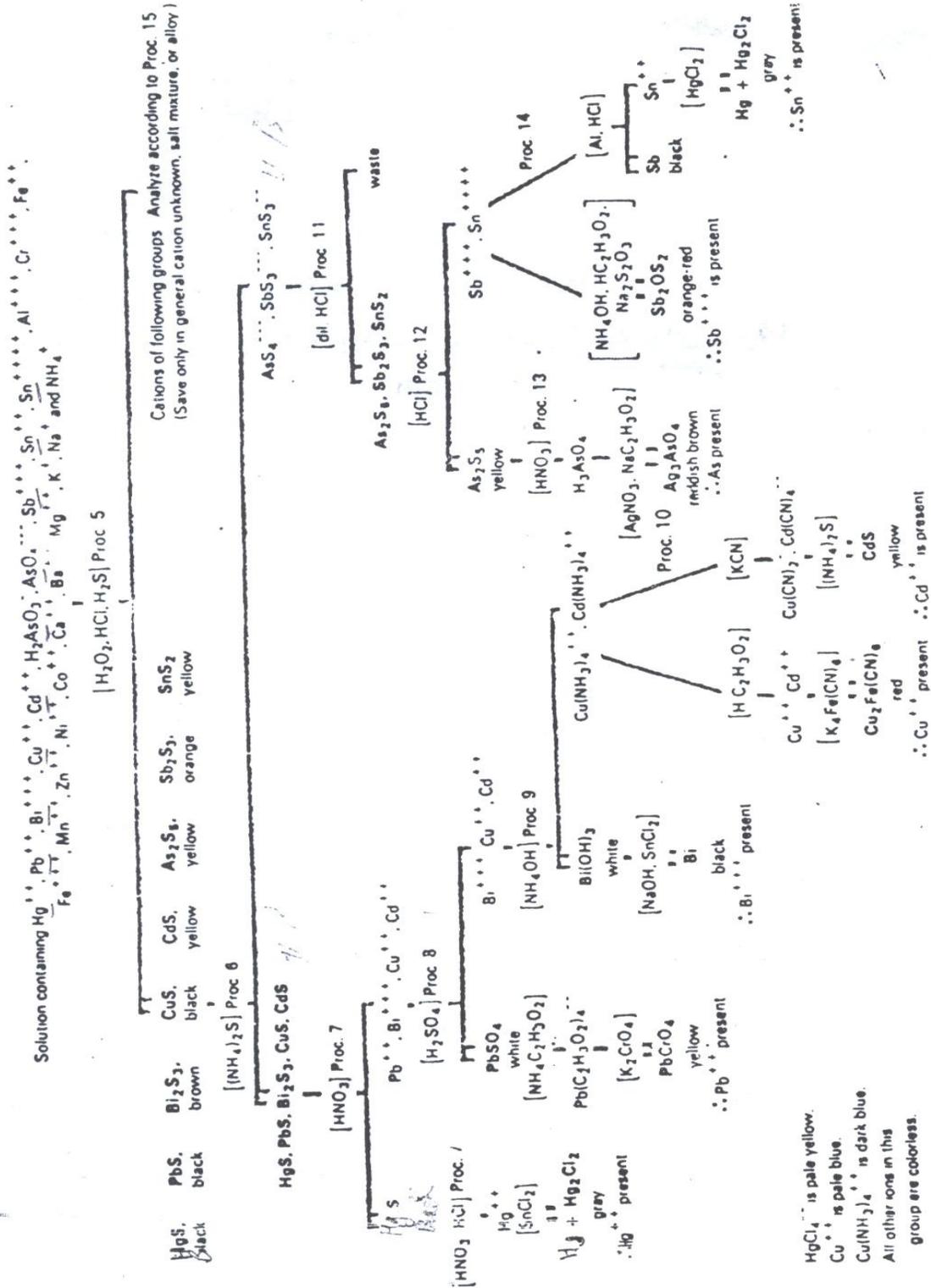
روی رسوب باقی مانده از محلول مرحله (۳) در حدود ۱۰ قطره آمونیاک ۱۵ مولار ریخته و به شدت

تکان می دهیم ، اگر رسوب سیاه خاکستری رنگی در ته لوله تشکیل گردد دلیل بر وجود جیوه می باشد ،

سپس محلول فوقانی را جدا نموده و بر روی آن قطره قطره اسید نیتریک ۶ مولار می ریزیم ، اگر رسوب

سفیدرنگی تشکیل شد وجود نقره ثابت می گردد .

نمای شناسایی کاتیونهای گروه II



تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه II

مرحله اول : آماده کردن محلول جهت رسوب گیری کاتیون های گروه II

دو میلی لیتر از محلول آزمایشی کاتیون های گروه II ، و یا تمامی محلول باقیمانده از بخش اول مرحله (۲) را در یک بشر ۱۰ میلی لیتری ریخته و ۵ قطره اسید نیتریک ۶ مولار به آن اضافه می کنیم . محلول را حرارت می دهیم تا خشک گردد ، روی اجسام ته مانده در بشر ، پس از سرد کردن ، ۴ قطره اسید کلریدریک ۳ مولار می ریزیم ، تا همه اجسام ته مانده حل گردد . در صورت لزوم می توان محلول را حرارت داد ، سپس محتویات بشر را به یک لوله آزمایش منتقل کنیم .

مرحله دوم : رسوب گیری کاتیون های گروه II

روی محلول آماده شده ۱ سی سی تیواستامید ۱ مولار ریخته ، مدت ۳-۴ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم ، سپس ۱۰ قطره دیگر از تیواستامید ، به محیط اضافه نموده ۳-۴ دقیقه حرارت می دهیم ، پس از سرد کردن رسوب حاصله را جدا نموده جهت تجزیه و تشخیص کاتیون های گروه II مورد آزمایش قرار می دهیم و محلول صاف فوقانی را جهت شناسایی کاتیون های گروه III, IV, V نگهداری می کنیم .

مرحله سوم : تفکیک کاتیون های گروه IIA از گروه IIB

رسوب حاصل از مرحله (۲) را با ۲۰-۳۰ قطره آب مقطر و ۵ قطره نترات آمونیوم ۲ مولار شستشو می دهیم ، سپس روی رسوب ۱۰ قطره هیدروکسید سدیم ۶ مولار و ۵ قطره آب مقطر ریخته ، مدتی در بنماری جوشان حرارت می دهیم ، اگر رسوبی در ته لوله باقی بماند ، دلیل احتمالی بر وجود کاتیونهای گروه

IIA می باشد (محلول **IIB** خواهد بود) لذا رسوب را جدا نموده ، پس از شستشو با ۱۰ قطره آب مقطر و ۲ قطره نیترات آمونیوم ۲ مولار جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه **IIA** طبق مرحله (۱۳) مورد آزمایش قرار می دهیم .

مرحله چهارم : جدا کردن جیوه از سرب و مس و بیسموت و کادمیم ، کاتیون های گروه IIA

روی رسوب ۱۰ قطره اسید نیتریک ۶ مولار ریخته ، مدت یک دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم ، پس از آن اگر رسوبی در ته لوله باقی مانده باشد ، آن را جدا نموده و جهت تشخیص جیوه طبق مرحله (۵) آزمایش و محلول فوقانی را جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های سرب ، مس ، بیسموت و کادمیم نگهداری می کنیم .

مرحله پنجم : تشخیص جیوه

رسوب را با ۱۰ قطره آب مقطر شستشو داده ، سپس روی رسوب ۳ قطره اسید نیتریک ۱۶ مولار و ۱۱ قطره اسید کلریدریک ۱۲ مولار می ریزیم ، محلول را پنج دقیقه در بنماری جوشان حرارت داده و سپس محلول فوقانی را در بشر ۱۰ میلی لیتری ریخته ، آن قدر حرارت می دهیم تا به حجم اولیه برسد ، آنگاه به آن قطره کلرور استانو ۰/۲ مولار اضافه می کنیم ، ایجاد رسوب سفید خاکستری یا سیاه مایل به خاکستری دلیل وجود جیوه می باشد .

مرحله ششم : تفکیک سرب از کاتیون های مس و کادمیم و بیسموت

به محلولی که از مرحله ۴ باقیمانده است ، یک میلی لیتر سولفات آمونیوم ۲ مولار ریخته پس از به هم زدن مدت ۵ دقیقه در محل ساکنی به حال خود می گذاریم ، پس از آن اگر رسوبی تشکیل گردد با عمل سانتریفوژ از محلول جدا می کنیم ، رسوب حاصل را جهت شناسایی سرب طبق مرحله (۷) و محلول را جهت تجزیه و تفکیک کاتیون های بیسموت و مس و کادمیم طبق مرحله (۸) مورد آزمایش قرار می دهیم .

مرحله هفتم : تشخیص سرب

روی رسوب حاصل از مرحله قبل ۱ سی سی استات آمونیوم ۶ مولار و ۳ قطره اسید استیک ۶ مولار اضافه کرده ، در بنماری جوشان حرارت می دهیم ، بعد از یک دقیقه هرگونه اجسام ته مانده را از محیط عمل خارج می نمائیم ، سپس روی محلول صاف فوقانی ۱ سی سی کرومات پتاسیم ۱ مولار می ریزیم ، ایجاد رسوب زرد (کرومات سرب) دلیل بر وجود سرب می باشد .

مرحله هشتم : تفکیک بیسموت از کاتیون های مس و کادمیم

روی محلولی که از مرحله ۶ به دست آمده است ، قطره قطره محلول آمونیاک ۱۵ مولار می ریزیم تا اسیدیته محیط خنثی گردد ، سپس ۱۰ قطره آمونیاک ۱۵ مولار به محیط اضافه می کنیم و در صورت تشکیل رسوب سفید رنگ آن را جدا نموده ، جهت تشخیص کاتیون بیسموت طبق مرحله (۹) ، مورد آزمایش قرار می دهیم و محلول باقی مانده را جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های مس و کادمیم نگهداری می کنیم .

مرحله نهم : تشخیص بیسموت

رسوب را با ۵ قطره آمونیاک ۱۳ مولار شستشو می دهیم ، سپس روی رسوب ۵ قطره سود ۶ مولار و ۲ قطره کلرواستانو ۰/۲ مولار می ریزیم ، تشکیل رسوب سفید رنگ که بلافاصله سیاه رنگ می شود ، وجود بیسموت را اثبات می کند .

مرحله دهم : تشخیص کاتیون مس

محللول حاصل از مرحله (۸) را در مقابل نور مناسبی مورد بررسی قرار می دهیم . اگر رنگ محللول آبی باشد دلیل قطعی بر وجود مس می باشد و اگر محللول بی رنگ باشد عدم وجود مس ثابت می گردد (لوله آزمایش را روی کاغذ سفید قرار دهید)

مرحله یازدهم : آماده کردن محللول جهت تشخیص کادمیم

اگر محللول آزمایشی عاری از کاتیون مس باشد ، جهت شناسایی کادمیم مستقیماً طبق مرحله (۱۲) آزمایش می کنیم . اما در صورتی که محللول آزمایشی حاوی مس باشد ، لازم است قبل از شناسایی کادمیم ، کاتیون مس را از محیط عمل خارج و یا فعالیت آن را مهار کنیم ، لذا برای این کار ، روی محللول آبی رنگ ، ۲ قطره سیانور پتاسیم ۱ مولار می ریزیم ، تا رنگ محیط زایل شود . سپس ۲ قطره از سیانور را به طور اضافی وارد محللول می کنیم . آنگاه جهت شناسایی Cd طبق مرحله (۱۲) عمل می کنیم .

مرحله دوازدهم : تشخیص کادمیم

روی محلول بی رنگ حاصل از مرحله قبل ۱۰ قطره سولفور آمونیوم ۲ مولار می ریزیم . بعد از یک دقیقه اگر رسوب نارنجی رنگی ایجاد شد ، وجود کادمیم ثابت می گردد . اگر رسوب حاصله رنگ دیگری داشته باشد ، آن را سانتیفیوژ کرده ، محلول بالائی را بیرون می ریزیم . رسوب را با ۵ قطره آب شستشو میدهیم ، سپس روی رسوب در حدود ۱۰ قطره اسید سولفوریک ۳ مولار ریخته و در بنماری جوشان حرارت می دهیم . پس از ۴ دقیقه هرگونه اجسام ته مانده را از محیط عمل خارج می کنیم . حال روی محلول قطره قطره آمونیاک غلیظ اضافه می کنیم تا خنثی گردد . سپس با افزایش تدریجی اسید استیک ، ۶ مولار محیط را اسیدی می نماییم ، بالاخره روی محلول اسیدی حاصل ۱۰ قطره تیو استامید مولار ریخته ، در بنماری حرارت می دهیم . تشکیل رسوب زرد نارنجی دلیل بر وجود کادمیم می باشد .

مرحله سیزدهم تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه IIB

روی محلول محتوی آرسنیک ، آنتیموان و قلع ، قطره قطره اسید استیک ۶ مولار می ریزیم تا خنثی گردد ، سپس ۱ سی سی دیگر به طور اضافی وارد محلول نموده و در بنماری جوشان حرارت می دهیم ، اگر رسوبی حاصل گردد ، آن را جدا نموده و پس از شستشو با ۲ سی سی کلرور آمونیوم یک مولار طبق مرحله (۱۴) مورد آزمایش قرار می دهیم .

مرحله چهاردهم : تفکیک آرسنیک از کاتیون های قلع و آنتیموان

روی رسوب حاصل از مرحله (۱۳) در حدود ۱ سی سی آب مقطر و ۲ سی سی اسید کلریدریک ۱۲ مولار ریخته ، مدت ۳ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم ، اگر رسوب زرد رنگی در ته لوله باقی مانده

باشد، جدا کرده و جهت تشخیص آرسنیک طبق مرحله (۱۵) مورد آزمایش قرار می دهیم، محلول بالای رسوب را جهت تشخیص قلع و آنتیموان مورد آزمایش قرار می دهیم.

مرحله پانزدهم : تشخیص آرسنیک

رسوب باقی مانده از مرحله (۱۴) را دو بار هر بار با ۱ سی سی نیترات آمونیوم ۲ مولار شستشو میدهیم سپس روی رسوب ۱ سی سی آمونیاک ۱۵ مولار و ۱ سی سی آب اکسیژنه ۳٪ ریخته، مدت ۵ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم، هرگونه رسوب ته مانده را از محیط عمل خارج نموده، محلول صاف باقیمانده را با افزایش اسید استیک ۶ مولار، اسیدی می کنیم، سپس روی محلول اسیدی ۲-۳ قطره نیترات نقره ۰/۱ مولار اضافه می کنیم، تشکیل رسوب شکلاتی رنگ دلیل بر وجود آرسنیک می باشد.

مرحله شانزدهم : تفکیک آنتیموان و قلع

محلول حاصل از مرحله ۱۴ را در دو قسمت و هر یک از آن ها را جهت تشخیص قلع و آنتیموان مورد آزمایش قرار می دهیم.

مرحله هفدهم : تشخیص آنتیموان

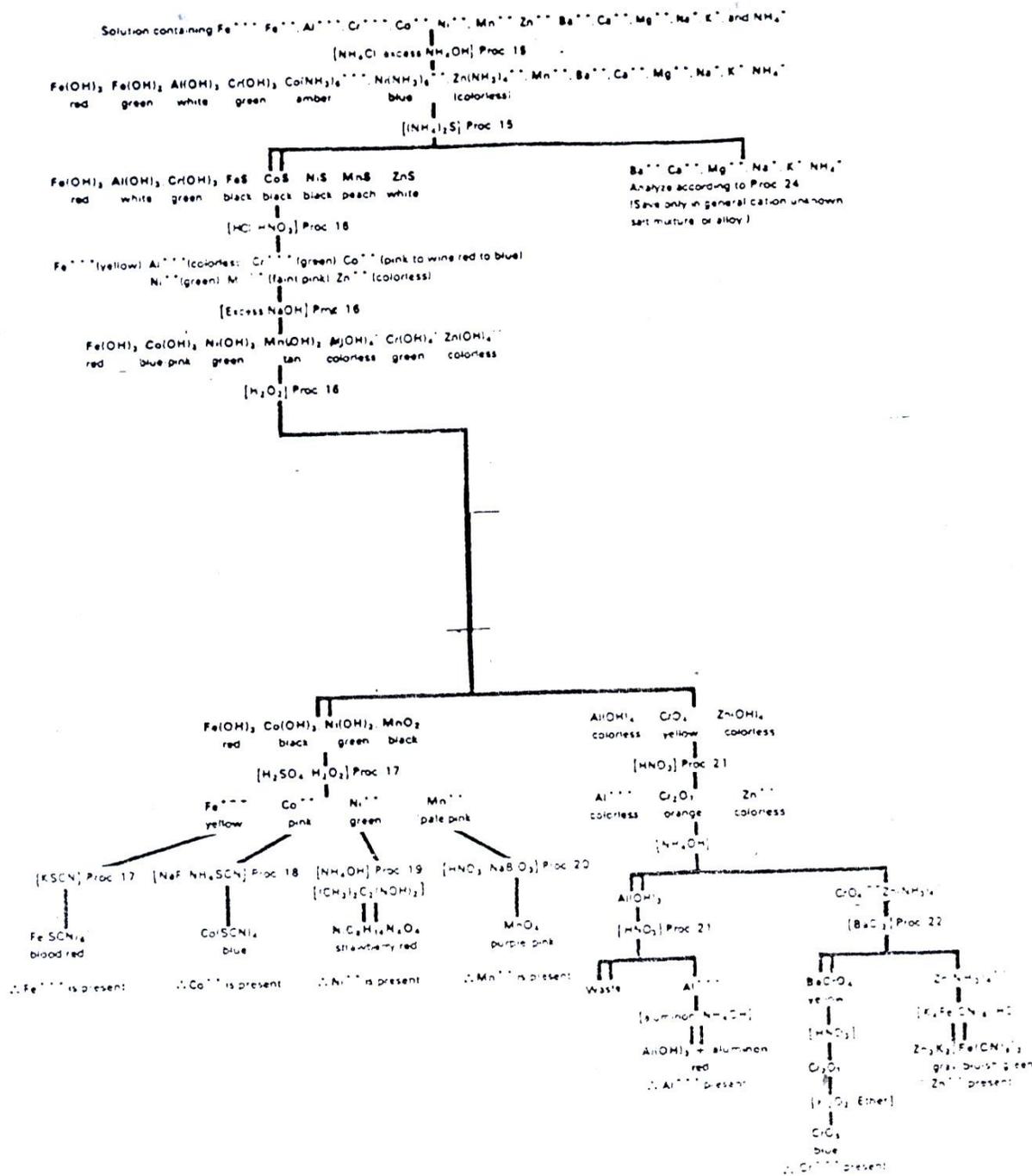
قسمت اول محلول را در بشر ۱۰ میلی لیتری ریخته، به آرامی حرارت می دهیم تا حجم محلول به ۱/۲ حجم اولیه تقلیل یابد، سپس محتویات بشر را وارد لوله آزمایش نموده، قطره قطره آمونیاک ۳ مولار به آن اضافه می کنیم تا محیط قلیایی گردد، هرگونه رسوب ته مانده را از محیط عمل خارج می کنیم و محلول صاف باقی مانده را با افزایش اسید استیک ۶ مولار، اسیدی نموده و پس از آن ۱ سی سی دیگر از اسید، به طور

اضافی وارد محلول می کنیم ، حال به محلول اسیدی چند دانه کریستال تیو سولفات سدیم ریخته و حرارت می‌دهیم . ایجاد رسوب نارنجی رنگ دلیل بر وجود آنتیموان می باشد .

مرحله هجدهم : تشخیص قلع

روی قسمت دوم محلول ، مقداری پودر آهن ریخته ، مدت ۳-۵ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می‌دهیم ، اگر اجسام جامدی در ته لوله باقی مانده باشد ، تماماً از محیط خارج می کنیم ، سپس روی محلول فوقانی ۲ سی سی از کلرو مرکوریک ۰/۲ مولار اضافه می کنیم . تشکیل رسوب سفید خاکستری ، که تدریجاً به رسوب سیاه تبدیل می شود دلیل بر وجود قلع است .

نمای شناسایی کاتیونهای گروه III



تجزیه و شناسایی کاتیونهای گروه III

مرحله اول: رسوب گیری کاتیون های گروه III

بر روی ۲ میلی لیتر از محلول کاتیون های گروه III، با محلولی که از جدا کردن کاتیون های گروه II باقی مانده است، ۴ قطره کلرور آمونیوم اشباع شده ریخته و با افزایش آمونیاک ۱۵ مولار، محلول را قلیائی مینمائیم. سپس یک میلی لیتر تیواستامید یک مولار، به آن اضافه کرده و در در بنماری جوشان حرارت میدهیم. پس از ۵ دقیقه، رسوب های حاصل را جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه III مورد آزمایش قرار می دهیم. محلول صاف فوقانی را پس از تجزیه حرارتی املاح آمونیوم، جهت شناسایی و تجزیه کاتیونهای گروه IV و V نگهداری می نمائیم.

توجه: اگر مخلوط ۵ گروه را آزمایش می کنید، قبل از تجزیه کیفی گروه III مرحله (۲)، تجزیه حرارتی را انجام دهید.

مرحله دوم: تجزیه حرارتی املاح آمونیوم و آماده کردن محلول جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های

گروه IV و V

محلول حاصل از مرحله قبل را در بشر ۱۰ میلی لیتری ریخته با افزودن اسید کلریدریک ۳ مولار آن را اسیدی می کنیم. سپس ۱۵ قطره اسید اضافی نیز به آن اضافه می نمائیم. محلول را به آرامی حرارت می دهیم تا خشک شود. روی اجسام متبلور پس از سرد شدن، ۲۰ قطره اسید نیتریک ۱۶ مولار ریخته و پس از حل نمودن، دوباره حرارت می دهیم تا خشک گردد. بالاخره روی اجسام متبلور ۶ قطره اسید کلریدریک ۳ مولار و ۵ قطره آب مقطر ریخته کمی حرارت می دهیم تا تمام بلورها حل گردند. سپس محلول را به یک لوله آزمایش

منتقل می کنیم . بشر را با ۵ قطره آب مقطر شستشو داده وارد لوله آزمایش می نمائیم . آنگاه هرگونه رسوبی را که در داخل محلول مشاهده می شود ، پس از سانتریفوژ از محیط عمل خارج می کنیم . محلول صاف و اصلی را جهت تجزیه و شناسایی کاتیونها *IV* و *V* نگهداری می نمائیم .

مرحله سوم : تفکیک کاتیون های گروه *IIIA* و *IIIB*

روی رسوبی که از مرحله (۱) باقی مانده است ، ۱۰ قطره اسید نیتریک ۱۶ مولار و ۱۰ قطره آب مقطر ریخته ، تا حل شدن کامل رسوب ها ، در بنماری جوشان ، حرارت می دهیم . در آخر اگر مقداری رسوب گوگردی در محیط باقی مانده باشد ، آن را از محیط عمل خارج می کنیم . سپس محلول صاف به دست آورده را در بشر ۱۰ میلی لیتری ریخته و به آرامی حرارت می دهیم تا تمامی بلورهای جامد حل شوند . روی محلول فوق ، قطره قطره سود ۶ مولار و ۱۵ قطره آب اکسیژنه ۳٪ به آن اضافه می نمائیم . دوباره بشر را به آرامی حرارت می دهیم تا حجم لوله به یک دوم حجم اولیه تقلیل یابد . بالاخره محتویات بشر را به یک لوله آزمایش منتقل نموده ، سانتریفوژ می کنیم . بدین ترتیب اگر رسوبی ته نشین شده باشد جدا نموده ، جهت شناسایی کاتیون های گروه *IIIA* طبق مرحله (۴) محلول باقیمانده را جهت شناسایی کاتیونهای گروه *IIIB* طبق مرحله (۱۱) مورد آزمایش قرار می دهیم .

مرحله چهارم : تجزیه و شناسایی کاتیونهای گروه *IIIA* (تفکیک منگنز از آهن و کبالت و نیکل)

رسوب را با ۱۵ قطره آب مقطر شستشو می دهیم . سپس روی رسوب ۲۰ قطره اسید نیتریک ۱۶ مولار ریخته و تا حل شدن کامل رسوبها در بنماری جوشان حرارت می دهیم . اگر بدین ترتیب تمام رسوب حل نشد ، می توان یک قطره ، فقط یک قطره نیتريت پتاسیم ۶ مولار به آن اضافه نمود . حال روی محلول صاف ،

تدریجا ۱۴ میلی گرم کلرات پتاسیم جامد می ریزیم سپس محلول را به مدت ۵ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم . در این مرحله اگر رسوبی ایجاد گردید ، جدا کرده طبق مرحله (۵) جهت شناسایی آهن و کبالت و نیکل نگهداری می کنیم .

مرحله پنجم : تشخیص منگنز

رسوبی که از مرحله قبل به دست آمده است ، با ۲۰ قطره آب مقطر شستشو داده و سپس روی رسوب ۱۰ قطره اسید نیتریک ۶ مولار و یک قطره نیتريت پتاسیم ۶ مولار می ریزیم . محلول را در بنماری جوشان حرارت می دهیم تا تمام اجسام حل گردند . سپس به محلول صاف حاصله ، مقداری جزئی بیسموتات سدیم جامد اضافه می کنیم . تشکیل رنگ ارغوانی مایع به بنفش وجود منگنز را ثابت خواهد کرد .

مرحله ششم : تفکیک کاتیون های آهن از کبالت و نیکل

روی محلول باقیمانده در مرحله ، در حدود ۱۰ قطره نیترات آمونیوم ۲ مولار ریخته و با افزایش تدریجی آمونیاک ۱۵ مولار ، محیط را قلیایی می کنیم . دوباره ۵ قطره آمونیاک ۱۵ مولار به آن اضافه نموده ، مدت یک دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم . رسوب حاصل را جدا کرده ، جهت تشخیص آهن طبق مرحله (۷) مورد آزمایش قرار می دهیم . محلول فوقانی را جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های نیکل و کبالت نگهداری می نمائیم .

مرحله هفتم : تشخیص آهن

رسوب حاصل از مرحله قبل را با مخلوط ۱۲ قطره آب مقطر و ۲ قطره آمونیاک ۳ مولار شستشو می دهیم . پس از آن ، روی رسوب ۳ - ۴ قطره اسید کلریدریک ۳ مولار ریخته ، مدت ۳ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم . در این مرحله ، اگر اجسام جامدی در ته لوله باقی مانده باشد تماما از محیط عمل ، خارج می کنیم . روی محلول صاف ، قطره قطره تیوسیانات پتاسیم ۱ مولار اضافه می نمائیم . تشکیل رنگ خونی قرمز ، دلیل بر وجود آهن می باشد .

مرحله هشتم : آماده کردن محلول ، جهت تشخیص کبالت و نیکل

محلولی را به این منظور ، نگهداری کرده ایم ، در یک بشر ۱۰ میلی لیتری ریخته و به آرامی حرارت می دهیم تا خشک گردد . بدین ترتیب اگر اجسام رنگین در ته بشر باقی مانده باشد احتمال وجود نیکل و کبالت وجود دارد . لذا روی اجسام جامد ، پس از سرد شدن ، ۹ قطره اسید کلریدریک ۶ مولار و ۲ قطره اسید نیتریک ۶ مولار ریخته مدت یک دقیقه حرارت می دهیم . روی محلول حاصل ، قطره قطره سود ۶ مولار میریزیم تا دوبار خنثی گردد . سپس پنج قطره اسید استیک به آن اضافه می نمائیم . بالاخره محلول را حرارت می دهیم تا رسوب های حاصله محلول گردند . بدین ترتیب ، محلولی که به دست می آید ، به دو قسمت تقسیم نموده ، هر قسمت را جهت تشخیص یکی از کاتیون های کبالت و نیکل مورد آزمایش قرار می دهیم .

مرحله نهم : تشخیص کبالت

روی قسمت اول محلول ۱۰ قطره نیتريت پتاسیم ۶ مولار ریخته ، مدت ۱۵ دقیقه در محلی ثابت به حال خود می گذاریم . پس از آن ، اگر رسوب زرد رنگی تشکیل شد وجود کبالت را ثابت می کند .

مرحله دهم : تشخیص نیکل

روی قسمت دوم محلول ، ۱۰ قطره دی متیل گلی اکسیم ۱٪ ریخته و به آرامی به هم می زنیم . اگر رسوب قرمز لاکه رنگی تشکیل گردد ، وجود نیکل را ثابت می کند . در صورتی که رسوبی ایجاد نگردد ، برای اطمینان و تکمیل آزمایش ، روی محلول ، قطره قطره آمونیاک ۳ مولار اضافه می کنیم . در این موقع نیز تشکیل رسوب قرمز لاکه ، دلیل بر وجود نیکل می باشد .

مرحله یازدهم : آماده کردن محلول ، جهت شناسایی کاتیون های گروه III B

« تفکیک آلومینوم از کروم و روی »

روی محلولی که قبلا کاتیونهای گروه III A از آن جدا شده است ، قطره قطره اسید کلریدریک ۱۲ مولار می ریزیم تا محلول اسیدی شود . پس از آن به محلول ، ۲ قطره اسید کلریدریک ۱۲ مولار و ۱۵ میلی گرم کلرور آمونیوم جامد اضافه می شود پس از یک دقیقه حرارت دادن ، دوباره محلول را با افزایش آمونیاک ۱۵ مولار قلیایی می نمائیم . بدین ترتیب اگر رسوبی ژلاتینی ایجاد شود ، جدا نموده و پس از شستشو دادن با ۱۰ قطره کلرور آلومینیوم ۲ مولار ، جهت شناسایی آلومینیوم طبق مرحله (۱۲) مورد آزمایش قرار می دهیم و محلول فوقانی را جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های کروم و روی نگهداری می نمائیم .

مرحله دوازدهم : تشخیص آلومینیوم

روی رسوب حاصل از مرحله قبل ، ۵ قطره اسید نیتریک ۶ مولار ریخته تا حل شدن کامل رسوب در بنماری جوشان حرارت می دهیم . اگر مقداری اجسام غیر محلول در ته لوله باقی مانده باشد ، از محیط عمل

خارج می کنیم ، سپس روی محلول صاف باقیمانده ، ۴ قطره معرف آلومینون ریخته و با افزایش آمونیاک ۳ مولار ، محلول را قلیایی می کنیم . تشکیل رسوب ژلاتینی قرمز رنگی ، دلیل بر وجود آلومینیوم می باشد .

مرحله سیزدهم: تجزیه و تفکیک کروم از روی

محلولی را که از مرحله (۱۱) باقی مانده است ، مقابل نور مناسبی مورد بررسی قرار می دهیم . اگر بیرنگ باشد ، عدم وجود کروم ثابت می گردد . لذا محلول را مستقیماً طبق مرحله (۱۵) برای شناسایی روی ، مورد آزمایش قرار می دهیم . ولی اگر محلول زرد رنگ باشد ، احتمال وجود کرم موجود است . لذا باید قبلاً کروم را تفکیک و آزمایش کنیم . برای این کار ، روی محلول زرد رنگ ۶-۷ قطره کلرور باریم ۰/۲ مولار ریخته ، مدت یک دقیقه در محلی ساکن ، به حال خود می گذاریم . پس از آن رسوب ایجاد شده را جهت شناسایی کروم ، مطابق مرحله (۱۴) و محلول را جهت شناسایی روی طبق مرحله (۱۵) مورد آزمایش قرار می دهیم .

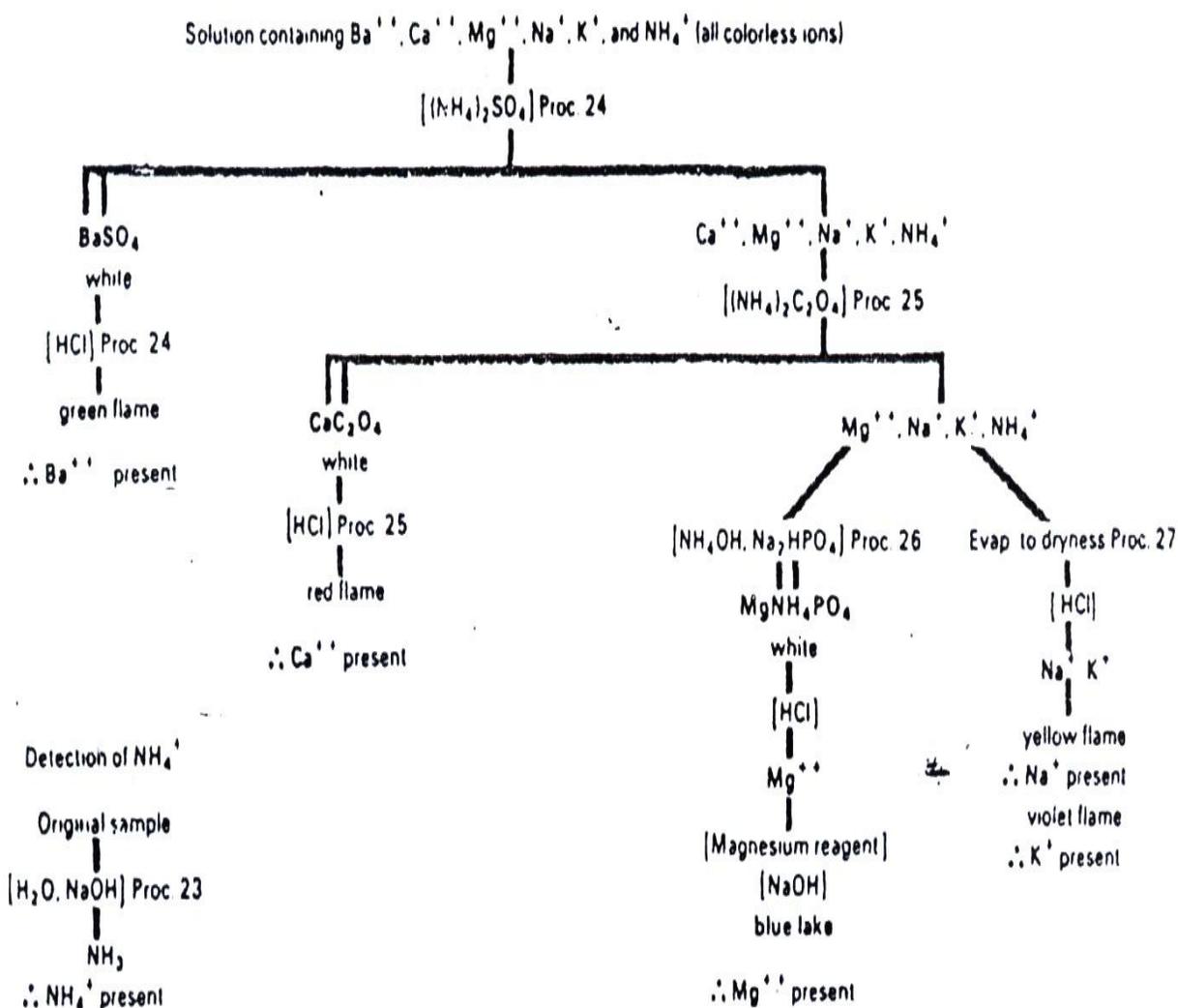
مرحله چهاردهم : تشخیص کروم

رسوب حاصل از مرحله قبل را با مخلوط ۱۰ قطره آب مقطر و ۲ قطره کلرو باریم ۰/۲ مولار شستشو داده و سپس روی رسوب ، ۲ قطره اسید نیتریک ۶ مولار و ۲ قطره آب مقطر اضافه می کنیم . به آرامی حرارت می دهیم تا تمام رسوب ها حل گردند . کمی صبر می کنیم . سپس روی محلول ، ۱۰ قطره آب مقطر ، ۱۰ قطره اتر خالص و ۱-۲ قطره آب اکسیژنه ۳٪ اضافه می کنیم . تشکیل رنگ آبی در فاز اتر (فاز بالائی) دلیل بر وجود کرم می باشد .

مرحله پانزدهم : تشخیص روی

محلول باقی مانده مرحله (۱۳) را با افزودن اسید کلریدریک ۳ مولار اسیدی می کنیم . سپس روی محلول ۳-۴ قطره فروسیانور پتاسیم ۰/۲ مولار اضافه می نمائیم . تشکیل رسوب سبز مایل به آبی یا خاکستری، دلیل بر وجود روی می باشد .

نمای شناسایی کاتیونهای گروه IV و V



بخش چهارم

تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه IV

مرحله اول : تجزیه و شناسایی کاتیونهای گروه IV

۲ سی سی از محلول یا تمامی محلولی که از مرحله قبل برای این منظور باقی مانده است در یک لوله آزمایش قرار داده و ۱۰ قطره $(NH_4)_2HPO_4$ فسفات منو اسید آمونیم یک مولار به آن اضافه می کنیم . سپس محلول را با افزودن آمونیاک ۱۵ مولار قلیایی می کنیم . بدین ترتیب اگر رسوبی حاصل گردد جدا نموده جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه IV مورد آزمایش قرار می دهیم . محصول صاف فوقانی را برای شناسایی کاتیون های گروه V نگهداری می نمائیم .

مرحله دوم : تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه IV

(تفکیک باریم از کلسیم و منیزیم و استرانیم)

رسوب حاصل از مرحله قبل را با ۵ قطره آب مقطر ۱۰ قطره فسفات آمونیم یک مولار شستشو داده و سپس ۱۰ قطره اسید استیک ۶ مولار به آن اضافه می کنیم محتویات لوله را به هم می زنیم و پس از آنکه هرگونه رسوب باقی مانده را از محیط عمل خارج می کنیم در روی محلول صاف فوقانی یک میلی لیتر آب مقطر و ۵ قطره کرومات پتاسیم یک مولار اضافه کرده و پس از یک دقیقه به هم زدن رسوب حاصل را جدا می کنیم . بدین ترتیب رسوب را جهت تشخیص باریم و محلول فوقانی را جهت تجزیه و شناسایی منیزیم ، استرانیم و کلسیم مورد آزمایش قرار می دهیم .

مرحله سوم : تشخیص باریم

روی رسوب ۲ قطره اسید کلریدریک ۱۲ مولار ریخته و پس از به هم زدن در بنماری جوشان حرارت می دهیم تا حجم معادل به یک دوم اولیه تقلیل یابد یک قطره از محلول غلیظ را به وسیله میله پلاتین روی شعله بی رنگ قرار می دهیم ایجاد شعله زرد سبز دلیل بر وجود باریم می باشد .

حلقه سیم پلاتین را آغشته به HCl غلیظ نموده و روی شعله نگه دارید تا آلودگی آن از بین برود سپس در محلول آزمایش بزنید .

مرحله چهارم : خارج کردن کرومات اضافی از محیط و آماده کردن محلول جهت شناسایی کاتیونهای کلسیم ، منیزیم و استرانیم :

روی محلولی که از مرحله (۲) باقی مانده است قطره قطره آمونیاک ۱۰ مولار می ریزیم تا محلول قلیایی گردد . سپس ۲-۳ قطره فسفات مونو اسید آمونیم ۱ مولار به آن اضافه می کنیم . رسوب ایجاد شده را جدا نموده جهت تجزیه و تشخیص کاتیون های کلسیم ، منیزیم ، استرانیم مورد آزمایش قرار می دهیم و محلول را که شامل مقداری کرومات اضافی است به دور می ریزیم .

مرحله پنجم : تفکیک کاتیون استرانیم از کلسیم و منیزیم

رسوب را با مخلوط ۱۰ قطره آب مقطر و ۳ قطره فسفات آمونیم شستشو داده سپس روی رسوب ۱۰ قطره اسید استیک ۶ مولار اضافه می کنیم محتویات لوله را به هم می زنیم تا کاملاً حل گردد . روی محلول صاف حاصل ۵ قطره سولفات آمونیم ۱ مولار ریخته و در بنماری جوشان حرارت می دهیم . پس از این اگر

رسوبی ایجاد شد آن را جدا نموده و جهت تشخیص استرانیم طبق مرحله ۶ مورد آزمایش قرار می دهیم
محلول فوقانی را جهت تجزیه و شناسایی کاتیون های کلسیم و منیزیم طبق مرحله (۷) آزمایش می کنیم .

مرحله ششم : تشخیص استرانیم :

رسوب را دو مرحله هر با ۱۰ قطره آب مقطر شستشو می دهیم روی رسوب به دست آمده سه قطره
اسید کلریدریک ۱۲ مولار ریخته و به شدت تکان می دهیم . سپس یک قطره از محلول فوق را به وسیله سیم
پلاتین روی شعله بی رنگ می گیریم . ایجاد شعله قرمز لاکمی دلیل بر وجود استرانیم است .

مرحله هفتم : تفکیک کلسیم از منیزیم

روی محلولی که به این منظور نگهداری شده است ۵ قطره اکسالات آمونیم ۰/۲۵ مولار ریخته مدت ۱
الی ۲ دقیقه در بنماری جوشان حرارت می دهیم . اگر رسوب سفید رنگی ظاهر گشت جدا نموده طبق مرحله
(۸) جهت شناسایی کلسیم مورد آزمایش قرار می دهیم و از محلول صاف فوقانی جهت تشخیص استفاده
مینمائیم .

مرحله هشتم : تشخیص کلسیم

بر رسوب حاصل از مرحله قبل ۲ قطره HCl ۱۲ مولار ریخته به شدت تکان می دهیم تا تماماً حل
گردد . یک قطره از محلول را به وسیله سیم پلاتین روی شعله بی رنگ می گیریم . ایجاد شعله قرمز آجری
دلیل بر وجود کلسیم می باشد .

مرحله نهم : تشخیص منیزیم

الف- روی محلول شامل منیزیم ۱ الی ۲ قطره معرف پارانیتروبنزن آزرزوسینال و ۲۰ قطره سود یا پتاس ۶ مولار می ریزیم ، محلول را در بنماری جوشان حرارت می دهیم پس از ۵ دقیقه تشکیل رسوب آبی دلیل بر وجود منیزیم می باشد .

ب- محلول را با سود ۶ مولار قلیایی نموده و ۱۰ قطره زرد تیتان را اضافه می کنیم و لوله آزمایش را در بنماری حرارت می دهیم تشکیل رسوب قرمز دلیل بر وجود منیزیم است . (یکی از این دو آزمایش را انجام دهید .)

تجزیه و شناسایی کاتیون های گروه V

مرحله اول : تشخیص آمونیم

آزمایش مربوط به تشخیص آمونیم را باید قبل از هرگونه آزمایش انجام دهیم ، لذا برای این کار ۱ میلی لیتر از محلول مجهول اولیه را در یک لوله آزمایش قرار داده ۵-۶ قطره سود ۶ مولار به آن اضافه می کنیم سپس محلول را در بنماری جوشان قرار داده بلافاصله یک تکه کاغذ تورنسل قرمز رنگ خیس شده را روی آن می گیریم تشکیل لکه آبی دلیل بر وجود آمونیم می باشد . از کاغذ های شناساگر دیگری نیز می توان استفاده نمود .

مرحله دوم : آماده کردن جهت تشخیص سدیم و پتاسیم

۲ میلی لیتر از محلول مجهول یا تمامی محلولی را که از جدا کردن کاتیون های گروهها باقی مانده است در بشر ۱۰ میلی لیتری می ریزیم به تدریج تا حد اشباع نمک اکسید به آن اضافه می کنیم محتویات بشر را تا حد خشک شدن حرارت می دهیم . روی اجسام جامد به دست آمده پس از سرد شدن در حدود ۲ میلی لیتر آب مقطر ریخته حرارت می دهیم . پس از حل شدن کامل ، محتویات بشر را به یک آزمایش منتقل می کنیم . سپس روی محلول حاصل ، قطره قطره اسید استیک ۶ مولار می ریزیم تا محلول اسیدی گردد . سپس ۵ قطره محلول اسید استیک ۶ مولار به آن اضافه می نمائیم . پس از آن هرگونه اجسام غیر محلول را از محیط عمل خارج کرده محلول صاف را به دو قسمت کرده و هر قسمت جهت تشخیص یکی از کاتیون های سدیم و پتاسیم مورد آزمایش قرار می دهیم .

مرحله سوم : تشخیص سدیم

روی قسمت اول محلول ۴ میلی لیتر استات مضاعف اورانیل و روی ریخته و به مدت ۱۰ دقیقه در داخل یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری حاوی آب سرد قرار می دهیم . ایجاد رسوب زرد استات مضاعف اورانیل و روی و سدیم دلیل بر وجود سدیم می باشد .

مرحله چهارم : تشخیص پتاسیم

روی قسمت دوم محلول ۲ میلی لیتر کبالتی نیتريت سدیم می ریزیم و پس از ۵ دقیقه تشکیل رسوب زرد کبالتی نیتريت مضاعف سدیم و پتاسیم دلیل بر وجود پتاسیم می باشد .