

Otázka: Kvalitativní analýza anorganických látek

Předmět: Chemie

Přidal(a): Václav Kadlec

Chemické postupy, jenž se užívají při kvalitativní analýze anorganických látek

- Úvod
- Předběžná analýza
- Chování látek za zvýšené teploty
- Důkaz NH_4^+
- Důkaz kyanidu
- Vlastní kvalitativní analýza kationtů v jednotném vzorku
- Analýza kationtů ve směsi
- Kvalitativní analýza aniontů
- Předběžná analýza
- Předběžné zjištění přítomností aniontů těkavých kyselin
- Klasifikace aniontů
- Příklady specifických reakce
- Kationty
- Anionty
- Závěr

Úvod

Kvalitativní analýza je postup, při němž jsou v dané látce dokazovány ionty či funkční skupiny, za pomoci různých reakcí. Vzhledem k důležitosti tohoto oboru je samozřejmé, že dnes existuje mnoho různých postupů založených nejen na chemických vlastnostech vzorku, ale také na

jejich vlastnostech fyzikálních a pro člověka okem či čichem nezaznamenatečných. Tyto metody se nazývají instrumentální. Jako příklad bych uvedl optickou stáčivost polarizovaného světla. Zde se však pokusím rozepsat některé klasické metody.

Předběžná analýza

Mezi postupy řazené do předběžné analýzy řadíme základní vlastnosti, jež jsou vnímatelné lidskými smysly. Dále je to rozpustnost, pH a chování látek za zvýšené teploty. Také jsou do této části zařazeny důkazy, které je nutno provést ještě před samotnou systematickou analýzou.

Chování látek za zvýšené teploty

Tato zkouška není zcela určující, avšak je možné díky ní zúžit pole možných variant. Řadí se sem několik základních postupů. Prvním je zahřívání samotného vzorku v pevném skupenství:

Látka hoří a uhořelá	Organická
látka nehoří, mění se a zanechává zbytek	sloučeniny těžkých kovů
látka sublimuje	amonné, rtuťné a rtuťnaté soli
látka dekrepituje „prská“	obsahuje vodu
látka se taví a po zchladnutí tuhne	soli alkalických kovů*
Látky se nemění	oxidy, fosforečnany, křemičitany

**zde se pak přistupuje k druhé zkoušce*

Druhým postupem je plamená zkouška. Tento postup je na rozdíl od prvního dosti průkaznější. Zde je využíváno velkého uvolnění energie při návratu do základního stavu u kationtů některých kovů. Tato energie je totiž vyzařena viditelným světlem o specifické vlnové délce (barev). To se projeví změnou zbarvení plamene.

Návod: Platinový drátek s očkem namočíme do koncentrované kyseliny chlorovodíkové a

vyžiháme v plameni, dokud plamen nebude bezbarvý. Poté drátek smočíme v roztoku (popř. do očka nabereme část) a vložíme zpět do plamene. Zde pozorujeme změny zbarvení. Aby pokus byl průkazný, musíme dát pozor na sodné sloučeniny, které se často vyskytují coby příměsi.

Lithný	Karmín
Sodný	Žlutý
Draselný	Fialový
Vápenatý	Cihlová červen
Barnatý	Zelený

Třetí postup je již mnohem univerzálnější a o vzorku nám toho vypoví mnohem víc. Jedná se o zkoušku na dřevěném uhlí. Tento postup je velmi podobný prvnímu postupu, avšak možná reakce s dřevěným uhlím upřesňuje možné výsledky.

Návod: Do důlku v dřevěném uhlí vložíme vzorek, který zahříváme kahanem, jehož plamen přivádíme dmuchavkou. Možné výsledky viz tabulka u postupu jedna. Oproti těmto výsledkům se však přidávají možnosti vyredukování čistého kovu a také možnost náletu.

Hnědočervený až černý nálet	CuO, CdO, Fe ₂ O ₃
Žlutý až zelený nálet	Cr ₂ O ₃ , Bi ₂ O ₃ , PbO, SnO
Žlutý, po vychladnutí bílý	ZnO
Bílý	SnO ₂ , Al ₂ O ₃ , Sb ₂ O ₃

Důkaz NH_4^+

Do malé nádobky vložíme část rozpuštěného vzorku, který alkalizujeme 20% NaOH. Poté nádobku přikryjeme jiným skleněným předmětem, na jehož spodek jsme připevnili univerzální indikační papírek. Pokud papírek zmodrá, tak jde o důkaz unikajícího NH_3 . Toto ověříme i jiným pokusem. Např. pomocí Nesslerova činidla

Důkaz kyanidu

Filtrační papír se navlhčíme velmi zředěným amoniakalizovaným roztokem měďnaté soli a ovane plynným sulfanem, aby se zbarvil hnědě vyloučeným koloidním sulfidem měďnatým. Na toto se přeneseme kapku zalkalizovaného původního roztoku. Pokud jsou přítomny kyanidové ionty, tak se objeví bílá skvrna.

Vlastní kvalitativní analýza kationtů v jednotném vzorku

Při čistém vzorku se užívá specifických reakcí. Problémem tohoto postupu je velké množství rušivých elementů. Opravdu specifických reakcí je velmi málo, a tak může dojít k záměně.

Např: Měďnaté kationty vytvářejí s amoniakem modře zbarvený komplex, avšak k podobně zbarvenému komplexu dochází i při reakci kationtů nikelnatých.

Kvůli takovýmto případům je třeba znát možné záměny a pomocí jiných reakcí dokázat, že k nim nedošlo.

Analýza kationtů ve směsi

Zde se užívá skupinových reakcí, abychom opět omezili rozsah možných kationtů. K tomuto účelu se užívají dvě skupiny činidel, které postupně vytváří sraženiny, díky nimž se kationty rozdělí do pěti základních analytických skupin. Zde se budu věnovat sulfanové variantě, kde je druhá skupina ještě rozdělena podskupiny A a B.

Třída	Činidlo A	Činidlo B	Podtřída	Např. kationty
I.	HCl	Není	není	Pb^{2+} , Ag^{+} , Hg^{2+}

II.	H_2S	Na_2S a $(NH_4)_2S_x$	A	Cu^{2+}, Cd
		Na_2S a $(NH_4)_2S_x$	B	Sn^{2+}
III.	$(NH_4)_2S$	Není	Není	$Fe^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}$
IV.	$(NH_4)_2CO_3$	Není	Není	$Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}$
V.	Není	Není	Není	$Li^+, Na^+, K^+, Mg^{2+}, NH_4^+$

Postup: Roztok vzorku rozdělíme, abychom mohli později v něm dokazovat pomocí skupinových a specifických reakcí dané kationty. Do části vzorku přidáme první činidlo (tj. 18% HCl). Pokud vznikne sraženina, tak víme, že ve vzorku jsou přítomné kationty z první třídy. Vzniklou sraženinu odfiltrujeme a dále pracujeme s filtrátem.

Filtrát rozdělíme opět na dvě části. K jednomu z filtrátů přidáme roztok sirovodíku. Vznikne-li sraženina, opět ji odfiltrujeme. Sraženina je dále použita k rozdělení do dvou podskupin A a B. To dokážeme přidáním sulfidu sodného a polysulfidu amonného. Sraženina, jež zůstane je tvořena kationty třídy II._a, které opět odfiltrujeme. Tak získáme roztok ve kterém se nachází kationty II._b třídy.

Vezmeme filtrát po třídě II. a opakujeme stejný postup s rozdílem, že nyní přidáme

$(NH_4)_2S$. Tím získáme sraženinu tvořenou kationty III. třídy.

Postup se opakujeme s $(NH_4)_2CO_3$. Tím získáme sraženinu kationtů IV. třídy a filtrát třídy V.

Poté pomocí specifických reakcí určíme přesnější složení.

Kvalitativní analýza aniontů

Pro analýzu aniontů se dosud neověřil žádný pevně daný univerzální postup. Proto se zde více vychází z předběžných postupů. Po zjištění možných skupin aniontů již zjišťujeme pomocí selektivních reakcí konkrétní anionty.

Předběžná analýza

Předběžné zjištění přítomností aniontů těkavých kyselin

Toto předběžné zjištění provádíme z původního vzorku proto, že při úpravách roztoku mohou některé kyseliny vytékat. K vzorku přidáme po kapkách zředěnou kyselinu sírovou, dokud nedojde k reakci a pak mírně zahříváme. Při této zkoušce stále pozorujeme změny probíhající ve vzorku. Čichem opatrně zjišťujeme pach unikajících plynů (z tohoto důvodu je třeba při předběžných zkouškách otestovat přítomnost prudce jedovatého kyanidu). Některé anionty např. CO_3^{2-} a NO_2^- uvolňují při okyselení roztoku těkavé kyseliny. Může se to projevit vznikem bublinek a někdy i zakalením roztoku.

CO_3^{2-} – Unikající CO_2 je bezbarvý a slabě nakyslého zápachu.

SO_3^{2-} – unikající SO_2 je bezbarvý, štiplavě páchne po hořící síře.

$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ – kromě unikajícího SO_2 se roztok bíle zakalí vyloučenou sírou.

SH^- , S^{2-} – uniká plynný sulfan, charakteristicky páchnoucí po shnilých vejcích.

S_x^{2-} – Kromě unikajícího H_2S se roztok zakalí vylučující se sírou.

CN^- – Uniká prudce jedovatý kyanovodík, který zapáchá po hořkých mandlích.

NO_2^- – Dusitany uvolňují za chladu nejdříve kyselinu dusitou, která při vyšších koncentracích barví roztok slabě modře. Je nestálá a rychle se rozkládá. Vznikající NO se ihned oxiduje vzdušným kyslíkem na hnědý NO_2 .

Klasifikace aniontů

Anionty se klasifikují do tří tříd na základě srážecích reakcí s barnatými a stříbrnými kationty. Z toho první třída je dále dělena na 3 podtřídy.

Třída	Činidlo	Reakce s dalšími činidly	podtřída	anionty
I.	$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$	Sraženina je rozpustná v CH_3COOH	A	SO_4^{2-}
		Sraženina je rozp. v zřed. HNO_3	B	$\text{SO}_3^{2-}, \text{F}^-, \text{CrO}_4^{2-}$
		Sraženina je rozp. v obou zmíněných	C	$\text{PO}_4^{3-}, \text{CO}_3^{2-}$
II.	AgNO_3	Není	Není	$\text{Cl}^-, \text{Br}^-, \text{I}^-, \text{S}^{2-}$
III.	není	Není	není	$\text{NO}_3^-, \text{NO}_2^-$

Postup při klasifikaci aniontů je stejný jako při klasifikaci kationtů.

Příklady specifických reakcí

Kationty

I. Třída

Ag^+ - S chlorovodíkem vytváří bílou nerozpustnou sraženinu, která však po přidání amoniaku vytváří rozpustný komplex(chlorid diamminstříbrný). Tento po přidání kyseliny dusičné opět přechází v bílou sraženinu oxidu stříbrného.

II.a Třída

Cu^{2+} -Přidáním roztoku amoniaku se sráží na modrozelený hydroxid měďnatý. Ten poté přechází do tmavomodrého tetraamminměďnatého komplexu.

II.b Třída

Sn^{2+} - Do roztoku namočíme vnější stranu těžkotavitelné zkumavky, která je naplněna z půli

vodou. Tu poté vložíme do nesvítivé části plamene. Modré zbarvení poukazuje na přítomnost cínu.

III. Třída

Mn^{2+} – V prostředí kyseliny dusičné smísíme vzorek s oxidem olovičitým a přivedeme k varu. Manganaté kationty se oxidují až na fialově zbarvené ionty manganisté. Tuto reakci mohou narušit halogenové anionty a proto je třeba je vysrážet.

IV. Třída

Zde nastává problém. Specifické reakce pro Ba^{2+} , Sr^{2+} a Ca^{2+} podobné. Po přidání sádrové vody vzniká z Ba^{2+} a Sr^{2+} bílá sraženina. Podobný účinek má i kyselina šťavelová. S ní tvoří bílou sraženinu Sr^{2+} a Ca^{2+} . Tato reakce má však tu výhodu, že strontnaté kationty tvoří sraženinu jen v neutrálním prostředí.

V. Třída

NH_4^+ – viz předběžné postupy

Alkalické kovy – viz plamená zkouška

Anionty

I.a Třída

SO_4^{2-} – S barnatými solemi tvoří bílou sraženinu, která je nerozpustná v zředěné HNO_3

I.b Třída

SO_3^{2-} Po přidání do jodového roztoku jej odbarví a zároveň sníží jeho pH.

I.c Třída

CO_3^{2-} Reakcí se stříbrnými ionty přechází v nažloutlou sraženinu, která po zahřátí přechází na hnědý oxid stříbrný.

II. Třída

I^- Po přidání rtuťnatých solí k sraženině jodidu stříbrného vzniká červeně zbarvený jodid rtuťnatý

III. Třída

NO_2^- – Dusitan v kyselém prostředí oxidačně redukuje jodid draselný na jod, který je snadné dokázat modrým zbarvením škrobového mazu.

Závěr

Analytická chemie je vědní disciplína, která postupuje kupředu velmi rychle. Avšak stále zde velmi záleží na zkušenost, jelikož je zde možné dopustit se mnoha omylů. Proto je třeba každý pokus opakovat a to za nezměněných podmínek.

Zdroje:

http://www.vscht.cz/ktk/www_324/lab/texty/ana/analytika.pdf

<http://meloun.upce.cz/docs/analchem1/skripta.pdf>

<http://anl.zshk.cz/vyuka/predbezne-zkousky-a-zkousky-na-suche-cesta.aspx>

<http://anl.zshk.cz/vyuka/zkousky-na-mokre-cestech.aspx>

<http://www.vscht.cz/anl/kvalita/kvalita.pdf>

HONZA, MAREČEK: *Chemie pro čtyřletá gymnázia, 3.ed. Praha 2005*

1. [Analytická chemie – test](#)
2. [Gravimetrické stanovení chloridů jako chlorid stříbrný](#)
3. [Stanovení kationtů I. a II. třídy – maturitní otázka](#)