

# ANALIZNA KEMIJE I - VAJE

## VŠŠ Kemijska tehnologija

Nataša Gros

### UVOD

#### Kaj je analizna kemija

S pomočjo **analizne kemije** ugotavljamo kemijsko sestavo vzorcev. Vzorci so lahko zelo različni: od bioloških, preko naravnih, kot so kamenine, prst, voda, zrak, do industrijskih surovin, polizdelkov, končnih izdelkov in odpadnih produktov. **Vzorec** je torej vse, kar lahko analiziramo, z namenom, da bi ugotovili ali preverili kemijsko sestavo. Analizno kemijo delimo na dve področji: na kvalitativno in kvantitativno analizno kemijo. Če nas zanima samo, katere sestavine so v nekem vzorcu, npr.: ali ta vzorec vsebuje natrij, je to **kvalitativna analiza**. Če pa želimo izvedeti, koliko je neke sestavine, npr. natrija, je to **kvantitativna analiza**.

#### Namen, cilji, vsebina vaj

Osnovni namen vaj iz analizne kemije je, da se seznanite z delom v analiznem laboratoriju, osvojite osnovne analizne pojme in prijeme ter spoznate nekatere pogoste analizne metode. Prvi del vaj bo namenjen kvalitativni analizi. Seznanili se boste s tem, kaj lahko sklepate že samo iz obarvanosti vzorca in pH raztopine vzorca. Spoznali boste, kaj vse lahko vpliva na potek neke kemijske reakcije. Nato boste za 17 anionov in 21 kationov spoznali, kako ti reagirajo z različnimi reagenti, kako so npr. obarvani produkti in kako lahko te reakcije uporabite za prepoznavanje posameznih ionov. Spoznali boste, kako lahko nekatere katione prepoznamo po obarvanju plamena, ki ga povzročijo, če raztopine njihovih soli razpršujemo v plamen. Ob koncu vaj iz kvalitativne analize boste za poljubno sol znali ugotoviti, kateri od 17 mogočih anionov in kateri od 21 mogočih kationov jo resnično sestavlja. To boste tudi praktično dokazali ob koncu tega dela vaj, ko boste morali analizirati pet različnih vzorcev, vsak pa bo vseboval eno samo sol, sestavljeno iz enega aniona in enega kationa.

#### Potek vaj in gradivo pred vami

Delo pri vajah bo individualno. Učno gradivo je napisano tako, da je hkrati učbenik in delovni zvezek. Vsebuje tudi veliko praktičnih napotkov, ki vam bodo pomagali, da boste pri delu čimbolj samostojni. Delo pri vajah bo intenzivno, zato boste morali biti za vaje dobro pripravljeni. Tako torej pri vajah za prvo prebiranje učnega gradiva časa gotovo ne bo dovolj. O organiziranosti učnega gradiva in načinu dela veliko pove že sama grafična podoba, ki jo že poznate iz Praktikumuma iz kemije.

Ker se teorija pogosto navezuje na neka predznanja, ki jih morate poznati za uspešno delo, smo v teoretični del uvrstili tudi vprašanja, ki naj bi vam pomagala osvežiti ali nadomestiti osnovna znanja. Odgovarjanje na ta vprašanja je del vaše priprave za vaje, zato je **obvezno**. Na mesta, kamor morate vpisati odgovore, vas opozarja grafičen znak – ura, ki vas hkrati spomni, da morajo biti odgovori vpisani do začetka vaj in da boste šele po tem pogoju lahko začeli z vajo. Če boste izpolnili samo ta mesta, gradiva pa ne boste predelali, boste škodovali sebi. Snov boste morali obvladati v celoti in to dokazati pri praktičnem in teoretičnem preizkusu znanja.

Z opisovanji eksperimentov in razlaganjem opažanj si boste učno gradivo tako rekoč do konca napisali sami. Zato je prav od vas odvisno, kako dobro in pravilno bo. Vaje vam sicer, razen

osnovne priprave, ne bodo vzele veliko dodatnega prostega časa. Pomembno pa je, da boste čas pri vajah dobro izkoristili in da boste tudi miselno kar najaktivnejši. Sprašujte asistente in, če niste povsem gotovi, da je vaše sklepanje pravilno, preverjajte svoje ugotovitve! Odgovore in rezultate eksperimentov pišite neposredno v učno gradivo že med vajami, in to čimbolj natančno in popolno, četudi pri tem estetski videz ne bo povsem primeren. Ne zanašajte se, da si boste nekatere stvari kar zapomnili in jih dopisali kasneje. To je neracionalno in največkrat tudi neuspešno. Ne puščajte neizpolnjenih mest, ne izpuščajte in ne preskakujte eksperimentov! Zamujenega ne boste mogli uspešno nadomestiti zgolj s prepisovanjem ugotovitev drugih.

Na koncu poglavij so vprašanja, ob katerih boste sami preverili poznavanje in razumevanje učne snovi. Odgovore na ta vprašanja ne bomo posebej preverjali. To je povsem prepuščeno vam. Svetujemo pa, da na vprašanja odgovarjate sproti in pisno ter odgovore shranite. Če boste tako ravnali, si boste zelo olajšali neposredno pripravo za posamezna preverjanja znanja. Pri odločitvi za drugačen način študija pa morate računati, da je gradivo obsežno in ga boste v zelo kratkem času v celoti težko osvojili. Zgolj približno poznavanje vsebin pa že pri prvem praktičnem preverjanju znanja verjetno ne bo zadoščalo.

### **Kaj je treba doseči, da bodo vaje uspešno opravljene**

Vaje so obvezne, kar pomeni, da morate v celoti opraviti predpisani program. Vaje lahko opravljate samo v času, v katerega ste razporejeni. Dodatnih rokov za nadomeščanje ni!

Vaje iz analizne kemije so za vaš poklic pomembne, zato ne morejo biti zgolj informativne, temveč se morate pri njih za analizno delo resnično usposobiti, zato boste morali že pri praktičnem delu izkazati določeno uspešnost. Šele, če boste praktični del uspešno končali, boste imeli pravico do opravljanja kolokvija iz kvalitativne analize kemije.

Ob koncu teh uvodnih poglavij vam želimo čimbolj uspešno opravljanje vaj in čimveč veselja ob eksperimentiranju v laboratoriju.

## **I. K V A L I T A T I V N A A N A L I Z N A K E M I J A**

### **1. SPLOŠNA NAČELA**

#### **1.1 Kakšen je praktični pomen vaj iz kvalitativne analize kemije za vaš bodoči poklic**

Pri kvalitativni analizi, s katero se boste pri vajah najprej seznanili, nas predvsem zanima, katere sestavine vsebuje neki vzorec. Za učinkovito določitev vseh prisotnih sestavin so bile v analizi kemiji razvite različne sheme, ki so narekovale neko zaporedje eksperimentalnih stopenj. Te so postopoma pripeljale do izločitve manjših skupin kemijsko sorodnih sestavin. V posameznih skupinah je bilo nato treba le še prepoznati res prisotne sestavine in sestava vzorca je bila ugotovljena.

Ena najbolj poznanih kvalitativnih analiznih shem, ki je temeljila na ločevanju sestavin na osnovi obarjanja in v kateri je imel zelo pomembno vlogo za delo sicer neprijeten vodikov sulfid, je bila Freseniusova shema. Seveda pa so obstajali tudi drugačni načini, pri katerih je ločevanje temeljilo npr. na uporabi ionskih izmenjevalcev, ekstrakciji ipd. Uporaba neke sheme za celotno kvalitativno analizo je nujna, kadar o sestavi vzorca ne vemo skoraj nič. To pa je veljalo predvsem v preteklosti, ko so v neki analizi laboratorij lahko prihajali zelo različni vzorci, od naravnih do najrazličnejših industrijskih. Danes tako splošnih analiznih laboratorijev ni več. Za večji del specializiranih laboratorijev kvalitativne analize sheme niso

več aktualne. Pri sestavljanju vaj iz kvalitativne analize kemije smo tako upoštevali realne zahteve stroke, zato se sheme za kvalitativno analizo ne boste učili. To pa seveda ne pomeni, da je kvalitativna analizna kemija postala nepotrebna. Pokazala se je le zahteva po spremembi njenega koncepta in prav to smo upoštevali pri sestavljanju teh vaj.

Če bi se pri vajah omejili le na kvantitativno analizno kemijo, bi bilo vaše poznavanje kemijskih reakcij in razumevanje kemijskega dogajanja zelo skromno, kar bi vas v prihodnje gotovo omejevalo in vam jemalo strokovno suverenost. Na osnovi znanja, ki ga boste pridobili pri vajah iz kvalitativne analize kemije, boste verjetno pogosto kos vprašanju, ali npr. vsebina prahovke ali reagenčne steklenice v resnici ustreza oznakam in ali ni morda prišlo do neke grobe napake ali zamenjave? Razumeli boste, zakaj npr. reagenti v komercialnih analiznih setih poleg osnovne reaktivne sestavine pogosto vsebujejo še druge komponente. Vedeli boste, kaj vse lahko vpliva na potek kemijskih reakcij, zakaj ne smemo nekontrolirano spreminjati ter poenostavljati predpisanih analiznih postopkov in še kaj. Izostrili boste sposobnost opazovanja in natančnega zapisovanja sprememb, utrjevali sposobnost logičnega sklepanja. Skratka, postali boste na kemijskem področju širše razgledani in bolj usposobljeni tudi za kvantitativno analizo.

## **1.2 Kako bodo potekale vaje iz kvalitativne analize kemije**

Kot že veste, boste morali za uspešen konec vaj že pri praktičnem delu dokazati, da predpisano snov resnično obvladate. Da pa se boste na to lahko postopno privadili in dobro pripravili, morebiti pa tudi nadomestili manjkajoča predznanja, vas k takemu preverjanju ne bomo silili takoj ob začetku vaj. Svoje znanje boste morali prvič dokazati šele ob koncu kvalitativnega dela vaj iz analize kemije, ko boste morali uspešno določiti anionski in kationski del petih posamičnih soli. Za to boste imeli na voljo dovolj časa - štiri šolske ure. Te analize pa boste morali opraviti brez pomožnih gradiv in predlog in brez komuniciranja s sosedi, torej ob izpitni disciplini. Na voljo boste imeli ves pribor in reagente, s katerimi se boste seznanili pri dotedanjih vajah. Časa za privajanje in pripravo bo torej dovolj in če ga boste smiselno izrabili, pri končnem preverjanju res ne boste imeli težav.

## **1.3 Analizni laboratorij in delo v njem**

Vsakdo, ki dela v laboratoriju, ima svoje delovno mesto in tu odgovarja za red in čistočo ter za pribor, ki ga uporablja. Delovno mesto je dolžan zapustiti v takem stanju, kot je predpisano. Delovna površina mora biti čista, saj bi razlite kemikalije ogrožale tiste, ki bodo na tem mestu delali kasneje.

Nekatere kemikalije in pribor so v skupni rabi. Ni jih dovoljeno odnašati na svoje delovno mesto, saj bi s takim ravnanjem ovirali delo drugih. Ves čas morajo ostajati na mestih, ki so namenjena delu z njimi.

## **1.4 Nevarnosti pri delu v laboratoriju in osebna varovalna sredstva**

Nevarnosti v laboratoriju so različne in stalno prisotne; povečuje pa jih še dejstvo, da v prostoru sočasno dela večje število ljudi. Zato se je nevarnosti treba ves čas zavedati in se navaditi, da znamo vsako svojo namero presoditi tudi s tega vidika. Spoštovati smo dolžni vse varnostne predpise in pravilno uporabljati osebna varovalna sredstva.

Pred uporabo vsake posamezne kemikalije smo se dolžni z nevarnostmi seznaniti in se temu primerno tudi ravnati. Opozorimo še, da se učinki kemikalij lahko kopičijo in seštevajo in

sploh ni treba, da so trenutni ali takoj opazni. Zato nobena malomarnost ali omalovaževanje res nista dovoljena.

Potencialne nevarnosti v laboratoriju lahko zmanjšamo s pravilnim ravnanjem in osebnimi varovalnimi sredstvi. Osnovnejši varovalni sredstvi sta halja in zaščitna očala. Haljo, ki mora biti zapeta, morate nositi ves čas vaj. Očala pa ste dolžni nositi toliko časa, dokler teče v laboratoriju kakršnakoli eksperimentalna dejavnost, četudi je ne izvajate vi sami. Brez halje in zaščitnih očal ne smete vstopiti v laboratorij. Če pa boste pravila o uporabi zaščitnih sredstev med vajami kršili, vam je asistent dolžan preprečiti nadaljevanje dela.

K skrbi za osebno varnost sodi tudi umivanje rok. Če pridete v stik s kemikalijami, si roke sperite takoj, četudi ne čutite dražečega ali pekočega učinka. Kemikalije se lahko absorbirajo skozi kožo in vam tudi kasneje lahko škodujejo. Zelo pomembno je, da si po končanem delu ob odhodu iz laboratorija roke res temeljito umijete, na kar še posebej opozarjamo kadilce.

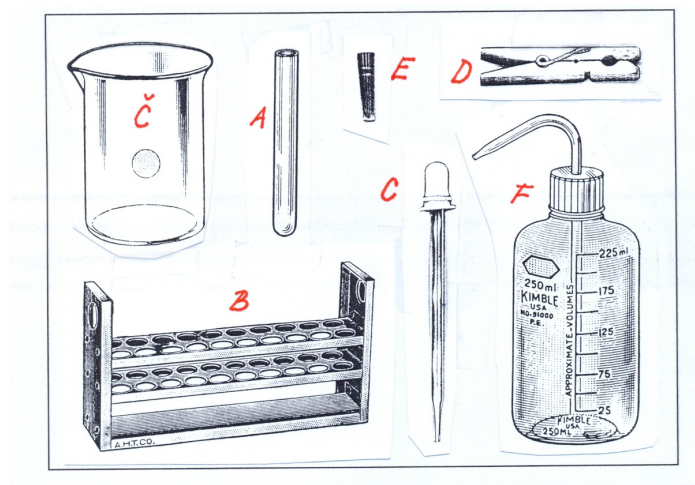
Ob koncu še enkrat poudarimo, da je pri vsakem eksperimentu najvažnejše, da ne ogrožamo sebe in drugih. Saj ob nezgodi v laboratoriju, še zlasti pa ob taki, ki je povzročena iz malomarnosti ali neznanja, še tako osupljive ugotovitve povsem izgubijo svoj pomen. Omalovaževanje nevarnosti ne kaže na junaštvo, temveč na neprofesionalnost. Osnovno pravilo pri delu v laboratoriju je, da nikoli ne sprožimo ničesar, za kar zagotovo ne vemo, da ne bo imelo nevarnih ali nezaželenih posledic. Zato nikoli na slepo ne zlivajmo skupaj reagentov, če ne vemo, kakšne reakcije lahko stečejo. S takim ravnanjem bi namreč lahko izzvali sproščanje toksičnih plinov, močno pregrevanje raztopine, ki lahko povzroči, da jedka ali kako drugače nevarna snov brizgne iz posode, in še marsikaj drugega se lahko zgodi. Današnji čas nikakor ni več romantično obdobje velikih naključnih odkritij. **V laboratoriju se zato nikoli ne lotevajmo dejavnosti, ki ni predpisana, in take, ki je v pristojnosti oseb, ki so za to posebej usposobljene in za to kompetentne.** V laboratoriju, kjer sočasno dela večja skupina ljudi, je varnosti oz. morebitnim nevarnostim treba nameniti še več pozornosti. Osnovno pravilo je, da vsakdo spoštuje načela osebne varnosti in da hkrati pazi, da s svojim delom in ravnanjem ne ogroža sebe niti koga v svoji bližini. Če bo namreč vsakdo pazil samo na svojo varnost, bomo vsi ves čas v nevarnosti.

## 1.5 Analizni pribor

Osnovni laboratorijski pribor, ki ga boste uporabljali pri vajah iz kvalitativne analize kemije, je prikazan na sliki 1 in obsega: epruvete, stojalo za epruvete, kapalke z gumijastimi mešički, 150 mL čašo, ki bo za vodno kopel, leseno ščipalko za prijemanje vročih epruvet, prirezan plastični nastavek za mikropipeto in puhalko s prečiščeno vodo.

Poleg osnovnega analiznega pribora boste uporabljali še ploščice s po desetimi vdolbinami, v katere v farmacevtski industriji pakirajo dražjeje. Prednost teh ploščic je, da zmanjšujejo porabo reagentov, saj omogočajo eksperimentiranje z eno samo kapljico preiskovane raztopine in s temu primerno majhnimi količinami potrebnih reagentov. Samo z nekaj ploščicami je mogoče opraviti več deset zaporednih eksperimentov. Bistveno krajši kot pri epruvetah je tudi postopek čiščenja pribora. S takim načinom eksperimentiranja, ki smo ga razvili prav za te vaje, smo upoštevali tudi koncept tako imenovane **zelene analize kemije**, ki se začinja uveljavljati v svetu in zahteva, da se vsak analizni postopek prilagodi tako, da okolje čimmanj obremenimo s kemijskimi snovmi. Zavedati pa se moramo, da ploščice ne dopuščajo eksperimentov, pri katerih je potrebno segrevanje, eksperimentov z agresivnejšimi organskimi topili, zahtevnejših eksperimentov in eksperimentov z večjimi volumni raztopin. Te eksperimente opravljamo v epruvetah.

Večina reagentov, ki jih boste uporabljali v kvalitativnem delu vaj, bo v desetmililitrskih polietenskih stekleničkah, ki imajo na vrhu nastavek. Ta omogoča odmerjanje tekočine po kapljicah.



Slika 1. Osnovni laboratorijski pribor za vaje iz kvalitativne analize ( A-epruvete, B-stojalo za epruvete, C-kapalke z gumijastimi mešički, Č-150 mL čaša, D-lesena ščipalka, E-prirezan plastični nastavek za mikropipeto, F-puhalka s prečiščeno vodo)



Slika 2. Testne ploščice in stekleničke z reagenti

## 1.6 Ureditev delovnega mesta in osnove dobre laboratorijske prakse

Za utemeljevanje lastne kvalitete mora laboratorij izkazati, da upošteva vsa načela dobre laboratorijske prakse (GLP-good laboratory practice). Način izvajanja posameznih operacij in zagotavljanja kvalitete morata biti določena v pisnih dokumentih. Poslovanje mora biti tako, da ne omogoča odstopanja od predpisanega in da zagotavlja, da normative resnično dosegajo vsi delavci. Da pa boste sposobni prevzeti svojo vlogo v takem laboratoriju na bodočem delovnem mestu, se morate že med šolanjem naučiti pravilne laboratorijske tehnike. Pri tem pa ne zadošča, da poznate osnovna pravila, temveč si morate pravilno tehniko pridobiti do take mere, da bo postalo njeno izvajanje samoumevno in avtomatično. Ustajene nepravilnosti je namreč kasneje zelo težko odpraviti. Pravilno laboratorijsko tehniko za posamezne operacije bomo opisovali sproti. Na tem mestu pa bomo ponovili nekatera najosnovnejša in najsplošnejša načela, ki smo jih omenjali že pri Praktikum iz kemije.

Delovno mesto mora biti pred vsakim delom urejeno tako, da ne zahteva poznejšega iskanja pribora, da nepotrebnih in nefunkcionalnih gibov praktično ni in da gibi niso navzkrižni, kar bi npr. pomenilo, da držite nekaj v levi roki, po dodatni pribor pa segate z desnico na svojo levo stran.

Prvo, kar moramo s stališča dobre laboratorijske prakse najprej doseči, je, da čimbolj **zmanjšamo možnost grobih napak** in ena najbolj grobih je, da nezavedno uporabimo napačen reagent. Zato je prvo načelo, ki se ga moramo držati v laboratoriju, da ima vsak reagent točno določeno in stalno mesto. Ob začetku vaj boste morali tako vedno preveriti, če je razporeditev reagentov na vašem delovnem mestu pravilna. Ohranjanje sistema res ne bo težko, če se boste potem le držali osnovnega pravila, da moramo vsak reagent takoj, ko ga ne potrebujemo več, vrniti na svoje mesto.

V analizni kemiji je treba ves čas paziti, da pribora, reagentov in vzorca **ne kontaminiramo**, kar pomeni, da smo vanje dodatno vnesli neke snovi. Če kontaminiramo vzorec, je to slabo, saj bo rezultat analize, če že ne povsem napačen, pa gotovo vsaj netočen. Še slabše pa je, če nezavedno kontaminiramo reagent, saj bomo tako napako težje odkrili, vplivala pa bo na vse nadaljnje vzorce. Zato moramo še posebno paziti, da ne dopustimo, da bi prišlo do kontaminacije reagenta. To dosežemo, če se pri delu vedno ravnamo po nekaterih osnovnih pravilih. Nikoli ne smemo na delovni površini imeti hkrati odprtih več reagenčnih stekleničk, saj tako zlahka pomešamo zamaške in stekleničke zapremo z zamaški, omočenimi z drugimi reagenti. Novega reagenta torej nikoli ne odpirajmo, dokler nismo privili pokrovčka na stekleničko prejšnjega! Kapalko na steklenički vedno takoj po uporabi zapremo s pripadajočim pokrovčkom. Najvarneje pa je, da se takoj v začetku vaj navadimo, da po odprtju stekleničke zamaška sploh ne odložimo, temveč ga ves čas držimo v tisti roki, s katero iz stekleničke odkapavamo reagent. Stekleničko bomo tako po uporabi avtomatično zaprli, saj bo to najnaravnejši način, da bomo roko povsem osvobodili. Z nekaj pazljivosti v začetku si bomo tak način dela lahko privzgojili. To pa nas bo varovalo napak tudi takrat, ko bomo nekoliko manj zbrani, bolj utrujeni ali pod večjim psihičnim pritiskom.

Drugo osnovno pravilo, ki se ga moramo držati, da preprečimo kontaminacijo reagenta, pa je, da ne smemo pri odmerjanju reagenta kapalke nikoli nasloniti na steno posode, v katero reagent dodajamo. Ko namreč dodajanje reagenta prekinemo in pritisk na steno polietenske reagenčne stekleničke popustimo, se skozi kapalko normalno vsrka zrak. Če pa je kapalka prislonjena ob steno posode, oblite z neko drugo tekočino, bo pri tem prišlo do vsrkanja te tekočine v reagenčno stekleničko in s tem do kontaminacije reagenta. Pri dodajanju reagenta s kapalko se torej prav ničesar ne dotikajmo! Seveda pa to ne pomeni, da se stene ne smemo dotakniti s kapljico, ki se oblikuje na koncu kapalke. Ta prijem uporabimo vselej, kadar želimo dodati manj reagenta, kot ga je v kapljici, ki se je sama sposobna odtrgati od konca kapalke. Enaka pravila veljajo tudi pri uporabi pihalke s prečiščeno vodo in pri vseh drugih podobnih operacijah.

Čeprav sodijo epruvete in steklene kapalke z gumijastimi mešički k najosnovnejšemu laboratorijskemu priboru, s katerim se je gotovo seznanil že vsakdo izmed nas, pa izkušnje vendarle kažejo, da so tudi pri delu s tem priborom pogoste nekatere osnovne napake. Zato je vredno opozoriti, da uporabljene kapalke ne odlagamo na laboratorijski pult, še slabše pa je, če jih v skrbi za to, da se ne bi kontaminirala konica, prislanjamo tako, da je konica višje kot mešiček. Pri tem namreč tekočina spolzi v mešiček, kjer se snov zasuši. Ko bomo mešiček ponovno uporabili, pa se bo zasušena snov najverjetneje pri stiskanju mešička odlepila, uprašena padla v tekočino v kapalki in jo tako kontaminirala. Uporabljene kapalke zato vedno

odlagajmo v primerno posodo, in to navpično s konico navzdol. Nepravilno ravnanje je pogosto opaziti tudi pri spajanju kapalke in gumijastega mešička. Obeh delov ni vselej mogoče povsem lahko spojiti. Pogosto je za to le treba nekaj sile. Ne smemo pa pozabljati, da so že steklene palčke razmeroma krhke, steklene cevi, kar kapalka v osnovi je, pa toliko bolj. Vreznine na dlani pa so pogosto zelo grde poškodbe. Zato se držimo pravila in pri spajanju ali razdvajanju kapalke in mešička kapalko vedno držimo s krpo, in to čim bližje širšemu koncu. Če bi se namreč pri tem po nesreči steklo le zdrobilo, bo krpa varovala našo roko in ublažila posledice.

Napake nastajajo tudi pri ravnanju z opranimi epruvetami. Marsikdo jih v želji, da bi se dobro odtekle, zloži v stojalo, obrnjene z ustjem navzdol. Zelo verjetno pa je, da stojalo ni povsem čisto, da je kdaj med eksperimentiranjem nanj kanila kakšna kapljica reagenta ali preiskovane raztopine, zato se lahko kontaminira ustje epruvet. Če želimo, da iz opranih epruvet dodobra izteče voda, jih po pomivanju z ustjem navzdol odložimo v čisto čašo. V stojalo pa jih vedno odlagamo z ustjem navzgor, saj bomo le s takim ravnanjem preprečili kontaminiranje.

### 1.7 Voda v analiznem laboratoriju in čiščenje pribora

Omenili smo že, da moramo pri analiznem delu ves čas skrbeti, da ne pride do kontaminacije; s tem pa je povezano tudi vprašanje, kdaj je neki pribor **analizno čist**. Natančen pomen tega pojma je odvisen od tega, za katero določitev nameravamo pribor uporabiti. Predvsem pa pomeni, da ne sme vsebovati sestavin, ki jih določamo, in tistih, ki bi lahko vplivale na določitev. Zato se postopki čiščenja med seboj lahko razlikujejo. Opisali bomo le najosnovnejšega. Za čiščenje pribora v splošnem velja, da je dovolj čist, če ga po pomivanju z vodovodno vodo trikrat zapored oplaknemo s primerno količino prečiščene vode. Kakršnakoli dodatna čistilna sredstva moramo uporabljati zelo premišljeno in le, če je to res utemeljeno, saj lahko povzročijo kontaminacijo pribora.

Postopek čiščenja je npr. za testno ali reakcijsko ploščico takle: Ploščico trikrat oplaknemo z vodovodno in nato trikrat s prečiščeno vodo. Ploščica je iz hidrofobnega materiala, zato se hitro posuši. Postopek čiščenja je za epruvete enak, le da epruvet ni mogoče tako enostavno in hitro osušiti. Glede čiščenja pribora naj omenimo še, da je koristno, če si na delovni površini pripravimo čašo z malo prečiščene vode. To omogoča, da kapalko z večkratnim zaporednim vsrkanjem prečiščene vode oplaknemo takoj po uporabi. Kapalko nato pravilno odložimo v temu namenjeno čašo. Tako nam ni treba vsakič posebej za daljši čas prekiniti delo, temveč kapalke do konca očistimo kasneje, ko nam že zmanjka čistih. Takrat kapalko oddvojimo od mešička in skozi jo večkrat zapored spustimo prečiščeno vodo ter jo oplaknemo tudi od zunaj.

Pri delu pa moramo ves čas spoštovati pravilo, da je treba ločevati med prostorom, ki je namenjen čistemu, in tistim, ki je namenjen že uporabljenemu priboru. Umazanega pribora, ki lahko povzroči kontaminacijo, ne smemo nikoli prenašati čez prostor, ki je namenjen čistemu priboru. Najboljše je, če si delovni prostor uredimo tako, da npr. čisti pribor jemljemo z leve strani, a ga po uporabi odlagamo na desno. Na delovnem mestu imamo prečiščeno vodo navadno v puhalki. Da se s konico ne smemo dotikati sten posode, v katero vodo dodajamo, smo že omenili; pomembno pa je tudi, kako puhalko polnimo s prečiščeno vodo, da vode prav pri tem ne kontaminiramo. Postopek, ki ga bomo opisali, velja za desničarje. Puhalko držimo v levi roki. Ko zamašek odvijemo, cevko izvlečemo tako, da jo z desno roko primemo za koleno nad zamaškom, nikakor pa ne za konico, a tudi ne za del cevi, ki sicer sega v vodo. Cevke ne smemo odložiti na pult ali prostor od koritu, temveč jo ves čas držimo v roki. Ker z desno roko hkrati tudi upravljamo z ventilom rezervoarja, iz katerega vodo dotakamo, moramo ob tem paziti, da se s cevko ničesar ne dotaknemo.

## 1.8 Osnovno o reagentih

Kadar se v laboratoriju srečamo s katerokoli snovjo, ki je dozdaj nismo uporabljali, smo se dolžni seznaniti z njenimi osnovnimi lastnostmi, še posebej pa z nevarnostmi, ki spremljajo njeno uporabo. Da si boste postopno privzgojili občutek za to, da je skrb za vašo osebno varnost in stalna ozaveščenost o morebitnih nevarnostih vaša osnovna dolžnost - saj boste kasneje na svojem delovnem mestu lahko odgovorni tudi za varnost drugih - boste pred vajami izpolnjevali tabelo 1.

Tabelo boste izpolnili tako, da boste s pomočjo dodatnega gradiva k oznakam za R in S stavke dopisali njihov pomen. Seveda bi ne bilo smiselno, da bi v tabelo 1 prepisovali cele stavke, izpišite le ključne besede, kot je to nakazano v že izpolnjenem začetku tabele. Paziti pa morate, da ob tem ne boste izgubili noben bistveni del sporočila. Ko bo tabela izpolnjena, boste imeli na enem mestu že zbrane vse ključne informacije in če bi slučajno šlo kaj narobe, boste lahko takoj ugotovili, kako najprimerneje ukrepati. Tabela o nevarnostih pri delu s kemikalijami in o ravnanju ob morebitnih nezgodah je zares pomembna in zato osnovni pogoj, da boste sploh smeli začeti z eksperimentiranjem. Dopolnjevanje tabel o lastnostih uporabljenih kemikalij je delo, ki sodi v vašo pripravo za vaje. Če tega ne boste opravili pred vajo, boste sami sebe postavili v slabši izhodiščni položaj, saj boste z eksperimentiranjem lahko začeli šele, ko boste tabelo izpolnili, torej precej kasneje kot vaši kolegi.

Če na hitro preletimo reagente, s katerimi se boste seznanili v prvem delu vaj, moramo povedati, da bodo prevladovala raztopine soli. Večina raztopin ima koncentracijo 0,1 mol/L, kar ob primernem odmerjanju kapljic omogoča enostavno zagotavljanje stehiometričnih odnosov.

Raztopine klorovodikove kisline, amonijaka in natrijevega hidroksida so pripravljene še v koncentracijah 2 mol/L in 1 mmol/L, raztopina dušikove(V) kisline pa ima koncentracijo 3 mol/L. Raztopina tiosečnine in raztopina kompleksala III (dinatrijeva sol EDTA) sta 10 %, raztopine indikatorjev: timol modro, bromfenol modro in bromtimol modro pa so 0,1 %.

Večina kemikalij je bila preprosto raztopljena v prečiščeni vodi, nekatere pa so pripravljene v raztopinah kislin. Raztopina  $\text{HgSO}_4$  je bila tako pripravljena z raztapljanjem  $\text{HgO}$  v raztopini  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Z raztopino žveplove(VI) kisline je bila pripravljena tudi raztopina  $\text{FeSO}_4$ , v raztopini klorovodikove kisline pa raztopina  $\text{BiCl}_3$ .

Od organskih topil boste uporabljali etanol in 4-metil-2-pentanon, poznan tudi pod imenom metilizobutil-eton (MIBK).

Z raztopinami kislin, kot so  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{H}_3\text{BO}_3$  in  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , se ne boste seznanili neposredno, njihove lastnosti pa morate poznati, ker so sestavine pufernih raztopin, ki jih boste uporabljali pri delu.



Ime in priimek:  
Vaša številka pri vajah:

Skupina pri vajah:

IZPOLNITE PRED VAJAMI IN ODDAJTE V ZAČETKU VAJ!



Tabela 1. Nevarnosti pri delu s kemikalijami in ravnanje ob morebitni nezgodi

Snov	Znaki za nevarnost	R in S stavki	Pomen stavkov
AgNO <sub>3</sub>	C	R:34 S:26-45	Povzročča opekline. Če v oči, z veliko vode; k zdravniku. Slabo počutje, nezgoda; takoj k zdravniku.
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> · 18H <sub>2</sub> O	Xi	R:41 S:26-29	Hude poškodbe oči. Če v oči, speremo z veliko vode; k zdravniku. Ne v odvodni kanal.
BaCl <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O	Xn	R:20/22 S:28.1	Škodljivo, če vdihavamo ali zaužijemo. Če na kožo, speremo z veliko vode.
BiCl <sub>3</sub>	Xi	R:36/38	
Bromfenol modro		S:22-24/25	
Bromtimol modro		S:22-24/25	
CaCl <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O	Xi	R:36 S:24	
CoCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	Xn	R:22-43 S:24-37	
CrCl <sub>3</sub> · 6H <sub>2</sub> O	Xn	R:22 S:24/25	
CuSO <sub>4</sub> · 5H <sub>2</sub> O	Xn	R:22-36/38 S:22	
Etanol	F	R:11 S:7-16	
FeCl <sub>3</sub> · 6H <sub>2</sub> O	Xn	R:22-38-41 S:26-39	
Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> · 9H <sub>2</sub> O	Xi O	R:8-36/38 S:26	

Ime in priimek:

Skupina pri vajah:

Vaša številka pri vajah:



Tabela 1. (Prvo nadaljevanje)

Snov	Znaki za nevarnost	R in S stavki	Pomen stavkov
FeSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O	Xn	R:22 S:24/25	
HAc*	C	R:10-35 S:23.2-26-36/37/39-45	
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>			
HCl (aq)	Xi	R:36/37/38 S:26	
HgO	T+	R:26/27/28-33 S:13-28.1-45	
HNO <sub>3</sub>	C	R:35 S:23.2-26-36/37/39-45	
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	C	R:34 S:26-36/37/39-45	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	C	R:35 S:26-30-36/37/39-45	
KBr			
K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	Xi	R:36/37/38-43 S:22-28.1	
KI		S:22-24/25	
KSCN	Xn	R:20/21/22-32 S:13	
LiCl	Xn	R:22-36/37/38 S:28	
MgSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O			

Ime in priimek:  
Vaša številka pri vajah:

Skupina pri vajah:



Tabela 1. (Drugo nadaljevanje)

Snov	Znaki za nevarnost	R in S stavki	Pomen stavkov
MIBK*	F	R:11 S:9-16-23.2-33	
MnCl <sub>2</sub> · 4H <sub>2</sub> O	Xn	R:22 S:22-24/25	
NaAc*		S:22-24/25	
Na <sub>3</sub> Citr · 2H <sub>2</sub> O			
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> · 10H <sub>2</sub> O	Xi	R:36 S:22-26	
NaCl			
Na <sub>2</sub> EDTA*	Xn	R:22 S:22-24/25	
NaF	T	R:25-32-36/38 S:22-36-45	
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O			
NaNO <sub>2</sub>	O T	R:8-25 S:45	
NaNO <sub>3</sub>	O	R:8 S:16-41	
NaOH	C	R:35 S:26-36/37/39-45	
Na <sub>2</sub> Oksal*	Xn	R:21/22 S:24/25	
NaSalicil*	Xn	R:22 S:24/25	

Ime in priimek:  
Vaša številka pri vajah:

Skupina pri vajah:



Tabela 1. (Tretje nadaljevanje)

Snov	Znaki za nevarnost	R in S stavki	Pomen stavkov
$\text{Na}_2\text{SO}_3$	Xn	R:22-36/38 S:22	
$\text{Na}_2\text{SO}_4$		S:22-24/25	
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$		S:22-24/25	
$\text{NH}_3$ (aq)	C	R:34-37 S:7-26-36/37/39-45	
$\text{NH}_4\text{Cl}$	Xn	R:22-26 S:22	
$\text{NH}_4\text{SCN}$	Xn	R:20/21/22-32 S:13	
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	T	R:25-43 S:24-37-45	
$\text{Pb}(\text{Ac})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	T	R:60-61-33-48/22 S:53-45	
$\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		S:22-24/25	
Timol modro		S:24/25	
Tiosečnina*	Xn	R:22-40 S:22-24-36/37	
$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Xi	R:36 S:24	

\* V tabeli 1 zaradi poenostavitve ali krajšega zapisa nismo opisali vseh kemikalij s kemijskimi formulami, zato so potrebna nekatera

dodatna pojasnila:

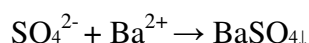
- HAc je očetna kislina oz.  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ;
- MIBK je 4-metil-2-pentanon ali metil-izobutil-keton;
- NaAc je natrijev acetat oz.  $\text{CH}_3\text{COONa}$  ;
- $\text{Na}_3\text{Cit} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  je natrijev citrat dihidrat oz.  $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ;
- $\text{Na}_2\text{EDTA}$  je dinatrijeva sol etilen diamin tetraočetne kisline;
- $\text{Na}_2\text{Oksal}$  je natrijev oksalat oz.  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  ;
- NaSalicil je natrijev salicilat oz.  $\text{o-C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{COONa}$  ;
- $\text{Pb}(\text{Ac})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  je svinčev acetat trihidrat oz.  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ;
- Tiosečnina je  $\text{SC}(\text{NH}_2)_2$  .

## 1.9 Pojem vzorca

Kaj nam v analizni kemiji pomeni izraz vzorec, smo pojasnili že v začetku uvoda. Na tem mestu bi želeli opozoriti le, da se boste z vzorcem v pravem pomenu te besede srečali šele ob koncu kvalitativnega dela vaj pri že večkrat omenjenem praktičnem preizkusu znanja. Šele takrat se boste v resnici soočili z raztopinami, katerih sestave res ne boste poznali. Pri vsem dotakratnem delu pa bomo vzorce tako rekoč simulirali. Ko bomo npr. spoznavali, kako bi lahko določili sulfat v vzorcu, bomo v vlogo preiskovane raztopine oz. vzorca postavili kar raztopino  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  iz vašega reagenčnega seta in ji nato dodali raztopino  $\text{BaCl}_2$ , ki bo v tem primeru v vlogi reagenta. Pri spoznavanju možnosti za določanje barija pa bosta vlogi obeh raztopin zamenjani. To smo želeli pojasniti, da vam uporaba pojmov preiskovana raztopina in vzorec pri začetnem delu ne bi bila nejasna.

## 1.10 Vzpostavljanje stehiometričnih odnosov

Ker smo praktikum iz kvalitativne analize kemije zasnovali tako, da ima večinski del raztopin koncentracijo 0,1 mol/L in da so hkrati vse raztopine v polietenskih stekleničkah, ki omogočajo dovolj natančno odmerjanje kapljic, smo s tem dosegli zelo enostaven nadzor nad razmerjem dodanih sestavin. Če to pojasnimo kar na primeru dokazovanja sulfata z barijevim kloridom, za katerega velja reakcija:



in kanemo na reakcijsko ploščico eno kapljico raztopine  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ; tej pa dodamo eno kapljico raztopine  $\text{BaCl}_2$ , lahko pojmuje, da smo med sestavinama, ki reagirata, vzpostavili ravno stehiometrično razmerje. Na tak način bomo pri reakcijah lahko ugotavljali, kaj se zgodi, ko ravno dosežemo stehiometrično razmerje sestavin, ki reagirajo, in kako vpliva na potek reakcije večji ali manjši presežek reagenta.

## 1.11 Pravilno in učinkovito opazovanje sprememb

Uspešnost kvalitativne analize je v znatni meri odvisna od natančnega opazovanja. Vse spremembe pa niso enako dobro vidne pri istih pogojih opazovanja, zato vsako opazujemo na več različnih načinov. Prvi pomembni dejavnik, ki včasih odloča celo o tem, ali bomo spremembo sploh zaznali, je **obarvanost podlage**. Najuporabnejši sta bela in črna podlaga, ker se medsebojno dopolnjujeta, zato si obe podlagi sami priskrbite pred vajami.

Spremembe v obarvanosti presojava na beli podlagi, morfološke značilnosti belih ali zelo svetlih oborin in izločitev drobnih mehurčkov plina pa lažje zaznamo na črnem ozadju. Pogosto pa je težko opaziti zelo rahle zamotnitve raztopin. Učinkovito si lahko pomagamo le, če na belo podlago zarišemo ostro črno oznako, majhen x ali kaj podobnega. Taka oznaka se bo že skozi zelo rahlo opalescentno raztopino izrisovala manj ostro, omogočala pa bo tudi razlikovanje med podobnimi svetlimi ali belimi oborinami, saj bo skozi nekatere bolj ali manj očitno prosevala, skozi druge pa sploh ne bo vidna.

Drugi pomembni dejavnik je **smer opazovanja**. Ta je lahko bodisi navpična ali prečna. Pri navpičnem opazovanju bodo prišle do izraza različne debeline stolpca, ki ga ustvari tekočina. Pri prečnem opazovanju pa je debelina sloja določena z velikostjo in obliko posode. Rahlo obarvanost ali motnost raztopin bomo lažje zaznali, če bomo izbrali smer opazovanja, ki bo zagotavljala daljšo optično pot, kajti sicer bi lahko napačno sklepali, da je raztopina brezbarvna ali bistra. Pri spremenjeni smeri opazovanja pa ne sprejemamo drugače le intenzivnosti obarvanja, temveč pogosto tudi obarvanost samo. Pri opazovanju je odločilna

tudi **smer svetlobe**. Proti svetlobi bomo npr. presojali, ali je vzorec prosojen ali neprosojen, in ugotavljali resnično obarvanost raztopin, ki bodo zaradi izredne intenzivnosti obarvanja sicer videti črne.

Poleg že opisanih dejavnikov je pomemben tudi **čas opazovanja**, saj so reakcije različno hitre. Zato nikar ne sklepajte prehitro in vedno preden vsebino epruvet ali reakcijskih ploščic zavržete, še enkrat preverite, če ni nemara šele kasneje prišlo do opaznih sprememb. S takim ravnanjem se boste izognili napakam, ki bodo še posebno neljube, ko boste za oceno ugotavljali sestavo različnih snovi, ki jih boste dobili kot neznan vzorec.



Ob koncu še povzemimo, kaj si morate za vaje iz kvalitativne analizne kemije sami preskrbeti:

- haljo,
- zaščitna očala,
- belo podlago za opazovanje sprememb,
- črno podlago za opazovanje sprememb,
- zavitek papirnatih robčkov,
- dovolj veliko krpo.

### VPRAŠANJA

1. S čim se ukvarja analizna kemija?
2. Kaj je v analizni kemiji vzorec?
3. V čem je razlika med kvalitativno in kvantitativno analizo kemije?
4. Kateri dejavniki vplivajo na uspešnost opazovanja?
5. Kaj pomenijo grafični znaki za nevarnost, ki jih spremljajo tele črkovne oznake: E, O, T, T+, Xn, F+, F, C, Xi, N ?
6. Kaj pomenijo izrazi karcinogen, mutagen, teratogen in reproduktivno–toksičen učinek?

## 2. KAJ NAM O SESTAVI RAZTOPINE POVE ŽE NJENA OBARVANOST

Obarvanost je eden od prvih parametrov, ki jih ocenimo takoj, ko prevzamemo katerikoli vzorec, saj lahko na tej osnovi izpeljemo nekatere ugotovitve, ki lahko že vnaprej izločijo nekatere sestavine, hkrati pa kažejo na skoraj gotovo prisotnost drugih. Zato je pomembno, da se navadite pozorno opazovati vse, s čimer se srečate pri analiznem delu. Čimprej si poskusite zapomniti obarvanost raztopin, ki jih uporabljate. Tako si boste bistveno olajšali tudi preverjanje znanja ob koncu vaj iz kvalitativne analize, ko boste morali ugotoviti kemijsko sestavo vam neznanih vzorcev, saj se boste že po videzu lahko hitro in pravilno orientirali ali pa povsem izločili nekatere možnosti. Imeli boste tako rekoč podatek več, ki bo lahko dodatno potrjeval vaše izsledke, ali pa vas celo opozoril na napako pri analizi. Napišite kemijske formule amonijevega iona in kationov, ki so v prvi skupini periodnega sistema v drugi, tretji in četrti periodi, ter kationov, ki so v drugi skupini periodnega sistema v tretji, četrti, peti in šesti periodi!



Da se boste pri razlagi obarvanosti raztopin lažje znašli, naj vas spomnimo, da kationi iz prve in druge skupine periodnega sistema, kot tudi amonijev ion, ne povzročajo obarvanosti raztopin. Med anioni, ki jih boste spoznali pri kvalitativni analizi kemiji, povzročata obarvanost raztopine edino dikromatni ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) oz. kromatni ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) ion.

### 2.-1/1 Obarvanost nekaterih raztopin

Oglejte si raztopine, pripravljene iz snovi, ki so navedene v nadaljevanju! Čimbolj natančno opišite obarvanost raztopin! V formulah snovi pa obkrožite tisti del, ki je vzrok za obarvanost raztopine! Pri  $\text{HgO}$ , ki v vodi ni topen, pripišite kemijsko formulo, ki opisuje sestavo raztopine!



Snov	Obarvanost trdne snovi	Obarvanost raztopine
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	ciklamna	
$\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	intenz. travnato zelena	
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	svetlo modra	
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	temno rumena	
$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	svetlo vijoličasta	
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	svetlo zelena	
$\text{HgO}$	rumenooranžna	
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	oranžna	
$\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	rožnata	
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	rumenozelena	

Kaj lahko ugotovite, če primerjate obarvanost trdnih snovi z obarvanostjo njihovih raztopin?

R

Kakšna je obarvanost raztopine železovega klorida, če jo primerjate z obarvanostjo raztopine železovega nitrata? Kako lahko to razložite?

R

V katerem oksidacijskem stanju je železo v  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , v  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  in v  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Kaj lahko ugotovite, če to povežete z obarvanostjo njihovih raztopin ?

R

Predpostavimo, da ste pri analizi ugotovili, da je v raztopini vzorca  $\text{Cu}^{2+}$ . Kakšna mora biti obarvanost te raztopine?

R

Raztopina vzorca je svetlo zeleno obarvana. Kaj iz tega lahko sklepate o sestavi vzorca?

R

Na intenzivnost obarvanosti neke raztopine vpliva koncentracija raztopljenih snovi. Kaj lahko torej vsebuje raztopina, ki je rahlo rožnato obarvana?

R

### 3. KAJ NAM O SESTAVI RAZTOPINE POVE ŽE NJEN pH

Drugi pomembni podatek o analiznem vzorcu je poznavanje njegovih kislinsko - bazičnih lastnosti. Kasneje bomo to ugotavljali instrumentalno, za zdaj pa se bomo zadovoljili s približnim ocenjevanjem pH raztopin.

Na voljo boste imeli 10 raztopin z znanim pH, ki bodo v skupni rabi. Zato se držite pravil in raztopin ne odnašajte na svoja delovna mesta! pH teh raztopin bo: 1,0; 2,1; 3,3; 4,1; 5,0; 6,1; 7,0; 8,0; 9,2; in 10,4. Raztopine so pripravljene iz različnih odmerkov raztopine NaOH s koncentracijo 0,2 mol/L. Dodani so jim bili enaki odmerki raztopine, ki je zmes kislin in vsebuje  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  in  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , vsako v koncentraciji 0,04 mol/L.

Za pripravo zmesnih indikatorjev smo uporabili indikator **timol modro** (TM), ki ima dva barvna preskoka in ki se mu obarvanost iz rdece spremeni v rumeno v pH intervalu med 1,2 in 2,8 ter iz rumene v modro v pH intervalu med 8,0 in 9,6. Nadalje smo uporabili indikator **bromfenol modro** (BFM), ki ima barvni prehod iz rumene v modro v pH intervalu med 3,0 in 4,6; uporabili pa smo tudi indikator **bromtimol modro** (BTM), ki se mu obarvanost iz rumene v modro spremeni v pH intervalu med 6,0 in 7,6. Ker z enim samim zmesnim indikatorjem ni bilo mogoče pokriti celotne pH skale, smo pripravili dva. Prvi **zmesni indikator A** boste uporabljali za prekrivanje kislega dela pH skale. Sestavljen je iz štirih volumskih delov raztopine indikatorja TM in enega volumskega dela raztopine indikatorja BFM. Obarvan je vijoličastordeče. Spremembe pH v nevtralnem in bazičnem pa kaže **zmesni indikator B**, ki je oranžno obarvan in sestavljen iz treh volumskih delov raztopine BTM in dveh volumskih delov raztopine TM.

#### 1.1-1/3 Primerjalna pH skala

Za ta eksperiment si boste pripravili dve primerjalni pH skali: prvo za zmesni indikator A in drugo za indikator B. Za pripravo prve skale vzemite suho reakcijsko ploščico in v zaporedne vdolbine dajte po dve kapljici posamezne raztopine z znanim pH. Začnite z raztopino s pH 1,00 in nadaljujte po vrsti do raztopine s pH 6,1. Nato dodajte vsaki raztopini na ploščici po eno kapljico indikatorja A.



Drugo primerjalno pH skalo pripravite na enak način, le da uporabite raztopine z znanim pH med 5,0 in 10,4, namesto indikatorja A pa uporabite indikator B. Obe skali ohranite za nadaljnje eksperimente, povezane z ugotavljanjem pH!

Ko ste si primerjalni pH skali že pripravili, čimbolj natančno opišite posamezne obarvanosti. Pri tem opazujte raztopine v navpični in prečni smeri. Še posebno natančni bodite pri opisih vmesnih barv. Pazite, da pravilno uporabljate in razlikujete med možnostmi, kot so npr. zelenorumena ali pa rumenozelena, kar nikakor ni enako. V prvem primeru namreč pri obarvanosti prevladuje rumena, v drugem pa zelena. Pri opisih uporabljajte še dodatne izraze, kot je npr. rahlo zelenorumena, s čimer poveste, da je obarvanost rumena ima pa rahel zelenkast ton.

Rezultate tega eksperimenta, to je obarvanosti posameznih raztopin, vpišite v preglednico!



pH	1,0	2,1	3,3	4,1	5,0	6,1	7,0	8,0	9,2	10,4
<b>Smer</b>	<b>Primerjalna pH skala za indikator A</b>									
-navpična										
-prečna										
<b>Smer</b>	<b>Primerjalna pH skala za indikator B</b>									
-navpična										
-prečna										

### 3.-2/3 pH raztopin kislin in baz

Pri tem eksperimentu boste s pomočjo primerjalnih pH skal, ki ste jih pripravili v prejšnjem eksperimentu, ugotavljali pH posameznih raztopin kislin in baz. Katere od tehle kislin in baz: HCl, CH<sub>3</sub>COOH, HNO<sub>3</sub>, NaOH, KOH in NH<sub>3</sub> bi označili kot močne in katere kot šibke?



Katera raztopina bo imela višji pH, raztopina NaOH ali raztopina NH<sub>3</sub>, če je koncentracija obeh raztopin enaka?



Katera raztopina bo imela nižji pH, raztopina HCl s koncentracijo 0,1 mola/L ali tista s koncentracijo 1 mmol/L?



Katera raztopine reagentov v vašem reagenčnem setu so pripravljen z raztopinami kislin?



Raztopine kislin in baz in raztopine reagentov, ki so bili pripravljeni z raztopinami kislin in so v reagenčnem setu na vaši delovni mizi (vseh mora biti 13) razvrstite tako, kot predvidevate, da bo naraščal ali pa padal njihov pH, in z indikatorji ocenite pH posameznih raztopin! Vse eksperimente opravite na ploščicah. Vedno dodajte dvema kapljicama preiskovane raztopine eno kapljico indikatorja. Pazite, da boste pH kislin oz. baz ugotavljali s pravilno izbranim

indikatorjem! Obarvanost raztopin primerjajte z ustrezno primerjalno pH skalo! Za pravilnejšo oceno opazujte raztopine v navpični in prečni smeri!

Oblikujte tabelo, v kateri boste pod formule kislin in baz zapisali njihove koncentracije, nato opise obarvanosti pri različnih smereh opazovanja in končno ocenjeni pH!



Ali ste vse obarvanosti, ki ste jih dobili pri tem eksperimentu, našli tudi na primerjalni pH skali? Kako to razlagate?



### 3.-3/3 pH raztopin soli

Pri tem eksperimentu boste ugotavljali pH različnih raztopin soli. Bazičnost oz. kislost raztopin je posledica protolize. Napišite primer reakcije iona z vodo, ki povzroči kislost raztopine.



Napišite primer reakcije iona z vodo, ki povzroči bazičnost raztopine.



Prvi del eksperimenta boste opravili z raztopinami soli, pri katerih nastopa kot kation  $\text{Na}^+$  ali  $\text{K}^+$ . Seznam teh soli je:  $\text{NaF}$ ,  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{Oksal}$ ,  $\text{NaSalicil}$ ,  $\text{NaAc}$ ,  $\text{Na}_3\text{Cit}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{KI}$ . Soli razvrstite **po naraščajoči moči kislin**, iz katerih izhajajo posamezni anioni! Pomagajte si s tabelo konstant kislin, ki je v Dodatku in pod razpored napišite te konstante. Pri večbaznih kislinah pazite, da boste upoštevali pravo konstanto, npr. za  $\text{CO}_3^{2-}$  je ustrezna konstanta druge stopnje disociacije, enako velja tudi  $\text{HPO}_4^{2-}$ . Upoštevamo torej tisto stopnjo disociacije, pri kateri z oddajo enega protona res nastane iskani ion. Dodajmo še, da so srednje močne kisline tiste, pri katerih je konstanta disociacije reda velikosti  $10^{-2}$  ali pa  $10^{-3}$ . Pod razpored soli napišite konstante hidrolize anionov, ki jih izračunamo iz kvocienta  $K_w/K_a$ . Kakšen bo pH raztopin, ki so v začetku seznama? S katerim indikatorjem boste začeli eksperiment? Pri eksperimentu sledite vrstnemu redu, ki ste ga postavili.



Eksperimente naredite na reakcijskih ploščicah. Dvema kapljicama preiskovane raztopine dodajte eno kapljico primerne indikatorja. Če je obarvanost neke raztopine na robu primerjalne pH skale, ne pozabite pH preveriti še z drugim indikatorjem! Rezultate eksperimenta povzemite v tabeli, iz katere bo najprej razvidno, kako ste pred eksperimentom razvrstili raztopine. Pripisite indikator, s katerim ste opravili posamezne eksperimente! Opišite obarvanost raztopin pri navpični in pri prečni smeri opazovanja ter na tej osnovi ocenjeni pH!



Ali so vas rezultati eksperimentov v čem presenetili? Če so vas, poskusite najti razlago!



Drugi del eksperimenta boste opravili z raztopinami:  $\text{ZnSO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ,  $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ ,  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{SCN}$  ( $c = 0,1 \text{ mol/L}$ ). Razvrstite raztopine, kot pričakujete, da se bo spreminjal pH! Kateri indikator boste izbrali za te eksperimente?



Eksperimente naredite na reakcijskih ploščicah. Dvema kapljicama preiskovane raztopine dodajte eno kapljico primerne indikatorja. Če je obarvanost neke raztopine na robu primerjalne pH skale, ne pozabite pH preveriti še z drugim indikatorjem! Rezultate eksperimenta povzemite v tabeli, iz katere bo najprej razvidno, kako ste pred eksperimentom razvrstili raztopine. Pripisite indikator, s katerim ste opravili posamezne eksperimente! Opišite obarvanost raztopin pri navpični in pri prečni smeri opazovanja ter na tej osnovi ocenjeni pH!



Kako bi razložili razliko v pH raztopine  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  in raztopine  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ?



Na reakcijski ploščici dodajte v prvo vdolbino dve kapljici  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , v drugo dve kapljici  $\text{FeCl}_3$  in v tretjo dve kapljici  $\text{NaCl}$ . Vsem trem raztopinama dodajte kapljico  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Kaj opazite?



Kaj se je zgodilo? Kaj lahko na tej osnovi sklenete o pH raztopine  $\text{FeCl}_3$ ?



#### 4. SPREMINJANJE pH RAZTOPIN

V različnih analiznih postopkih se zelo pogosto srečamo z zahtevo, da je treba raztopino nevtralizirati ali kako drugače uravnati njen pH. Tu večkrat prihaja do napak, saj si marsikdo to razloži tako, da je pač treba dodati nekaj kisline oz. baze in pri tem avtomatično privzame, da je raztopina v osnovi nevtralna, kar pa seveda sploh ni nujno in zato pogosto tudi ni res. Naalkaliti in dodati bazo oz. nakisati in dodati kislino nikakor ne pomeni isto, saj je za želeno spremembo potrebna predvsem zadostna količina dodane baze ali kisline. Da dosežemo želeno spremembo pH, moramo razumeti in upoštevati lastnosti vzorca in temu primerno izbrati koncentracijo kisline ali baze, s katero bomo spremembo lahko dosegli. Preveč koncentrirana kislina ali baza bo pH že ob minimalnem dodatku preveč spremenila, raztopina s prenizko koncentracijo pa bo vzorec samo nepotrebno razredčevala, zato ne bo potrebnega učinka. In ravno te izkušnje naj bi pridobili z eksperimenti v nadaljevanju.

Namen nadaljnjih eksperimentov pa je tudi, da se navadite pravilnega samostojnega opisovanja eksperimentov, saj se boste tu prvič seznanili z eksperimenti, ki bodo potekali v več stopnjah. Osnovno pravilo je, da potek eksperimenta, opažanja in ugotovitve, ki iz eksperimenta izhajajo, **zapisujemo sproti**, sicer se zelo lahko zgodi, da bomo kakšno pomembno informacijo za vselej izgubili. To pa pomeni, da bomo morali poskus ponoviti. **Opis eksperimenta naj bo kratek, shematski, a tako jasen in natančen, da bi eksperiment po opisu lahko kdorkoli ponovil!** Pri vseh stopnjah eksperimenta natančno zapišemo **vsaj opažanja**, pa tudi vse **morebitne pomisleke in ugotovitve!** Namen vsakega eksperimenta je, da pridemo do nekega spoznanja, zato naj eksperimentu vselej sledi tudi končna ugotovitev. Samo v začetku vas bomo na ta pravila še sproti opozarjali, pozneje ne več, le zahtevali bomo, da se po njih ravnate tudi pri vseh nadaljnjih eksperimentih.

##### 4.-2/5 Raztopine soli

Pri tem eksperimentu boste spoznali, kako se pri raztopinah različnih soli na pH raztopine odraža postopno dodajanje kisline oz. baze. Poskusite z raztopino HCl s koncentracijo 1 mmol/L nevtralizirati dve kapljici raztopine Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>. Pazite, da boste izbrali pravi indikator! Samostojno povzemite začetno stanje, potek in rezultate eksperimenta!



Kaj ste ugotovili pri tem eksperimentu?

R

Naredite še dva podobna eksperimenta, le da pri tem uporabite raztopino HCl s koncentracijo 0,1 mol/L oz. raztopino HCl s koncentracijo 2 mol/L! Opišite začetno stanje, vse stopnje eksperimenta, vsa opažanja in končno ugotovitev!



R

S katero kislino ste uspeli nevtralizirati dve kapljici raztopine Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, ki ima koncentracijo 0,1 mol/L? Koliko kisline ste morali za to dodati? Napišite kemijsko enačbo za reakcijo, ki je pri tem potekla!



V katerih dveh oblikah je bil fosfat po končanem eksperimentu in v kakšnem razmerju sta bili ti dve obliki.



Kaj je v bistvu takšna zmes?



Katera značilnost takšnih zmesi se je pokazala pri eksperimentu s HCl koncentracije 1 mmol/L? Povežite to ugotovitev s podobnim eksperimentom, ki ste ga pri Praktikumu iz kemije opravili s prečiščeno in vodovodno vodo, in s tega vidika pojasnite ta dva eksperimenta ter razliko v delovanju prečiščene in vodovodne vode!



#### 4.-3/5 Puferna raztopina

Napišite definicijo pufra!



Na reakcijski ploščici pripravite acetatni puffer, tako da dvema kapljicama raztopine natrijevega acetata ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) s koncentracijo 0,1 mol/L dodate eno kapljico raztopine HCl enake koncentracije. Napišite reakcijo, ki pri tem poteče! Kaj sestavlja ta puffer in v kakšnem razmerju sta obe obliki?



Za primerjavo dodajte v sosednjo vdolbino na ploščici tri kapljice raztopine NaCl. Obema raztopinama dodajte eno kapljico indikatorja A. Opazujte spreminjanje obarvanosti obeh raztopin pri dodajanju raztopine HCl s koncentracijo 1 mmol/L. (Opozorilo: Opišite začetno stanje, vse stopnje eksperimenta, vsa opažanja in končno ugotovitev.)



Katero osnovno značilnost pufernih raztopin je dokazal ta eksperiment in kako? Zakaj je bilo dogajanje v raztopini NaCl drugačno; mar nismo imeli tudi tu po dodatku kisline zmes kisline in njene soli?



#### 4.-4/5 Nevtralizacija raztopine $\text{HgSO}_4$

To je prvi eksperiment, ki ga boste opravili v epruveti. Dogajanje pri tem eksperimentu je zelo pestro, zato ga bomo uporabili tudi kot model, na katerem boste izpopolnili sposobnost

eksaktnega opazovanja in opisovanja sprememb. Pri opisovanju si pomagajte s pojmi, ki jih navajamo v nadaljevanju. Ti vas hkrati tudi opozarjajo, na kaj vse morate biti pri eksperimentu pozorni, in sicer:

- Raztopina je (bistra, brezbarvna, obarvana ...).
- Suspenzija je (prosojna, neprosojna, stabilna, se čez nekaj časa loči v dve fazi: v raztopino in v oborino...).
- Raztopina / Suspenzija je (enotnega videza; zgornja / vmesna / spodnja plast je ...).
- Motnost je (opazna samo na površini / po vsej raztopini; je rahlo / močno izražena).
- Oborina (se izloči; izgine; je drobna lebdeča; je bolj koagulirana - sprijeta; se seseda na dno; je obarvana ...).

V epruveto dajte tri kapljice raztopine  $\text{HgSO}_4$  in eno kapljico indikatorja B. Koliko raztopine  $\text{NaOH}$  s koncentracijo 2 mol/L morate dodati, da dosežete nevtralnost? Vsako kapljico baze dodajte v mirujočo epruveto. Vsebine ne premešajte! Najprej si oglejte, kaj se je zgodilo. Ne da bi vsebino premešali, počakajte nekaj časa in ponovno preverite videz, šele nato vsebino epruvete premešajte. To naredite tako, da epruveto čvrsto držite med palcem, kazalcem in sredincem leve roke in to čim višje. S kazalcem in sredincem desne roke pa izmenično udarjate ob spodnji konec epruvete. Oglejte si, kakšen je rezultat, takoj ko prenehate z mešanjem in kakšen kasneje! Natančno opišite dogajanje v vseh posameznih stopnjah tega eksperimenta! Da bi vam delo olajšali, smo vam pomagali nastaviti začetek opisovanja.



3♦  $\text{HgSO}_4$  + 1♦ indik. B

V zač.,

ko še ne  
premešamo (↺↻)

Čez čas  
(⌚)

Takoj, ko  
(↺↻)

Čez ⌚

$\text{NaOH}$  (2 mol/L):

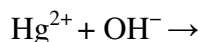
- 1.♦
- 2.♦
- 3.♦
- 4.♦
- 5.♦
- 6.♦
- 7.♦
- 8.♦
- 9.♦

Zakaj ste morali za nevtralizacijo te raztopine dodati razmeroma veliko baze? Ali vas je začetno obarvanje raztopine ob dodatku indikatorja B presenetilo? Kakšna je razlaga? Kaj se je pri tem eksperimentu izoborilo? (Nasvet: Če ne veste, kako bi odgovorili, si pomagajte tako, da ponovno preberete poglavje "1.8 Osnovno o reagentih" in začetek poglavja "3. Kaj nam o sestavi raztopine pove že njen pH".)

R

Dopolnite in uredite kemijsko enačbo, ki opisuje dogajanje pri tem eksperimentu?

R

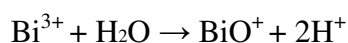


#### 4.-5/5 Hidroliza kot posledica redčenja raztopine s prečiščeno vodo

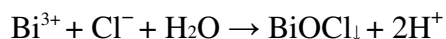
Pri dozdajšnjih eksperimentih se je hidroliza soli odražala na pH raztopin soli. Tukaj pa boste spoznali, da se hidroliza lahko odrazi še drugače. Preverite, kaj se zgodi, če kapljici raztopine  $\text{BiCl}_3$  na reakcijski ploščici dodate prečiščeno vodo?



Rezultat eksperimenta lahko razložimo s tem, da je  $\text{Bi}(\text{OH})_3$  šibka baza, zaradi česar bizmutove soli hidrolizirajo. To lahko opišemo z reakcijo:



Bizmutilov ion  $\text{BiO}^+$  tvori z večino anionov netopne bazične soli, ki pa se topijo v mineralnih kislinah. Raztopina bizmutovega klorida je bila bistra, ker je bila pripravljena v  $\text{HCl}$  mediju. Pri razredčenju raztopine s prečiščeno vodo se je zvišal pH raztopine in prišlo je do hidrolize. Tako je v našem primeru potekla tale reakcija:



pri kateri je nastal netopni bizmutov oksid klorid ali bizmutilov klorid. Sami napišite reakcijo hidrolize  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$  in poimenujte produkt reakcije!

R

#### VPRAŠANJA

1. Kateri so osnovne značilnosti pH indikatorjev?
2. Kdaj pri pH indikatorjih oko zazna spremembo v obarvanosti in kaj je indikatorski pH interval?
3. Kaj so zmesni indikatorji in kakšen je njihov praktični pomen?
4. Kaj je hidroliza in kako se odraža?
5. V katerem območju so bile pri eksperimentih vrednosti pH za kisline, v katerem za baze in v katerem za soli?
6. Raztopina katere preiskovane soli je bila najbolj kislja in kolikšen je bil ocenjeni pH?
7. V katerem območju je pH drugih raztopin soli, ki hidrolizirajo kislje?
8. Katere raztopine preiskovanih soli so najbolj bazične?
9. Katere raztopine soli so približno nevtralne?
10. pH katerih raztopin je še posebno težko spremeniti in zakaj?
11. Kaj je pufer kemijsko?
12. Napišite reakcije hidrolize za pet soli, ki hidrolizirajo kislje in za pet soli, ki hidrolizirajo bazično!
13. Kolikšen pH ste ugotovili pri prečiščeni in kolikšen pri vodovodni vodi; kako bi to razložili? Kaj lahko v zvezi s pH še poveste o obeh vodah?
14. Kolikšno koncentracijo je morala imeti raztopina  $\text{HCl}$  oz. raztopina  $\text{NaOH}$ , da smo lahko

nevtralizirali:

- a) raztopino vodovodne vode,
- b) raztopino  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  s koncentracijo 0,1 mol/L,
- c) raztopino  $\text{HgSO}_4$  s koncentracijo 0,1 mol/L?

15. Zakaj bizmutove soli hidrolizirajo? Napišite kemijsko formulo in poimenujte ion, ki nastane pri hidrolizi! Napišite reakcijo hidrolize bizmutovega nitrata! Kaj se praktično zgodi, če raztopino neke bizmutove soli razredčimo s prečiščeno vodo; v čem sta vzroka za to spremembo?

### PROBLEMI

1. Imamo zmesni indikator, ki ga sestavljata indikatorja X in Y. Indikator X ima barvni preskok iz \_\_\_ v \_\_\_ v pH intervalu med \_\_\_ in \_\_\_, indikator Y pa iz \_\_\_ v \_\_\_ v intervalu med \_\_\_ in \_\_\_. Ocenite, kako bi se ob dodatku zmesnega indikatorja obarvale raztopine, katerih pH je \_\_\_ oz. \_\_\_ oz. \_\_\_:!

a) X = bromkrezol zeleno; iz rumene v modro v pH intervalu med 4,00 in 5,6; Y = klorfenol rdeče; iz rumene v rdečo v pH intervalu med 5,4 in 6,8; pH je 4 oz. 5,2 oz. 6,8;

b) X =  $\alpha$ -naftolbenzein; iz rumene v modro v pH intervalu med 9,0 in 11,0; Y = fenolftalein; iz brezbarvne v rdečo v pH intervalu med 8,0 in 10,0; pH je 8,0 oz. 9,0 oz. 11,0.

2. Kako ste s pomočjo indikatorja in primerjalne pH skale ocenili pH raztopin  $c(\text{HCl}) = 2$  mol/L in  $c(\text{HNO}_3) = 3$  mol/L in kako pH raztopine NaOH in  $\text{NH}_3$ , katerih koncentracija je bila 2 mol/L? Kolikšen je izračunan pH teh raztopin, če predpostavimo, da so prve tri spojine popolnoma disociirane,  $pK_b$  amonijaka pa je 4,76?

3. Izračunajte pH raztopine soli X, ki ima koncentracijo Y, če je konstanta ionizacije za obliko Z enaka K:

a) X =  $\text{CH}_3\text{COONa}$ ; Y = 0,1 mol/L; Z =  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ;  $K =$  \_\_\_\_\_

b) X =  $\text{CH}_3\text{COONa}$ ; Y = 0,001 mol/L; Z =  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ;  $K =$  \_\_\_\_\_

c) X =  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ; Y = 0,1 mol/L; Z =  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ;  $K =$  \_\_\_\_\_

d) X =  $\text{NaHCO}_3$ ; Y = 0,1 mol/L; Z = . . .

e) X =  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ; Y = 0,1 mol/L; Z = . . .

f) X =  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ; Y = 0,1 mol/L; Z =  $\text{NH}_3$ ;  $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$



**DODATEK - IONIZACIJSKE KONSTANTE NEKATERIH KISLIN**

Ime	Formula	Stopnja disociacije	$K_a$	$pK_a$
Bromovodikova kislina	HBr		$1 \cdot 10^9$	-9
Citronska kislina	$\text{HOC}(\text{COOH})(\text{CH}_2\text{COOH})_2$	1.	$7,5 \cdot 10^{-4}$	3,13
		2.	$1,7 \cdot 10^{-5}$	4,77
		3.	$4,0 \cdot 10^{-7}$	6,40
Dušikova(III) kislina	$\text{HNO}_2$		$5,1 \cdot 10^{-4}$	3,29
Dušikova(V) kislina	$\text{HNO}_3$		28	-1,45
Fluorovodikova kislina	HF		$7,2 \cdot 10^{-4}$	3,14
Fosforjeva(V) kislina	$\text{H}_3\text{PO}_4$	1.	$7,1 \cdot 10^{-3}$	2,15
		2.	$6,3 \cdot 10^{-8}$	7,2
		3.	$4,2 \cdot 10^{-13}$	12,38
Jodovodikova kislina	HI		$3 \cdot 10^9$	-9,5
Klorovodikova kislina	HCl		$1 \cdot 10^6$	-6
Ocetna kislina	$\text{CH}_3\text{COOH}$		$1,75 \cdot 10^{-5}$	4,757
Ogljikova kislina	$\text{H}_2\text{CO}_3$	1.	$4,5 \cdot 10^{-7}$	6,35
		2.	$4,7 \cdot 10^{-11}$	10,33
Oksalna kislina	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	1.	$5,4 \cdot 10^{-2}$	1,27
		2.	$5,4 \cdot 10^{-5}$	4,27
Salicilna kislina	<i>o</i> - $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{COOH}$		$1,05 \cdot 10^{-3}$	2,98
Tiocianatna kislina	HSCN		71	-1,85
Tiožveplova kislina	$\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$	1.	0,1	1
		2.	0,02	1,7
Žveplova(IV) kislina	$\text{H}_2\text{SO}_3$	1.	$1,7 \cdot 10^{-2}$	1,77
		2.	$6,4 \cdot 10^{-8}$	7,19
Žveplova(VI) kislina	$\text{H}_2\text{SO}_4$	1.	$1 \cdot 10^3$	-3
		2.	$1,2 \cdot 10^{-2}$	1,92

## 5. REAGENTI V KVALITATIVNI ANALIZI

Širše gledano je s področja kemije reagent katera koli snov, s katero izzovemo neko kemijsko reakcijo. V kvalitativni analizi kemiji pa je reagent snov ali raztopina snovi, ki nam omogoča, da ugotovimo prisotnost ali odsotnost ene ali več sestavin. Pri tem se opiramo na vidne ali kako drugače zaznavne spremembe, najpogosteje izkoriščamo reakcije, pri katerih nastajajo oborine ali pa obarvane kompleksne spojine. Ko ocenjujemo uporabnost nekega reagenta, najprej presojamo njegovo selektivnost oz. specifičnost. Razlikujemo **skupinske reagente**, ki reagirajo s širšo skupino sestavin; **selektivne reagente**, ki reagirajo z ožjo skupino; **specifične reagente**, ki reagirajo z eno samo sestavino. Vemo pa, da v kemiji praktično ne poznamo snovi, ki bi imele povsem edinstvene lastnosti in da gre vedno za določene skupine snovi, ki reagirajo podobno, zato tega, da specifični reagent reagira z eno samo sestavino, seveda ne smemo razumeti dobesedno. Velja namreč le v določenih mejah, ki vključujejo določene eksperimentalne pogoje in pogosto tudi zahtevo, da sestavine, ki bi sicer tudi lahko reagirale, niso prisotne v previsokih koncentracijah. Lahko pa tudi reagent, ki sicer velja za selektivnega, uporabimo kot popolnoma zanesljiv in **specifični dokaz**, če vzorec ne vsebuje drugih sestavin, ki sicer tudi reagira s tem reagentom. Pri tem pa velja, da daje sestavina, ki jo bomo tako določili, izid reakcije, ki se povsem jasno loči od drugih mogočih. Kot smo spoznali, torej ni nujno, da se pojma specifični reagent in specifični dokaz povsem ujemata.

### 5.-1/2 Specifični, selektivni in skupinski reagenti

Pri tem poskusu boste razlike med specifičnim, selektivnim in skupinskim reagentom praktično spoznali. Raztopinam:  $Zn^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  in  $Bi^{3+}$  boste dodajali različne reagente. Prvi reagent bo raztopina NaOH s koncentracijo 0,1 mol/L, drugi raztopina KSCN in tretji raztopina tiiosečnine  $SC(NH_2)_2$ . Vedno dodajte eni kapljici preiskovane raztopine dve kapljici reagenta. V zadnji seriji eksperimentov, ko boste eksperimentirali s tretjim reagentom, dodajte raztopini  $Fe^{3+}$  najprej pet kapljic raztopine, ki vsebuje  $F^-$  (NaF), in šele nato dve kapljici tiiosečnine. (Opozorilo: Od tu naprej vas ne bomo več posebej opozarjali na natančno opisovanje eksperimentov, seveda pa ostaja to tudi naprej vaša osnovna dolžnost!)



Kako bi v skladu s prej omenjenim označili uporabljene reagente? Za dokaz katere sestavine bi uporabili reagent, ki ste ga ocenili kot specifičen? Katere sestavine bi bilo mogoče povsem nedvoumno dokazati tudi s skupinskim oz. selektivnim reagentom, če vzorec ne bi vseboval drugih ionov, ki sicer tudi reagirajo?

Rz

### 5.-2/2 Občutljivost reagenta

Pri odločanju za nek reagent je zelo pomembna tudi njegova občutljivost. **Občutljivost reagenta** v kvalitativni analizi kemiji podamo z najnižjo koncentracijo določane sestavine, ki jo s tem reagentom lahko še zaznamo. In ravno to boste ocenjevali pri tem eksperimentu. Ocenite občutljivost reagentov za določanje Fe(III)! Kot prvi reagent uporabite raztopino NaOH ( $c = 0,1 \text{ mol/L}$ ), kot drugi reagent pa raztopino KSCN. (Nasvet: Osnovno raztopino Fe(III) najprej različno razredčite v epruvetah in šele nato raztopine prenesite na reakcijske ploščice, kjer jim boste dodajali reagenta. Za začetno orientacijo pripravite 10x (1  $\blacklozenge$  + 9  $\blacklozenge$ ), 100x in 1000x redčeno raztopino Fe(III), pri čemer vsako naslednjo raztopino pripravite z 10-kratno razredčitvijo prejšnje. Raztopine uporabite takoj! Ko ste se približno orientirali glede občutljivosti posameznega reagenta, mejo občutljivosti ugotovite natančneje, z novo serijo sveže razredčenih raztopin. Ko boste računali najnižje koncentracije Fe(III), ki jih še lahko zaznate, upoštevajte uporabljeno razredčitev in dejstvo, da ima osnovna raztopina koncentracijo 0,1 mol/L.)



Kolikšna je meja občutljivosti prvega in kolikšna je meja občutljivosti drugega reagenta za določanje Fe(III)?

R

### VPRAŠANJA

1. Razložite pojme: selektivni, specifični in skupinski reagent!
2. V čem je bistvena razlika med pojmom specifični reagent in specifični dokaz?
3. Kaj pomeni v kvalitativni analizi kemiji občutljivost reagenta?
4. Kateri reagent je za železo občutljivejši: NaOH ali KSCN in kolikšni sta njuni meji občutljivosti?

## 6. VPLIV EKSPERIMENTALNIH POGOJEV NA KEMIJSKE REAKCIJE

V prejšnjem poglavju ste spoznali, da posamezni reagenti reagirajo z različnim številom sestavin; v primeru, ko reagirajo z isto sestavino, pa se lahko razlikujejo po občutljivosti. V nadaljevanju pa boste ugotovili, da je tudi potek reakcije med določeno sestavino in določenim reagentom lahko različen in da je zelo odvisen od pogojev v raztopini.

### 6.-1/6 Vpliv presežka reagenta na izid kemijske reakcije

Pri tem eksperimentu se boste seznanili s kemijskim ravnotežjem. Ugotavljali boste, kako vpliva na izid reakcije količina dodanega reagenta. Posebej pozorni pa boste na to, kdaj je bilo doseženo ravno stehiometrično razmerje med določano sestavino in dodanim reagentom. V posamezne vdolbine na reakcijski ploščici dajte po eno kapljico raztopine posamezne soli in dodajte vsaki kapljico prečiščene vode. Zasedujte dogajanje pri postopnem dodajanju raztopine  $\text{NH}_4\text{SCN}$  s koncentracijo 0,1 mol/L (od ene do šestih dodanih kapljic) ter bodite pozorni na to, kdaj ste dodali ravno stehiometrično množino reagenta. V eksperimentu obdelajte reakcije s  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$  in  $\text{Bi}^{3+}$ ! Ko ste dokončali ta del eksperimenta, začnite raztopinam po kapljicah dodajati nasičeno raztopino  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Z eksperimentom nadaljujte, dokler se videz raztopin spreminja!



Pri bakru naredite še podoben poskus samo z nekaj kapljicami nasičene raztopine amonijevega tiocianata ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ). Če pri tem ne nastane oborina, dodajte kristalček trdnega tiocianata. Opišite izid eksperimenta!



S splošnimi pojmi opišite, kakšne vrste sprememb so nastopile pri povečevanju količine reagenta pri tem obsežnem eksperimentu!



Katera dva iona sta se pri dodajanju reagenta odzivala enako? Opišite, kako! Pripisite, pri kakšnih množinskih razmerjih je prišlo med ionom in dodanim reagentom do posameznih opaznih sprememb!



Za ione, ki jih še niste zajeli pri prejšnjem vprašanju, poudarite vsa različna stanja, ki so nastopila med dodajanjem reagenta! Kjer je to mogoče, pripišite tudi, pri katerih medsebojnih razmerjih med ionom in reagentom so posamezne spremembe nastopile?

R

Uredite te kemijske enačbe in opišite videz produktov:

R



RJAVA OBORINA (RAZTOPINA)



MODRA RAZTOPINA

Kakšen je pomen majhne, navzdol usmerjene puščice ob neki kemijski formuli?

R

Povežite kemijske enačbe, ki ste jih pravkar uredili, z rezultati vašega eksperimenta! Ali je za nastanek vseh produktov zadoščal ravno dodatek stehiometrične množine reagenta?

R

Ločeno izpišite tiste produkte reakcij, za katere lahko trdite, da je zadoščala stehiometrična množina reagenta, in one, za katere je bil potreben večji presežek reagenta!

R

Kaj lahko trdite o stabilnosti kompleksov oz. produktov, za nastanek katerih je bil potreben večji presežek reagenta, če jih primerjate s produkti, ki so nastali že s stehiometrično množino reagenta?

R

Spomnite se pravila, ki pove, kako na kemijsko reakcijo oz. kemijsko ravnotežje vpliva presežek reaktantov, konkretno v vašem primeru presežek dodanega reagenta!

R

**6.-2/6 Vpliv redčenja na obstojnost kompleksov**

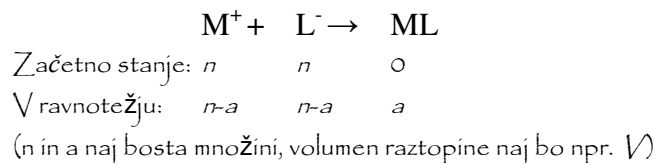
V prejšnjem eksperimentu smo dokazali, da presežek reagenta zagotavlja popolnejši nastanek produkta, kar se npr. kaže v intenzivnejšem obarvanju raztopine, včasih pa je večji presežek potreben že za to, da neki produkt sploh začne nastajati. Preizkusite, kako vpliva redčenje na barvni kompleks! V epruveto dajte dve kapljici  $\text{FeCl}_3$ , 30 kapljic prečiščene vode in dve kapljici raztopine  $\text{KSCN}$  in vsebino epruvete premešajte. Prenesite po 10 kapljic raztopine v dve suhi epruveti. Višina tekočinskih stolpcev mora biti zelo podobna. Če opazujete intenzivnost obarvanja v navpični smeri, med epruvetama ne sme biti opazne razlike. V eno od epruvet nato dodajte deset kapljic prečiščene vode. V navpični smeri primerjalno ocenite obarvanost obeh raztopin!



Kaj opazite?



Pričakovali bi, da v obarvanosti obeh raztopin ne bo razlike. V obeh raztopinah je bila namreč v začetku enaka množina obarvanega kompleksa. Dodatek vode naj bi sam po sebi tega ne spremenil, če bi bil kompleks dovolj stabilen. Spremenil bi sicer višino optičnega stolpca, kar pa ni bistveno, saj bi bila v obeh primerih v optični poti še vedno enaka količina kompleksa, ki povzroča vtis obarvanosti raztopine. V našem primeru se je torej moralo zgoditi, da je del kompleksa ob razredčenju razpadel. Razložimo to še na preprostem primeru ravnotežja:



Napišimo matematični izraz za omenjeno ravnotežje!

$$K_f = [\text{ML}] / ([\text{M}^+] \cdot [\text{L}^-]) \quad ([\text{ML}] = a/V ; [\text{M}^+] = [\text{L}^-] = (n-a)/V)$$

Vstavite ustrezne izraze v enačbo za konstanto kemijskega ravnotežja in jo preoblikujte tako, da boste imeli na levi samo kvocient  $K_f/V$ !



Kako se na kvocientu odraža povečanje volumna raztopine? Kako se mora temu prilagoditi množina nastalega kompleksa (a), da ohranimo enačaj? Kaj se torej zgodi s kompleksom v raztopini, če raztopino razredčimo?

**6.-3/6 Razlike v stabilnosti kompleksov**

Ioni kovin pogosto sestavljajo komplekse z različnimi snovmi. Če so v realnem vzorcu prisotni tudi nekateri kompleksanti, lahko ti motijo ali celo zabrišejo željeno reakcijo. Pogosto

pa sami dodajamo kompleksante, ker tako ion, ki bi lahko motil neki dokaz, prevedemo v kompleks, ki ni več moteč. V raztopini vzorca imamo pogosto več ionov, ki lahko reagirajo z nekim kompleksantom. Kaj se bo v taki raztopini v resnici zgodilo, bo v veliki meri odvisno od stabilnosti posameznih kompleksov. Opazujte, kako so obarvani kompleksi, ki jih tvori železo(III) z različnimi kompleksanti (acetatom, citratom, Na<sub>2</sub>EDTA, fluoridom in tiosečnino)! Eksperimentirajte na reakcijski ploščici. Eni kapljici Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dodajte vselej dve kapljici prečiščene vode in eno kapljico raztopine kompleksanta.



Pri vseh petih primerih smo začeli eksperiment z enako množino železa. Enak je bil tudi končni volumen raztopine. Razmislite, kako se bo na koncentraciji prostih Fe<sup>3+</sup> ionov odražala različna stabilnost posameznih kompleksov! Pomagajte si s podobnim sklepanjem kot pri prejšnjem eksperimentu in upoštevajte, da je pri stabilnejših kompleksih konstanta za nastanek kompleksa večja.



Kateri reagent bi lahko uporabili za ugotavljanje koncentracije prostih Fe<sup>3+</sup> ionov pri prejšnjem eksperimentu in tako posredno za ugotavljanje stabilnosti posameznih kompleksov? Na osnovi česa bi sklepali na večjo oz. manjšo stabilnost kompleksa?



Uporabite reagent iz odgovora na prejšnje vprašanje in praktično poskusite ugotoviti razlike v stabilnosti kompleksov, ki ste jih pripravili pri prejšnjem eksperimentu. Če imate na voljo isti reagent z različnimi koncentracijami, uporabite tistega z nižjo koncentracijo.



Na osnovi rezultatov eksperimenta razvrstite komplekse po rastoči ali padajoči stabilnosti!



#### **6.-4/6 Vpliv pH na stabilnost kompleksov**

Stabilnost kompleksov je v veliki meri odvisna od pogojev. Pomembno vlogo igra pri tem tudi pH raztopine. Raziščite vpliv pH na stabilnost kompleksov Fe<sup>3+</sup> in Bi<sup>3+</sup> z Na<sub>2</sub>EDTA! Eni kapljici raztopine ustrezne soli dodajte eno kapljico raztopine Na<sub>2</sub>EDTA. Kakšen je videz raztopin kompleksov?



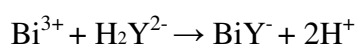
Kako bi z znanjem iz prejšnjih eksperimentov dokazali, da je v primeru bizmuta res nastal kompleks?



Različni kompleksi bizmuta oz. železa(III) s tiocianatom imajo celotne konstante za nastanek kompleksov reda velikosti  $10^2$  ali  $10^3$  ali  $10^4$ . Ista iona pa tvori z  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  kompleksa, katerih konstanti sta večji od  $10^{22}$ . Kateri od obeh kompleksantov tvori z obema kationoma stabilnejše komplekse?



Pri pisanju kemijskih reakcij z dinatrijevo soljo EDTA pogosto zaradi poenostavitve uporabljamo namesto  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  zapis  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ , ki hkrati tudi več pove. Ker dinatrijeva sol v vodi disociira, imamo v raztopini  $\text{H}_2\text{Y}^{2-}$ . Reakcijo zapišemo takole:



Reakcija za železo je analogna, zato jo napišite sami!



Splošna značilnost EDTA kot kompleksanta je, da ne glede na naboj kationa vselej tvori kompleks v katerem sta kation in EDTA v razmerju 1:1, pri čemer se vselej sprostita dva protona. Edino, na kar moramo paziti, je pravilno upoštevanje nabojev. Napišite reakcije  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  in  $\text{Mg}^{2+}$  z EDTA!



Stabilnost kompleksov  $\text{BiY}^-$  in  $\text{FeY}^-$  v odvisnosti od pH raztopine boste ocenjevali s pomočjo nasičene raztopine  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Da pa bi rezultate eksperimentov lahko pravilno razlagali, bomo vzporedno zasledovali tudi vpliv pH na sama tiocianatna kompleksa. Zato si na ploščici poleg raztopin EDTA kompleksov, ki ste ju že pripravili, pripravite še primerjalni raztopini (1♦ raztopine kovinskega iona + 1♦ prečiščene vode). Vsem štirim raztopinam dodajte nato eno kapljico nasičene raztopine  $\text{NH}_4\text{SCN}$  in jim začnite po kapljicah dodajati  $\text{HCl}$  s koncentracijo 0,1 mol/L, ob koncu pa uporabite še  $\text{HCl}$  s koncentracijo 2 mol/L. Natančno opišite spremembe po vsaki stopnji eksperimenta, da boste na koncu lahko oblikovali sklepe!





Podoben poskus ponovite še z NaOH!



V katerem pH intervalu sta kompleksa z EDTA najstabilnejša?



#### **6.-5/6 Vpliv organskega topila - etanola na stabilnost kompleksov**

Kompleksi kobalta s tiocianatom v vodi niso zelo stabilni. Kompleks  $\text{CoSCN}^+$  je rdeče obarvan, le pri večjih presežkih tiocianata, ki jih je mogoče doseči zlasti z dodajanjem nasičene raztopine  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , se začnejo v raztopini pojavljati bolj modrikasti toni. Ti kažejo na nastajanje modro obarvanega kompleksa  $\text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}$ . Pri tem eksperimentu boste spoznali, kako lahko organsko topilo vpliva na potek reakcije. V vseh pet vdolbin na reakcijski ploščici dajte po eno kapljico raztopine  $\text{Co}^{2+}$ . V prvo vdolbino dodajte samo štiri kapljice prečiščene vode, v drugo eno kapljico nasičene raztopine tiocianata in tri kapljice vode, v tretjo dve kapljici tiocianata in dve kapljici vode in tako nadaljujte do pete vdolbine, kjer bo končno dodan samo tiocianat. Na enak način pripravite še eno serijo petih raztopin, ki pa jim nato dodajte dve kapljici etanola.



Kako je na potek kemijske reakcije vplival etanol?



#### **6.-6/6 Vpliv organskega topila - MIBK na stabilnost kompleksov**

S tem eksperimentom boste raziskali še vpliv topila MIBK na potek reakcije. Z varnostnimi ukrepi, ki so potrebni pri delu z MIBK, ste seznanjeni, zato veste, da ne smemo vdihavati

njegovih par. Če MIBK odlijemo v lijak, se po prostoru razširi zelo močan vonj po tem topilu. Izpuščanje organskih topil v kanalizacijo tudi sicer ni primerna rešitev. Zato boste po eksperimentih z MIBK vsebino epruвет odlili v posebej za to namenjen lij ločnik, ki bo stal v digestoriju. Po končanih vajah bomo z lijem ločnikom ločili organsko in vodno fazo. Organsko topilo pa bodo strokovno uničili s sežigom. Poskus z MIBK naredite v epruветi tako, da trem kapljicam raztopine  $\text{Co}^{2+}$ , dodate 12 kapljic raztopine tiocianata s koncentracijo 0,1 mol/L.



Kateri kompleks bi moral nastati glede na razmerje  $\text{Co}^{2+}$  in  $\text{SCN}^-$  v raztopini? Nastanek katerega kompleksa pa v resnici kaže izid eksperimenta?



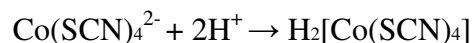
Raztopini v epruветi dodajte 15 kapljic MIBK in tekočino intenzivno pretresite.



V nasprotju s prejšnjim eksperimentom, kjer ste uporabili etanol, opazimo, da se MIBK ne meša z vodo. Kako poimenujemo tako zmes? Kaj je zgornja in kaj spodnja plast, ko se tekočini ločita? Kako lahko razložimo obarvanje organske faze?



Dodajmo, da se je pri tem eksperimentu v organsko fazo res ekstrahirala nedisociirana oblika  $\text{H}_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$ , ki nastane po reakciji:



Na enak način kot v prejšnjem primeru pripravite še dve raztopini in jima tudi dodajte MIBK. V eno od teh dveh epruвет dodajte raztopino HCl s koncentracijo 2 mol/L, v drugo pa raztopino EDTA.



Strnite znanje, ki ste ga pridobili v tem poglavju, in razložite rezultate tega eksperimenta!



Če povzamemo nekatere ugotovitve, vemo, da lahko organsko topilo povzroči, da kompleks, ki v vodi ni dovolj stabilen, nastane v večji količini. Če pa je tak kompleks intenzivnejše obarvan, to omogoči, da sestavino lahko zaznamo tudi, če je prisotna v nižjih koncentracijah.

Izboljša se torej **občutljivost neke dokazne reakcije**. Če pa se topilo ne meša z vodo, lahko to še dodatno izboljša občutljivost, saj s primerno izbiro volumnov organske in vodne faze dosežemo, da se kompleks v organsko fazo ne samo **ekstrahira**, temveč se pri tem tudi bolj **skoncentrira**, torej zbere v manjšem volumnu, kar posledično povzroči še intenzivnejšo obarvanost.

### VPRAŠANJA

1. Navedite štiri dejavnike, za katere ste pri vajah spoznali, da lahko vplivajo na kemijsko ravnotežje!
2. Pri postopnem dodajanju raztopine tiocianata raztopinam kovinskih ionov je bilo dogajanje lahko različno. Glede na to, kakšne vrste je bil produkt, ki je nastal v začetku, in kakšne vrste je bil tisti, ki je nastal kasneje, pa bi lahko vse poteke reakcij razvrstili v tri skupine. Definirajte te tri skupine glede na prvotno in kasnejše stanje?
3. Kateri ioni tvorijo s tiocianatom oborine, ki se kasneje pretvorijo v kompleksne spojine? Kakšen je videz oborine in kakšen je kasneje videz raztopine? Napišite vse kemijske enačbe, ki so s tem povezane!
4. Nekateri kationi pri postopnem dodajanju tiocianata tvorijo izključno kompleksne spojine. Kateri kationi so to? Napišite vse primere takih reakcij!
5. Pri katerem kationu nastane ob dodajanju tiocianata šele z velikim presežkom reagenta in kot končni produkt oborina? Napišite reakcijo!
6. Kaj se lahko zgodi, če raztopino kompleksa razredčimo? Iz enačbe za kemijsko ravnotežje izpeljite zvezo, s katero boste lahko odgovor utemeljili!
7. Na kakšen način ste ocenili stabilnost kompleksov Fe(III) z različnimi ligandi? Kateri kompleks je po vaši oceni najbolj in kateri najmanj stabilen?
8. Kako na stabilnost kompleksa Fe(III) z EDTA vpliva spreminjanje pH raztopine?
9. Kako na stabilnost kompleksa Bi(III) z EDTA vpliva spreminjanje pH raztopine?
10. Kako na komplekse kobalta s tiocianatom vpliva organsko topilo? V čem je pri tem razlika med etanolom in topilom MIBK? Kakšno dodatno možnost za povečanje občutljivosti dokaza za kobalt nudi topilo MIBK in kako to možnost izkoristimo?
11. Kako pri reakciji kobalta in tiocianata ob uporabi topila MIBK vpliva HCl in kako EDTA? Razložite!

## 7. ANALIZNI POSTOPEK

Znanja, ki ste jih osvojili v prejšnjih poglavjih, so zelo pomembna za vsako resno delo na področju analize kemije. Zdaj imate o tem, kaj vse lahko vpliva na kemijsko dogajanje, že dobro predstavbo, zato lahko preidemo k poglavju o analiznem postopku.

**Analizni postopek** je zaporedje določenih stopenj oz. operacij, ki jih moramo izvesti, če hočemo uspešno določiti neko sestavino. Pri razvoju postopka je velik poudarek na iskanju eksperimentalnih pogojev, ki dajejo najboljše rezultate oz., bolj strokovno, na **optimizaciji eksperimentalnih pogojev**. Tega se moramo zavedati, zato se moramo predpisanega postopka vselej tudi v celoti držati. Pot, ki vodi do novega postopka, obsega **razvoj postopka in njegovo preverjanje ali verificiranje**. Šele nato sledi vpeljava postopka v vsakodnevno prakso.

Poenostavljanje postopka kar na slepo srečo se bo gotovo odražalo v rezultatih, ki bodo lahko povsem nepravilni ali manj zanesljivi. Če želimo postopek izboljšati, moramo tudi sami opraviti vse prej navedene stopnje in dokazati, da so rezultati res boljši kot prejšnji. Kdor tega ne upošteva, kaže na svojo nestrokovnost in popolno nerazumevanje kemijskih osnov.

### 7.-1/2 Kemizem postopka za kvantitativno določanje klorida

V nadaljevanju bomo prikazali jedro postopka, na katerem temelji spektrometrično določanje klorida. Ta postopek boste uporabljali v kvantitativnem delu vaj. Osnova je v nastanku obarvanega kompleksa. To, da se raztopina obarva, seveda še ne zadostuje za uspešno kvantitativno določanje neke sestavine. Sestava reagentov in drugi eksperimentalni pogoji morajo biti izbrani tako, da je občutljivost reakcije čim večja in da je pri višji koncentraciji določane sestavine (v našem primeru klorida) intenzivnost obarvanosti raztopine sorazmerno večja. V epruveto dajte eno kapljico raztopine  $\text{Hg}^{2+}$  in dve kapljici raztopine  $\text{NH}_4\text{SCN}$  s koncentracijo 0,1 mol/L. Kaj pri tem nastane? Napišite reakcijo!

*R*

Nato dodajte v epruveto 30 kapljic etanola. Kaj se zgodi?

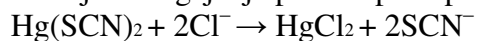


Spojina, ki je nastala prej in se je izločila kot oborina, je ob organskem topilu v raztopini prisotna kot kompleks. Spoznali ste še en vpliv topila na potek reakcije!

V epruveto dodajte še 20 kapljic prečiščene vode. Na reakcijsko ploščico prenesite eno kapljico te raztopine in ji dodajte eno kapljico raztopine  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ . Kaj se zgodi, ko dodate še kapljico raztopine  $\text{NaCl}$ ?



Kemijsko dogajanje pri tem postopku lahko opišemo s temi reakcijami:



Katera spojina ob dodatku klorida v resnici povzroči obarvanost raztopine? Ali pri tem postopku klorid določamo neposredno ali posredno?

R

### 7.-2/2 Poenostavljeni postopek

Na reakcijski plošči izvedite še poenostavljeni postopek, tako da dodate eni kapljici raztopine  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  kapljico raztopine  $\text{HgSO}_4$  in dve kapljici raztopine  $\text{NH}_4\text{SCN}$  s koncentracijo 0,1 mol/L. Zmes mešajte toliko časa, da se razbarva, nato dodajte raztopino  $\text{NaCl}$ .



Kakšen je v primerjavi s prejšnjim postopkom rezultat eksperimenta? Ali je ta postopek, ki ne upošteva optimiziranih razmerij med sestavinami reagenta, enako uporaben za določanje klorida? Kakšna je občutljivost tega postopka, če jo primerjamo s prejšnjim?

R

### VPRAŠANJA

1. Kaj je analizni postopek?
2. Kaj moramo opraviti, preden je analizni postopek primeren za rutinsko uporabo?
3. Zakaj predpisanega postopka ne smemo na slepo spreminjati?
4. Kaj mora v osnovi veljati, če rečemo, da neki obarvan kompleks omogoča kvantitativno določanje neke sestavine?
5. Opisno in z reakcijami navedite kemijsko osnovo postopka za spektrometrično določitev klorida!
6. Strnite znanje, ki ste ga pridobili v 6. in 7. Poglavju, in razložite, kako lahko vse topilo vpliva na rezultat kemijske reakcije!

## 8. PREPREČEVANJE INTERFERENČNIH VPLIVOV

Dozdaj smo se ukvarjali samo z dokazi posameznih ionov v raztopinah, v katerih drugih motečih sestavin ni bilo. V tem poglavju pa boste spoznali, kako lahko drugi prisotni ioni motijo dokaz in na kakšne načine lahko moteče vplive odpravimo ali vsaj omilimo. Sestavine, ki motijo ali celo onemogočajo določitev neke druge sestavine, imenujemo **interference**. Vpliv interferenc na dokaz lahko pogosto preprečimo **z izbiro ustreznih eksperimentalnih pogojev**, pri katerih moteča sestavina ne reagira, ali pa uporabimo nekatere **dodatne prijeme**. Namen teh prijemov je, bodisi da motečo sestavino **odstranimo** iz raztopine kot npr. z ekstrakcijo ali obarjanjem, bodisi da **jo spremenimo v obliko, ki ni več moteča**. To lahko dosežemo npr. s spremembo njenega oksidacijskega stanja ali z vezavo v dovolj stabilen kompleks. Pri eksperimentih, ki sledijo, napišite poleg shematskega opisa eksperimenta in poleg svojih opažanj še reakcijo določane sestavine z reagentom, reakcijo interferenčnega iona z reagentom in definirajte način, s katerim ste preprečili vpliv interference na določitev! Kjer je mogoče, tudi za to napišite ustrezne reakcije!



### 8.-1/7 Določitev $Fe^{3+}$ v prisotnosti $Ag^+$

Pri tem eksperimentu boste spoznali, kako lahko srebro ovira določitev železa, in tudi, kako lahko ta interferenčni vpliv odpravite. V epruveti pripravite iz ene kapljice raztopine  $Fe(NO_3)_3$  in iz 15 kapljic prečiščene vode razredčeno raztopino železovih ionov. Na reakcijski ploščici dodajte eni kapljici te raztopine eno kapljico raztopine, ki vsebuje  $Ag^+$  ione. Na podoben način si na ploščici pripravite še primerjalno raztopino železa, ki ne bo vsebovala interferenčnega iona. Za izenačitev volumnov pa namesto raztopine srebrovega iona dodajte kapljico prečiščene vode. Obema raztopinama dodajte dve kapljici raztopine  $NH_4SCN$  s koncentracijo 0,1 mol/L. Ali je v prisotnosti interferenčnega iona izid eksperimenta enak kot v primerjalni raztopini, ki motečega iona ni vsebovala?



Kaj se zgodi, če obema raztopinama dodate kapljico nasičene raztopine tiocianata?



Razložite, na kakšen način ste odpravili interferenčni vpliv srebrovega iona na določitev železa! Napišite tudi vse reakcije, povezane s tem dokazom!



### 8.-2/7 Določitev $Fe^{3+}$ v prisotnosti $Bi^{3+}$

Za ta eksperiment poprej stokrat razredčimo raztopino  $Fe^{3+}$  ionov. Za eksperiment vzamemo eno kapljico te raztopine in ji dodamo eno kapljico raztopine  $Bi^{3+}$ . Pripravimo tudi dve

primerjalni raztopini: eno samo z raztopino  $\text{Fe}^{3+}$  in drugo z raztopino  $\text{Bi}^{3+}$ . Zaradi izenačitve volumnov dodamo vsaki od teh dveh še kapljico prečiščene vode. Nato dodamo vsem trem raztopinam po eno kapljico nasičene raztopine tiocianata. Kako vpliva na vse tri raztopine dodajanje raztopine HCl s koncentracijo 2 mol/L?



R

Kakšna je na koncu raztopina, ki je vsebovala samo bizmut? Kaj je dodajanje HCl povzročilo v raztopini?

R

Kaj veste o podobnosti med raztopino, ki je vsebovala samo železo, in tisto, ki je vsebovala železo in bizmut, če primerjate videz ob začetku dodajanja HCl in končno stanje? V kateri stopnji eksperimenta je prisotnost železa v raztopini, ki je vsebovala tudi bizmut, očitnejša?

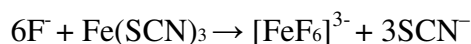
R

Ali ste lahko interferenco bizmuta povsem odpraviti? Kaj ste lahko dosegli? Na čem je v tem primeru temeljilo zmanjšanje interferenčnega vpliva na določitev?

R

### 8.-3/7 Določitev $\text{Fe}^{3+}$ v prisotnosti $\text{F}^-$

V epruveti pripravite iz ene kapljice raztopine, ki vsebuje  $\text{Fe}^{3+}$  ione, in iz 15 kapljic prečiščene vode razredčeno raztopino železovih ionov. Na reakcijski ploščici dodajte eni kapljici te raztopine eno kapljico raztopine  $\text{NH}_4\text{SCN}$  s koncentracijo 0,1 mol/L. Raziščite, kako vpliva na videz te raztopine dodajanje raztopine, ki vsebuje fluoridne ione! To dogajanje opisuje enačba:



Koliko raztopine HCl moramo dodati in katero moramo izbrati, da odpravimo interferenčni vpliv fluorida? Razložite, kaj se pri nakisanju zgodi s fluoridom in napišite kemijsko reakcijo!



R

### 8.-4/7 Določitev $\text{Ni}^{2+}$ v prisotnosti $\text{Fe}^{3+}$

Dvema kapljicama raztopine, ki vsebuje  $\text{Ni}^{2+}$ , dodamo kapljico nasičene raztopine tiocianata. Tej raztopini dodamo kapljico razredčene raztopine  $\text{Fe}^{3+}$ , ki smo jo pred tem pripravili iz dveh kapljic osnovne raztopine in 15 kapljic prečiščene vode. Z nasičeno raztopino  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , ki jo

pripravite sami iz trdne kemikalije, poskusite odpraviti interferenčni vpliv železa na določitev niklja. Odstranitev interferenčnega vpliva temelji na redukciji  $\text{Fe}^{3+}$  v  $\text{Fe}^{2+}$ , ki s tiocianatom ne reagira. Pri redukciji železa se sulfat(IV) ali sulfid pretvori v sulfat(VI). Napišite kemijsko enačbo za reakcijo, na kateri temelji odstranitev interferenčnega vpliva?



R

### 8.-5/7 Določitev $\text{Ni}^{2+}$ v prisotnosti $\text{Cu}^{2+}$

Z redukcijo lahko odstranimo tudi interferenčni vpliv  $\text{Cu}^{2+}$  na določitev  $\text{Ni}^{2+}$  v raztopini. Reakcijo opišemo z naslednjo kemijsko enačbo:



Poskus napravimo v epruveti. Štirim kapljicam raztopine  $\text{NiCl}_2$  dodamo pet kapljic nasičene raztopine tiocianata in nato še eno kapljico raztopine  $\text{CuSO}_4$ . Kot reducent uporabimo tokrat kar trdni  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Za primerjavo lahko naredimo poskus samo z  $\text{NiCl}_2$  in tiocianatom. Na podoben način lahko odstranimo tudi interferenčni vpliv bakra na določitev kobalta. Poskusite tudi to!



R

Druga možnost za odstranitev interferenčnega vpliva bakra na določitev niklja je tako imenovano maskiranje bakrovih ionov. To temelji na reakciji interferenčnega iona s kompleksantom, v tem primeru s tiocianatom, ki daje s  $\text{Cu}^{2+}$  brezbarven kompleks. Sami poiščite pogoje, ki bodo omogočali uspešno in nedvoumno določitev niklja v prisotnosti bakra!



R

### 8.-6/7 Določitev $\text{Co}^{2+}$ v prisotnosti $\text{Fe}^{3+}$



Na podoben osnovi kot pri prejšnjem primeru temelji tudi odstranitev interferenčnega vpliva  $\text{Fe}^{3+}$  na določitev  $\text{Co}^{2+}$ . Kateri kompleksant daje z železom brezbarven produkt? Sami poiščite pogoje, ki bodo omogočali uspešno in nedvoumno določitev kobalta v prisotnosti železa!



### 8.-7/7 Sočasna določitev $\text{Co}^{2+}$ in $\text{Ni}^{2+}$

Pri tem eksperimentu izkoristimo razliko v lastnostih tiocianatnega kompleksa kobalta oz. niklja, saj se eden ekstrahira v organsko fazo, drugi pa ostane v vodni fazi. Zaradi tega ju tudi lahko učinkovito in sočasno dokažemo. Eksperiment moramo zaradi uporabe organskega topila narediti v epruveti. Štirim kapljicam raztopine  $\text{NiCl}_2$  dodamo pet kapljic nasičene raztopine tiocianata in nato še kapljico raztopine  $\text{CoCl}_2$ . Dodamo toliko MIBK, da je višina organske faze enaka 2/3 višine vodne faze. Kateri kompleks se ekstrahira in kateri ostane v vodni fazi? Napišite ustrezne reakcije!



### VPRAŠANJA

1. Kaj so v analizni kemiji interference in kako lahko njihov vpliv preprečimo?
2. Kako lahko  $\text{Fe}^{3+}$  določimo v prisotnosti  $\text{Ag}^+$ ? Napišite kemijsko enačbo za reakcijo določanega iona z reagentom, reakcijo motečega iona z reagentom in reakcijo, na kateri temelji odstranitev interferenčnega vpliva!
3. Kako lahko  $\text{Fe}^{3+}$  določimo v prisotnosti  $\text{Bi}^{3+}$ ?
4. Kako lahko  $\text{Fe}^{3+}$  določimo v prisotnosti  $\text{F}^-$ ? Napišite kemijsko enačbo za reakcijo določanega iona z reagentom, reakcijo motečega iona in reakcijo, na kateri temelji odstranitev interferenčnega vpliva!
5. Kako lahko  $\text{Ni}^{2+}$  določite v prisotnosti  $\text{Fe}^{3+}$ ? Napišite reakcijo, na kateri temelji odstranitev interferenčnega vpliva!
6. Kako lahko z redukcijo omogočite določitev  $\text{Ni}^{2+}$  v prisotnosti  $\text{Cu}^{2+}$ ? Napišite kemijsko enačbo za interferenčno reakcijo in za reakcijo, na kateri temelji odstranitev interferenčnega vpliva! Kako še lahko določite  $\text{Ni}^{2+}$  v prisotnosti  $\text{Cu}^{2+}$ ?
7. Kaj je v kvalitativni analizi maskiranje?
8. Kako lahko  $\text{Co}^{2+}$  določite v prisotnosti  $\text{Fe}^{3+}$ ? Napišite vse reakcije, ki so s tem povezane!
9. Kako lahko sočasno določite  $\text{Co}^{2+}$  in  $\text{Ni}^{2+}$ ? V kateri obliki se kobalt ekstrahira v organsko fazo?

## 9. IDENTIFIKACIJA ANIONOV

V tem delu se boste seznanili z različnimi reakcijami, ki omogočajo identifikacijo posameznih anionov. Pri tem boste veliko uporabljali skupinske reagente za anione. Spoznali pa boste tudi nekatere bolj specifične dokaze.

Kaj so skupinski, selektivni in specifični reagenti?



### 9.1 Reakcije s skupinskimi reagenti

Pogosto uporabljani skupinski reagenti za anione so:  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{BaCl}_2$ ,  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$  in  $\text{AgNO}_3$ .

Za uspešno seznanjanje z značilnimi reakcijami anionov je pomembno, da si že pred eksperimentiranjem, ki bo zelo obsežno, ustvarite neko okvirno sliko o tem, kakšen potek eksperimentov lahko pričakujete. Zato boste poskusili čimveč že napovedati. Pri tem si boste pomagali z izkušnjami, ki ste jih že pridobili, in s podatki o topnosti posameznih soli, ki so zbrani v tabeli 2. Svoje domneve boste zapisali v tabelo 3, ki bo tako koristen pripomoček pri samem eksperimentiranju.

Vsaka analiza se začne z opazovanjem vzorca. Že po videzu vzorca namreč poskušamo pridobiti koristne namige o njegovi sestavi. Napišite, kar že veste o tem, kako na obarvanost raztopine vplivajo posamezni anioni!



Drugi koristen podatek je lahko pH raztopine vzorca, le da ta dobi svojo polno moč, ko smo anion in kation že ugotovili. Omogoča zlasti kasnejšo presojo, če smo neko sol pravilno identificirali, saj se mora razlaga hidroliznih lastnosti te soli ujemati z ugotovljenim pH. Če sta pri tem izrazito nezdržljiva oba podatka, nas to opozori, da je verjetno med postopkom nastala groba napaka. Napišite anione, za katere veste, da so s hidrolizo povzročili, da je pH raztopine izrazito odstopal od nevtralnosti!



Pri analizi vselej prehajamo od splošnejšega k bolj določnemu, zato začnemo dokazovanje s skupinskimi reagenti. Glede reakcij s skupinskimi reagenti lahko že napoveste obarvanost kompleksov nekaterih anionov s  $\text{Fe}^{3+}$ . Kjer kemijske formule kompleksnih spojin že poznate, napišite tudi te!



(Z odgovorom na to vprašanje ste že izločili prve podatke, ki sodijo v tabelo 3. Tja vpišite napovedi obarvanosti raztopin posameznih anionov po dodatku skupinskega reagenta  $\text{FeCl}_3$ .) Drugi dokazi s skupinskimi reagenti bodo temeljili predvsem na nastajanju oborin, ki bodo večinoma belo obarvane. Pri napovedovanju izidov teh eksperimentov pa si lahko pomagate s tabelo 2. Iz te je razvidno, kateri kationi dajejo s posameznimi anioni topne, kateri delno topne in kateri netopne soli. Tabela je okvirna in ni nujno, da zajema prav vse soli. Kako si lahko z njo pomagate, pa bomo razložili na primeru fluoridnega iona.

Za fluorid lahko iz tabele razberemo, da s skupinskim reagentom  $\text{AgNO}_3$  ne bo nastala oborina, ker je  $\text{AgF}$  v vodi topen. Ali bo s skupinskima reagentoma  $\text{BaCl}_2$  oz.  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$  res nastala oborina, ni mogoče gotovo predvideti, saj sta, kot vidimo iz tabele 2, soli  $\text{BaF}_2$  in  $\text{PbF}_2$  delno topni. Ali se bosta oborini izločili iz raztopine je v veliki meri odvisno od pogojev. V tabelo 3 bomo pod ta dva reagenta in v vrsto za fluorid zapisali **?**. Iz tabele 2 je sicer razvidno, da je delno topen tudi  $\text{FeF}_3$ . Iz eksperimentalnih izkušenj pa veste, da pri vaših eksperimentalnih pogojih ob dodajanju  $\text{F}^-$  raztopini  $\text{Fe}^{3+}$  ni nastala oborina, temveč se je rumenooranžna raztopina razbarvala, ker je nastal brezbarven kompleks  $[\text{FeF}_6]^{3-}$ . Podobno dogajanje lahko pričakujemo tudi pri eksperimentu, ki bo sledil. Razbarvanje raztopine tu ne bo tako izrazito, verjetno bo nekoliko zaznavno le v začetku, kasneje pa ga bo popolnoma zabrisal presežek dodanega reagenta, saj bo pri tem prišlo do razmerja med  $\text{F}^-$  in  $\text{Fe}^{3+}$ , ki bo ravno nasprotno tistemu, ki bi omogočilo popoln nastanek kompleksa in s tem tudi popolno razbarvanje raztopine. To bomo dosegli le, če bomo kapljici raztopine skupinskega reagenta  $\text{FeCl}_3$  dodali presežek vzorca, v našem primeru raztopine fluorida.

Tabela 2. Topnost soli posameznih anionov

	Topne soli	Delno topne soli	Netopne soli
$\text{NO}_3^-$	Vse		
$\text{NO}_2^-$	Vse druge	Ag	
$\text{F}^-$	Alk. Ag Hg Al Ni	Li Ba Pb Cu Fe(III)	Druge
$\text{Cl}^-$	Večina	Pb (bolj topen pri višji $T$ )	Hg(I) Ag Cu(I) BiOCl SbOCl Hg <sub>2</sub> OCl <sub>2</sub>
$\text{Br}^-$	Večina	Pb (dokaj topen pri višji $T$ )	Hg(I) Ag Cu(I)
$\text{I}^-$	Večina	{Hg(II) Hg(I) Ag Cu(I) Pb}	
Acetat	Večina	Hg(I) Ag	
Salicilat	Monobazne soli		{Hg Ag Pb Ba}
	večinoma topne		
$\text{SO}_4^{2-}$	Večina	Hg(II) Ca	Pb Ba Sr Bazični sulfati Hg(II) Bi Cr
$\text{HCO}_3^-$	Alk. Mg Ca Sr Ba Fe		{Druge}
$\text{CO}_3^{2-}$	Večina alk. $\text{NH}_4^+$		{Li Druge}
$\text{SO}_3^{2-}$	Alk. $\text{NH}_4^+$		{Druge}
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	Večina; Mnogi	Ag Pb Ba	
	topni v pres.		
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	Alk. Mg Ca	Sr	Druge
Citrat	Alk.		{Večina}
Oksalat	Alk. Fe(II)		{Druge}
$\text{HPO}_4^{2-}$	Večina alk.;		{Druge}
	Zemeljalk. $\text{H}_2\text{PO}_4^-$		Li

Alk. – kationi alkalijskih kovin;

Zemeljalk. – kationi zemeljskoalkalijskih kovin

Na primeru fluoridnega iona smo pokazali, kako lahko tabelo 2 uporabite za napovedovanje rezultatov eksperimentov. Sami do konca izpolnite tabelo 3! Kjer bo oborina zelo verjetno nastala, uporabite znak ✓. Če pa so soli, ki naj bi nastale, delno topne, ne morete biti povsem gotovi, ali bo oborina zares nastala, saj bo to v veliki meri odvisno od pogojev v raztopini, zato v teh primerih postavite ?.

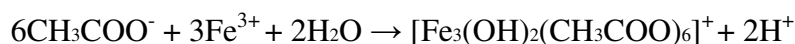
Zdaj, ko imate o izidih eksperimenta že neko znanje, bomo pregledali še nekatere pomembnejše reakcije in opisali produkte teh reakcij. S podatki, ki bodo kazali na to, kakšni bodo v posameznih primerih rezultati eksperimentov, še dodatno izpopolnite tabelo 3!



Formulo kompleksa, ki ga fluoridni ion tvori s  $\text{Fe}^{3+}$ , že poznate. Napišite reakcijo za nastanek tega kompleksa!



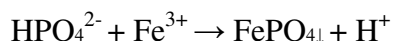
Acetat tvori s  $\text{Fe}^{3+}$  obarvan kompleks, reakcija pa je taka:



To je tiste vrste reakcija, pri kateri nastaja močna kislina. Zaradi nje reakcija ne more poteči popolnoma, razen pri velikem presežku acetata, ki tvori pufer in zmanjšuje vpliv  $\text{H}^+$  ionov. Kako je obarvan kompleks, ki nastane pri tej reakciji?

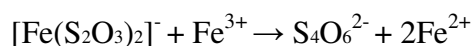
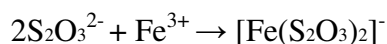


Podobna je reakcija hidrogenfosfata s  $\text{Fe}^{3+}$ , le da tu nastaja oborina.



Tudi ta reakcija poteče popolnoma le, če dodamo nekoliko natrijevega acetata.

Zanimiva je reakcija tiosulfata s  $\text{Fe}^{3+}$ . Najprej opazimo temno vijoličasto ali vijoličastosivo obarvanje. Čez čas pa se raztopina spremeni v rumeno. Dogajanje razložimo s temile reakcijami:



Kako bi opredelili drugo reakcijo?



Če pogledamo pravkar obravnavani reakciji sumarično, je potekla reakcija:

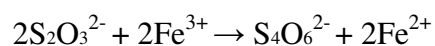

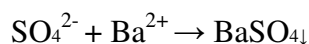


Tabela 3. Napoved izidov eksperimentov s pomočjo tabele 2 ( ✓ nastala bo oborina, ? verjetno bo nastala oborina) in na osnovi opisov reakcij 

	FeCl <sub>3</sub>	BaCl <sub>2</sub> ( + HCl )	(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> Pb	AgNO <sub>3</sub> ( + HNO <sub>3</sub> )
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>				
F <sup>-</sup>				
Cl <sup>-</sup>				
Br <sup>-</sup>				
I <sup>-</sup>				
Acetat				
Salicilat				
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>				
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>				
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>				
Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>				
Citrat				
Oksalat				
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				

In še o drugem skupinskem reagentu. Velik praktičen pomen ima reakcija sulfata z Ba<sup>2+</sup>, saj na tem temeljijo tudi različni načini kvantitativnega določanja sulfata. Reakcija za obarjanje sulfata z BaCl<sub>2</sub> je naslednja:

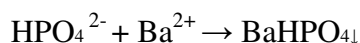


V vzorcih, v katerih je prisotnih več različnih anionov, navadno dokazujemo sulfat v raztopini, nakisani z razredčeno HCl, saj se pri teh pogojih sulfit, karbonat in fosfat ne oborijo. Koncentracija HCl pa ne sme biti previsoka, sicer se lahko zaradi zmanjšanja topnosti izloči sam BaCl<sub>2</sub>. Če domnevamo, da se je to lahko zgodilo, razredčimo raztopino z vodo, BaCl<sub>2</sub> se pri tem raztopi.

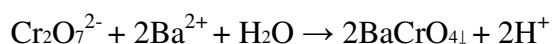
Sami napišite reakcije Ba<sup>2+</sup> s sulfitom (sulfatom(IV)), tiosulfatom, karbonatom in oksalatom, ker so podobne reakciji s sulfatom!



S hidrogenfosfatom pa poteče reakcija:



Omenimo še reakcijo dikromata z Ba<sup>2+</sup>. Zanimiva je zato, ker nastane oborina, ki je v nasprotju z drugimi, ki so bele, svetlo rumeno obarvana. Reakcijo zapišemo:

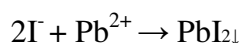


S katerima dvema že opisanima reakcijama bi povezali to in kaj je vsem trem skupno?



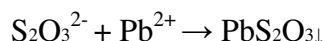
Dikromat tvori podobno kot z Ba<sup>2+</sup> tudi s Pb<sup>2+</sup> obarvano oborino, ki je rumena.

Intenzivno rumeno obarvana je tudi oborina PbI<sub>2</sub>.

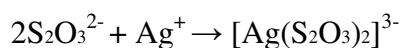


Drugi halogenidi dajejo s Pb<sup>2+</sup> bele oborine. To, ali se iz raztopin oborine res izločijo, pa je zelo odvisno od njihove koncentracije in pogojev, zlasti temperature, saj sta svinčev klorid in svinčev bromid pri višjih temperaturah bolj topna.

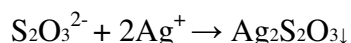
Glede obarjanja tiosulfata s svinčevim acetatom pa je treba opozoriti, da se lahko oborina sprva ne izloči, ker je topna v presežku, sicer pa je reakcija tale:



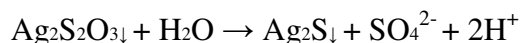
Podobno tudi pri dokazovanju tiosulfata s srebrovim nitratom sprva ne nastane oborina, ker poteče tale reakcija:



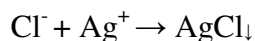
Reakcija za obarjanje tiosulfata z Ag<sup>+</sup> pa je naslednja:



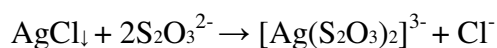
Oborina je bela, a počasi zaradi reakcije temni:



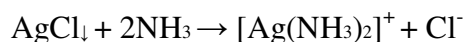
Reakcija kloridnega iona z  $\text{Ag}^+$  je (podobno kot reakcija sulfata z  $\text{Ba}^{2+}$ ) tudi osnova za različne metode kvantitativnega določanja klorida. V raztopinah, ki lahko vsebujejo tudi druge ione, dokazujemo kloridne ione v  $\text{HNO}_3$  kislem mediju.



$\text{AgCl}$ , pa tudi  $\text{AgBr}$  in  $\text{AgI}$  niso topni v dušikovi kislini, večina srebrovih soli z drugimi anioni pa je topna. Srebrovi halogenidi se med seboj razlikujejo po obarvanosti.  $\text{AgCl}$  je bel,  $\text{AgBr}$  rumenobel,  $\text{AgI}$  pa svetlo rumen. Vsi trije so topni v raztopini tiosulfata, v raztopini amonijaka pa se topijo različno.  $\text{AgCl}$  je dobro topen že v razredčeni raztopini amonijaka,  $\text{AgBr}$  je pri teh pogojih le delno topen, dobro se topi v koncentrirani raztopini amoniaka,  $\text{AgI}$  pa se tudi v koncentrirani raztopini amonijaka topi le delno. Reakcijo za nastanek srebrovega kompleksa s tiocianatom ste že spoznali, reakcija raztapljanja srebrovega klorida pa je taka:

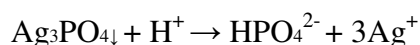
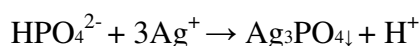


Raztapljanje oborine z amoniakom opisuje reakcija:

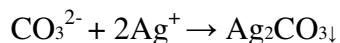


Raztopino, ki nastane, moramo hitro nakisati s  $\text{HNO}_3$  in zavreči, sicer se lahko postopoma izobori srebrov azid (tako imenovano fulminatno srebro), to je  $\text{AgN}_3$ , ki je tudi vlažen eksploziven.

Pri reakciji  $\text{HPO}_4^{2-}$  z  $\text{Ag}^+$  nastane oborina, ki je citronasto rumeno obarvana in topna v  $\text{HNO}_3$ .



Pojasniti je treba še potek reakcije karbonata z  $\text{Ag}^+$ , saj je rezultat odvisen od količine dodanega reagenta.



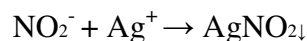
Ta oborina je bela, s presežkom reagenta ali pri segrevanju pa se spreminja v oksid in se obarva rumeno ali rjavo.



Kaj pomeni ob neki kemijski formuli majhna, navzgor obrnjena puščica?



Opozorimo še na reakcijo nitritnega iona z  $\text{Ag}^+$ .  $\text{AgNO}_3$  je namreč edini od štirih skupinskih reagentov, s katerim daje  $\text{NO}_2^-$  oborino, pa še ta se izloči le pri višjih koncentracijah nitrita:



Zdaj, ko ste širše seznanjeni z določanjem anionov s skupinskimi reagenti, se lahko lotite eksperimentiranja. Ta eksperiment je za vašo uspešnost pri praktičnem preverjanju znanja odločilen, zato je pomembno, da ga naredite zelo skrbno in natančno. Bodite pozorni na to, da je potek reakcije lahko pri različni količini dodanega reagenta različen. Zato ne prenehajte z eksperimentom že pri stehiometrični množini, temveč vedno dodajte tudi presežek. Ne pozabite tudi, da so reakcije lahko različno hitre in da se lahko videz kasneje spremeni, zato izide reakcij vedno preverite še enkrat čez nekaj časa. Vedno opazujte v obeh smereh in ob uporabi različnih podlag, da nekaterih slabše vidnih produktov ne boste prezrli.

### **9.1-1/2 Reakcije anionov s skupinskimi reagenti**

Eksperimente s skupinskimi reagenti delajte na reakcijskih ploščicah. Eni kapljici preiskovane raztopine dodajte po kapljicah izbrani reagent. Pri poskusih z  $\text{BaCl}_2$  in  $\text{AgNO}_3$  še preverite, katere oborine so topne v kislinah. Svoja opažanja skrbno zapisujte, najpomembnejše eksperimentalne ugotovitve pa povzemite v tabeli 4!

Tabela 4. Povzetek eksperimentalnih ugotovitev za prepoznavanje anionov s skupinskimi reagenti



	$\text{FeCl}_3$	$\text{BaCl}_2$ ( + HCl )	$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$	$\text{AgNO}_3$ ( + $\text{HNO}_3$ )
$\text{NO}_3^-$				
$\text{NO}_2^-$				
$\text{F}^-$				
$\text{Cl}^-$				
$\text{Br}^-$				
$\text{I}^-$				
Acetat				
Salicilat				
$\text{SO}_4^{2-}$				



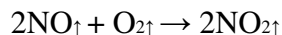
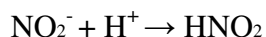
Tabele 4. (Nadaljevanje)

	FeCl <sub>3</sub>	BaCl <sub>2</sub> ( + HCl )	(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> Pb	AgNO <sub>3</sub> (+HNO <sub>3</sub> )
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>				
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>				
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>				
Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>				
Citrat				
Oksalat				
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				

### **9.1-2/2 Reakcije anionov z razredčenimi raztopinami kislin**

Te vrste reakcij lahko poleg reakcij s skupinskimi reagenti rabijo kot dodatni orientacijski testi. Iz raztopin nekaterih anionov namreč ob dodajanju kislin izhajajo plinasti produkti. Pri nekaterih anionih se to zgodi že ob dodatku razredčene kisline, pri drugih pa šele s koncentriranimi kislinami.

V prvo skupino sodijo karbonat, hidrogenkarbonat, sulfid, tiosulfat in nitrit; v drugo pa fluorid, klorid, bromid, jodid, nitrat, acetat in oksalat. V eksperimentalno delo bomo uvrstili le reakcije, ki potečejo z razredčenimi raztopinami kislin. Kot prvo lahko omenimo reakcijo nitrita z razredčeno raztopino žveplove kisline. Tu je značilno dvoje, in sicer sproščanje rjavih par zaradi razvijanja NO<sub>2</sub> in, če je koncentracija nitrita dovolj visoka, tudi svetlo modro obarvanje raztopine, ker se pomakne ravnotežje proti nedisociirani HNO<sub>2</sub> oz. nastane anhidrid N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. To opišemo z reakcijami:



Sproščanje rjavih par je značilno tudi za nitrat, le da ga je v tem primeru mogoče izzvati samo s koncentrirano kislino.

Poskus za nitrit bomo naredili primerjalno. Da bomo dokazali, da nitrat pri teh pogojih ne reagira, ga bomo vzeli za primerjavo. V prvo epruveto damo najprej štiri kapljice raztopine

nitrita, v drugo pa prav toliko raztopine nitrata. Videz obeh raztopin preverimo na beli podlagi, ko sočasno opazujemo obe epruveti v navpični smeri. Nato damo v vsako epruveto tri kapljice raztopine žveplove kisline, ki je bila pripravljena iz enakih delov koncentrirane kisline in prečiščene vode. Na enak način kot prej ocenite videz obeh raztopin!



Kaj opazite?



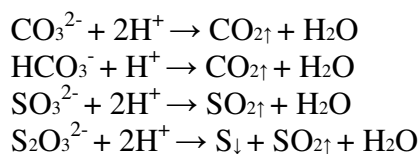
Epruveti odložite v stojalo in čez nekaj časa ponovno ocenite videz obeh raztopin!



Razložite svoja opažanja!



Pri drugih štirih anionih, ki tudi reagirajo z razredčenimi kislinami, nastajajo plini, ki so brezbarvni, skupno pa jim je tudi, da v vodnih raztopinah delujejo kislo. Že na pogled lahko od drugih ionov te skupine razlikujemo tiosulfat, saj se ob razvijanju plina spremeni tudi videz raztopine, ki postane, ker se izloči koloidno žveplo, rumenobelo opalescentno motna.



To skupino eksperimentov najboljše naredimo v epruveti. Pred začetkom eksperimenta si pripravimo prirezan plastični nastavek za mikropipeto (rumen) in kapalko, katere konica je izpolnjena z indikatorjem A, kar najlažje dosežemo tako, da vzamemo kapalko brez mešička in jo držimo navpično s konico navzgor. Konici steklene kapalke približamo kapljico indikatorja A, ki smo jo izoblikovali na kapalki stekleničke z indikatorjem. Čez nekaj časa snamemo kapalko in ugotovimo, ali je nastala sprememba v obarvanosti indikatorja. Opozorimo še, da se pri tiosulfatu žveplo hitreje izloči, če epruveto za kratek čas potopimo v

vodo, ki smo jo pred tem segreli. Pri drugih treh eksperimentih pa lahko s segrevanjem pline učinkoviteje izženemo iz raztopin. Zakaj?



R

Kakšen je bil v posameznih primerih končni videz indikatorja? Kako bi to razložili? Pomagajte si s konstantami disociacije!

R

Napišite reakcije, ki kažejo, da SO<sub>2</sub> in CO<sub>2</sub> v vodi delujeta kislo!

R

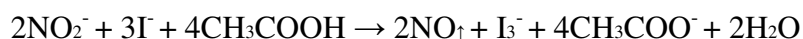
## 9.2 Drugi, bolj specifični dokazi nekaterih anionov

### 9.2-1/7 Dokazovanje nitrita

Spoznali boste tri različne dodatne možnosti za dokazovanje nitrita.

Za dokaz nitrita lahko najprej izkoristimo reakcijo, pri kateri v očetno - kislem mediju nastaja elementarni jod, zaradi katerega se raztopina obarva.

Napišite formulo elementarnega joda! Kako je obarvana vodna raztopina joda?



Dokaz naredimo na reakcijski ploščici. Ker nimate na voljo očetne kisline, si pomagajte tako, da dodate štirim kapljicam raztopine natrijevega acetata štiri kapljice raztopine HCl s koncentracijo 0,1 mol/L, temu pa še tri kapljice raztopine jodida in dve kapljici raztopine nitrita.



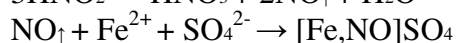
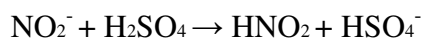
Na kateri vrsti reakcije temelji ta dokaz?



Kaj pomeni zapis  $I_3^-$ ?



Drugi značilni dokaz temelji na nastanku tako imenovanega rjavega obroča, ki je posledica nastanka spojine  $[Fe,NO]SO_4$ . Dokaz temelji na tehle reakcijah:



Kako imenujemo reakcije, pri katerih iz iste spojine nastaneta dve v različnem oksidacijskem stanju in katera od ravnokar navedenih reakcij je taka?

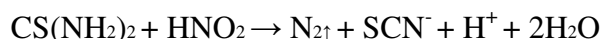
R

Ta dokaz nitrita motijo jodidni in bromidni ioni, ioni, ki so obarvani, in tisti anioni, ki tvorijo s  $Fe^{2+}$  obarvane produkte. Na nastanku iste končne spojine temelji tudi dokazovanje nitrata, le da je ta dokaz, v nasprotju z nitritom, mogoč le ob uporabi koncentrirane žveplove kisline. Zato nitrit lahko moti dokaz nitrata, obratno pa ne.

Pri pravkar opisanem dokazu je zelo pomembno, kako dodamo raztopino nitrita in da vsebine epruvete ne premešamo. V epruveto damo pet kapljic raztopine  $FeSO_4$ . Nagnemo jo in tako zagotovimo, da bo kapljica raztopine nitrita, ki jo bomo dodali ob steno epruvete, počasi spolzela v raztopino. Kapljica se bo zaradi vztrajnosti sprva potopila proti dnu, nato pa se bo raztopina nitrita zaradi manjše gostote dvignila na površino, kjer bo zaradi reakcije z raztopino  $FeSO_4$  nastal rjav (navadno bolj zelenorjav) obroč.



Tretji dokaz poteka tako kot prvi v očetno - kislem mediju. Temelji na tele reakciji:



Osnovni dokaz naredimo tako, da na reakcijski plošči dodamo kapljici raztopine natrijevega acetata kapljico raztopine  $HCl$  s koncentracijo 0,1 mol/L, nato pa še kapljico raztopine tiiosečnine in kapljico raztopine nitrita.



S čim bi lahko za dodatno potrditev te reakcije dokazali, da je nastal  $SCN^-$ ? Napišite tudi reakcijo!



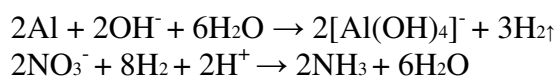
### 9.2-2/7 Dokazovanje nitrata

Dokaz nitrata temelji na sproščanju plinastega amoniaka. Dokaz motijo amonijevi in drugi ioni, ki tudi vsebujejo dušik.

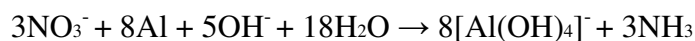
Dokaz naredimo v epruveti, ki jo zapremo s prirezanim nastavkom za mikropipete. Vanj vstavimo kapalko, katere konica je izpolnjena z indikatorjem B. Ker je reakcija v epruveti precej burna, se najprej prepričamo, če sam NaOH ne povzroča spremembe v obarvanosti indikatorja. V epruveto damo zato najprej zelo majhno kroglico, ki smo jo oblikovali iz aluminijaste folije, nato pa dodamo tri kapljice raztopine NaOH s koncentracijo 2 mol/L. Po krajšem času preverimo, če se obarvanost indikatorja ni spremenila in dodamo v epruveto tri kapljice raztopine nitrata ter jo ponovno zapremo z nastavkom za mikropipeto, v katerega vstavimo stekleno kapalko z indikatorjem.



Kemijsko osnovo tega dokaza opišemo z reakcijami:



Gledano sumarično poteče:



Napišite reakcijo, ki kaže, da  $\text{NH}_3$  v vodi deluje bazično!



### 9.2-3/7 Razlikovanje $\text{HCO}_3^-$ in $\text{CO}_3^{2-}$

Kot osnovo za razlikovanje lahko izkoristimo dejstvo, da je  $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$  v vodi topen,  $\text{MgCO}_3$  pa ne.

Reakciji z obema anionoma naredimo na reakcijski ploščici, kot reagent pa uporabimo raztopino  $\text{MgSO}_4$ . Štirim kapljicam raztopine  $\text{HCO}_3^-$  oz.  $\text{CO}_3^{2-}$  dodamo tri kapljice reagenta. Raztopini opazujemo v prečni smeri na črnem ozadju ali pa v navpični smeri na beli podlagi z izrisano oznako.



Napišite reakcijo, ki kaže na spremembo, ki ste jo opazili pri tem eksperimentu!



**9.2-4/7 Razlikovanje oksalata od citrata**

Za dokaz oksalata lahko izkoristimo reakcijo oksalata s  $\text{Ca}^{2+}$  ioni, saj je sol, ki nastane, manj topna, kot je v primeru citrata.

Reakciji naredimo na reakcijski ploščici, kot reagent pa uporabimo raztopino  $\text{CaCl}_2$ .

**9.2-5/7 Dodatna potrditev dokaza za salicilat**

Izid reakcije salicilata s  $\text{Fe}^{3+}$  že poznate. Preverite še, kaj se zgodi, če na reakcijski plošči dodate eni kapljici salicilata eno kapljico  $\text{FeCl}_3$ , nato pa še štiri kapljice raztopine  $\text{HCl}$  s koncentracijo 2 mol/L.



Kako lahko ob upoštevanju  $K_a$  salicilne kisline razložite izid eksperimenta?

**9.2-6/7 Dodatni dokazi za jodid**

Jodid tvori z različnimi kationi različno obarvane oborine, zato ga uporabljamo tudi kot skupinski reagent za katione. Zelo značilna je reakcija s  $\text{Hg}^{2+}$ , ker nastane oborina  $\text{HgI}_2$  oz. kompleksna spojina  $[\text{HgI}_4]^{2-}$ .



Kako je obarvana oborina in kako kompleksna spojina? Napišite reakcijo za raztapljanje oborine v presežku jodida!



Druga značilnost jodida je, da ga lahko z različnimi snovmi oksidiramo do elementarnega joda. Napišite primer tovrstne reakcije, ki ste ga že spoznali!



V isto skupino dokazov sodi naslednji primer. Dvema kapljicama raztopine  $\text{Cu}^{2+}$  dodajte pet kapljic raztopine  $\text{I}^-$ .



Kaj se zgodi?

R

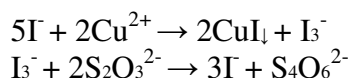
Raztopini dodajte še štiri kapljice raztopine tiosulfata.



Kaj opazite?

R

Dogajanje pri tem eksperimentu opisujeta reakciji:

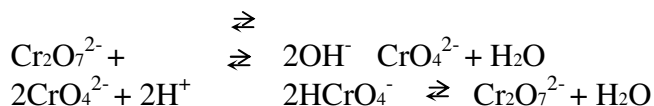


Kako je obarvana oborina CuI in posledica česa je bila rjavorumena obarvanost suspenzije?

R

### 9.2-7/7 Reakcije dikromata

Značilnost dikromatnega iona je, da je v vodnih raztopinah lahko v ravnotežju s kromatnim ionom, le da je ta v vodni raztopini obstojen samo v bazičnem. Obarvanost obeh oblik se razlikuje. Dikromat je bolj oranžen, kromat pa svetlo rumen. Povezujejo ju reakcije:

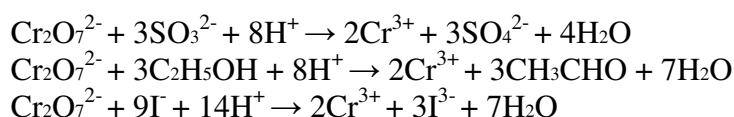


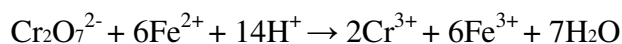
To pomeni, da ne glede na to, katero sol smo v vodi raztopili, npr.  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ali pa  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , lahko vedno z uravnanjem pH raztopine dosežemo, da prevladuje ena od oblik.

Eksperiment naredimo na reakcijski ploščici. Eni kapljici raztopine dikromata dodajamo po kapljicah raztopino NaOH koncentracije 0,1 mol/L in opazujemo, kdaj se obarvanost raztopine spremeni, nato pa z raztopino HCl koncentracije 2 mol/L usmerimo reakcijo v nasprotno smer.



Druga značilnost dikromata je, da je močan oksidant. Pri redoks reakcijah se reducira do  $\text{Cr}^{3+}$ , ki da raztopini značilen siv ali zelen ton.





Prvo reakcijo izvedemo tako, da dodamo na reakcijski ploščici eni kapljici dikromata kapljico raztopine HCl s koncentracijo 2 mol/L. Tej raztopini pa dodajamo raztopino sulfita toliko časa, da rumena obarvanost raztopine preide v zeleno.



Drugo reakcijo izvedemo z eno kapljico raztopine dikromata in štirimi kapljicami etanola, nato pa še s kapljico dušikove kisline. Sprememba pri tej reakciji ni trenutna, na izid reakcije moramo torej počakati nekaj časa.



Kje v vsakdanjem življenju je bila uporabljena ta reakcija? V katero skupino organskih spojin sodi  $\text{CH}_3\text{CHO}$ ?



Za tretjo reakcijo dodamo eni kapljici raztopine dikromata kapljico raztopine HCl s koncentracijo 2 mol/L in kapljico raztopine jodida.



Kako bi dosegli, da bi prišla pri tej reakciji do izraza zelena obarvanost  $\text{Cr}^{3+}$ ?



To naredite tudi praktično in napišite reakcijo!



Zadnjo reakcijo naredimo z eno kapljico raztopine dikromata in devetimi kapljicami raztopine  $\text{FeSO}_4$ .



Kako bi dosegli, da bi prišla pri tej reakciji do izraza zelena obarvanost  $\text{Cr}^{3+}$ ?



To naredite tudi praktično in napišite reakcijo!





**VPRAŠANJA**

1. Katere skupinske reagente uporabljamo za dokazovanje anionov?
2. Kako bi se lahko glede prisotnosti posameznih ionov orientirali že samo z uporabo razredčenih in koncentriranih raztopin kislin?
3. Za kateri anion velja, da so vse njegove soli v vodi topne?
4. Za kateri anion velja, da so njegove soli, z izjemo ene same, dobro topne? Katera je ta izjema?
5. Za katere anione velja, da je večina njihovih soli dobro topna v vodi?
6. Kateri halogenid glede na to, katere njegove soli so topne in katere netopne, izrazito odstopa od drugih halogenidov? V čem so razlike in v čem podobnosti?
7. Kateri anioni tvorijo s  $\text{Fe}^{3+}$  specifično obarvane komplekse?
8. Dopolnite in uredite naslednji kemijski enačbi:  
 $\text{CH}_3\text{COO}^- + \text{Fe}^{3+} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HPO}_4^{2-} + \text{Fe}^{3+} \rightarrow$   
 Kakšni so produkti, ki pri teh dveh reakcijah nastanejo? Kaj je obema reakcijama skupno, kakšne so posledice in kako jih odpravimo?
9. Kateri anioni z  $\text{Ba}^{2+}$  ne tvorijo oborin?
10. Kakšna je večina oborin, ki nastanejo z  $\text{Ba}^{2+}$ ? Kakšna oborina nastane, če  $\text{Ba}^{2+}$  reagira z dikromatom? Napišite kemijsko enačbo za to reakcijo!
11. Kvantitativno določanje katerega iona temelji na reakciji z  $\text{Ba}^{2+}$ ? Kateri ioni motijo določitev, ker tudi reagirajo z  $\text{Ba}^{2+}$ , in kako to preprečimo? Na kaj moramo pri tem še paziti in zakaj?
12. Kateri anioni s  $\text{Pb}^{2+}$  ne reagirajo?
13. Kateri anioni tvorijo s  $\text{Pb}^{2+}$  obarvane oborine?
14. Topnost katerih oborin s  $\text{Pb}^{2+}$  se pri segrevanju znatno poveča?
15. Napišite kemijski enačbi za reakciji jodida in tiosulfata s  $\text{Pb}^{2+}$  in tudi še, če je pri teh dveh reakcijah kaj posebnega ali značilnega!
16. Kateri anioni se z  $\text{Ag}^+$  ne obarjajo?
17. Katere oborine, ki nastanejo z  $\text{Ag}^+$ , so obarvane?
18. Kvantitativno določanje katerega iona temelji na reakciji z  $\text{Ag}^+$ ? Kakšen medij pri tem uporabimo in zakaj? Katerim interferenčnim vplivom se tako ne moremo izogniti in kako so obarvane oborine, ki tudi nastanejo?
19. Napišite reakciji, ki opisujeta obarjanje bromida in jodida z  $\text{Ag}^+$ , kot tudi reakcije, ki opisujejo raztapljanje nastalih oborin! Ali ste pri eksperimentalnem delu opazili kaj posebnega kaj, kar je praktično uporabno tudi v vsakdanjem življenju?
20. Napišite reakcije, ki celostno opisujejo dogajanje pri obarjanju tiosulfata z  $\text{Ag}^+$ !
21. Od česa je odvisen potek reakcije med  $\text{CO}_3^{2-}$  in  $\text{Ag}^+$ ? Napišite reakcije in opišite, kakšni so nastali produkti!
22. Dopolnite in uredite kemijski enačbi!  
 $\text{HPO}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} \rightarrow$   
 $\text{HPO}_4^{2-} + \text{Ag}^+ \rightarrow$   
 Napišite še kemijsko enačbo za raztapljanje oborine, ki nastane pri drugi reakciji, če za raztapljanje uporabimo dušikovo kislino!
23. Kateri anion med vsemi skupinskimi reagenti reagira le z  $\text{AgNO}_3$ ? Ali reakcija vedno poteče?
24. Katerih anionov ni mogoče razlikovati na osnovi reakcij s skupinskimi reagenti? S čim bi razlikovanje vendar le dosegli?
25. Iz raztopin katerih anionov se ob dodajanju razredčenih raztopin kislin sproščajo brezbarvni plini? Napišite reakcije! Pri katerem anionu pride pri dodatku razredčene raztopine kisline še do neke druge opazne spremembe? Do katere in kaj je njen vzrok? Kateri plin, ki se

sprosti ob dodatku razredčene kisline, spremeni obarvanost indikatorja v kapalki nad raztopino?

26. Kako lahko s pomočjo razredčene raztopine kisline dokažemo nitrit? Napišite tudi reakcije!

27. Premislite, kaj lahko pri uporabi koncentriranih kislin pričakujete pri anionih, ki dajejo z razredčenimi kislinami plinaste produkte! Prisotnost katerih anionov bi lahko vnaprej izločili, če iz raztopine vzorca ob dodatku koncentrirane raztopine kisline ne bi izhajali plini?

28. Opišite izvedbo dokazov in pogoje za dokazovanje nitrita, in to z jodidom, z železovim sulfatom in s tiosečnino! Napišite tudi reakcije!

29. Opišite dokaz za nitrat in napišite reakcije! Kateri anioni reagirajo podobno? Kateri kation bi vas pri dokazovanju lahko zavedel in zakaj? Napišite reakcijo!

30. Opišite potek dveh dodatnih dokazov za jodid in napišite vse reakcije, ki so s tem povezane!

31. Napišite tri reakcije oksidacije jodida do joda!

32. Kako lahko jod v raztopini reduciramo in kako se to odraža na videzu raztopine? Napišite reakcijo!

33. Napišite štiri redoks reakcije z dikromatom. Opišite, kakšen je v posameznih primerih končni videz raztopin in kako bi lahko v primerih, ko to ni samo po sebi očitno, pokazali, da se je pri reakciji dikromat reduciral do  $\text{Cr}^{3+}$ . Napišite tudi te reakcije!

34. Dikromat je v vodnih raztopinah v ravnotežju s kromatom. Napišite reakcije, ki povezujejo obe obliki! Kakšna je obarvanost posamezne oblike in v kakšnih raztopinah je obstojen kromat?

## PROBLEMI

1. Oborina ne nastane z nobenim od skupinskih reagentov. Za katere štiri anione bi bila ta trditev najverjetneje lahko resnična? Upoštevajte ne le ione, ki v nobenem primeru s skupinskimi reagenti ne reagirajo, temveč tudi tiste, pri katerih lahko reakcija ne poteče zaradi neugodnih pogojev v raztopini. Katera dva aniona pa bi le lahko že na osnovi poskusov s skupinskimi reagenti nedvoumno identificirali? Napišite tudi reakciji! Kako bi ob uporabi enega samega dodatnega reagenta lahko pravilno prepoznali preostala dva aniona? Napišite reakcije, ki so osnova tega!

2. Ko raztopini sulfita dodamo raztopino  $\text{FeCl}_3$ , opazimo oranžno obarvanje raztopine, ki čez čas zbledi in se spremeni v rumeno. Pri katerem anionu po dodatku  $\text{FeCl}_3$  še opazimo podobno spremembo, čeprav je začetno obarvanje drugačno? Napišite tudi reakcije, ki to pojasnjujejo! Katera splošna značilnost je sulfitu in temu drugemu ionu skupna ter razvidna iz reakcij, ki ste jih napisali?

3. Ko ste preiskovani raztopini dodali  $\text{BaCl}_2$ , je nastala bela oborina. S  $\text{FeCl}_3$  se je pojavila rumenobela oborina, z  $\text{AgNO}_3$  pa citronasto rumena oborina, ki se je po dodatku  $\text{HNO}_3$  raztopila. Kateri anion je v preiskovani raztopini? Napišite reakcije! Kaj bi se zgodilo, če bi preiskovani raztopini dodali  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ ?

4. Pri poskusih s skupinskimi reagenti je prišlo do opazne spremembe le pri  $\text{BaCl}_2$  in  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ . V obeh primerih je nastala bela oborina. Kaj lahko sklepate in kako bi dokaz dodatno podkrepili?

5. Preiskovana raztopina reagira z  $\text{AgNO}_3$ . Pojavi se bela oborina. Če preiskovani raztopini dodamo  $\text{FeCl}_3$ , opazimo zelo intenzivno vijoličasto obarvanje. Z drugimi skupinskimi reagenti se nič ne zgodi. Kateri anion je v raztopini in kako bi dokaz dodatno podkrepili?

6. V preiskovani raztopini lahko pričakujete klorid, sulfat, hidrogenfosfat in nitrat. Kako bi lahko kljub prisotnosti drugih ionov vsakega od naštetih nedvoumno identificirali?

7. V treh enakih steklenicah ste hranili citratni, karbonatni in fosfatni pufer. Steklenice so bile

pravilno označene, čez nekaj časa pa so oznake, ker niso bile dovolj obstojne, zbledele. Kako bi z enim samim reagentom ugotovili, v kateri steklenici je fosfatni, v kateri karbonatni in v kateri citratni pufer? Utemeljite!

8. Domnevate, da ste med seboj zamenjali standard za klorid in standard za fosfat. Kako bi lahko to najbolj zanesljivo preverili z enim samim reagentom?

9. Ob dodatku  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$  raztopini vzorca, ki vsebuje eno samo sol, je nastala rumena oborina. Kaj lahko sklepate iz tega in kako bi z uporabo enega samega dodatnega skupinskega reagenta ugotovili, kateri anion je v raztopini? Kako bi lahko pravilno ugotovili anion tudi brez tega dodatnega eksperimenta?

## 10. IDENTIFIKACIJA KATIONOV

Pri identifikaciji kationov se bomo, in sicer podobno kot pri anionih, najprej oprli na reakcije s skupinskimi reagenti, ki jih bomo nato dopolnili z bolj specifičnimi dokazi. Kot skupinske reagente boste uporabljali raztopine NaOH, NH<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> in Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Seveda pa boste pri dokazovanju kationov v vzorcih lahko koristno uporabili že pridobljeno znanje, saj je zdaj že kar obsežno. Z vprašanji, ki bodo sledila, vam bomo pomagali poiskati koristne povezave. Podobno kot pri anionih boste tudi tu poskušali čim več napovedati, svoje napovedi glede izidov eksperimentov s skupinskimi reagenti pa boste pred vajo vpisali v tabelo 5.

Pri katerih sedmih kationih bi za dodatno dokazovanje lahko uporabili raztopini tiocianata? Kakšne produkte lahko pričakujete pri nasičeni in kakšne pri raztopini tiocianata s koncentracijo 0,1 mol/L? Katere od navedenih ionov bi na tej osnovi lahko že povsem nedvoumno prepoznali?



Pri dokazovanju anionov ste spoznali mnoge reakcije Fe<sup>3+</sup>, Ag<sup>+</sup>, Pb<sup>2+</sup> in Ba<sup>2+</sup>. Za dokazovanje teh treh kationov lahko izkoristite vse tiste primere, pri katerih nastanejo specifično obarvani produkti. S katerimi reagenti bi torej lahko dodatno podkrepili dokazovanje teh ionov? Kakšni bi bili produkti, ki bi pri tem nastali?



Za navedene ione lahko tudi napoveste, kako bodo potekale reakcije s skupinskimi reagenti Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> in Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Pričakovanja vpišite v tabelo 5!



Tretji segment dokazov, od katerih lahko prav tako nekatere izkoristite za dokazovanje posameznih kationov, ste obravnavali v enoti 9.2. Kateri dodatni dokazi za katione izhajajo iz te enote? Napišite reakcije in opišite, kakšni so produkti!



-

-

-

-

-

V nasprotju z anioni, pri katerih sta bili obarvani le vodni raztopini kromata in dikromata, prva rumeno in druga oranžno, nam lahko obarvanost raztopin pove precej več o prisotnosti posameznih kationov. Na opazovanje obarvanosti smo vas poskušali navaditi že povsem v začetku vaj in spoznali boste, da ste s tem, kar ste ugotovili, že razkrili nekatere splošne zakonitosti.

Katere katione bi lahko prepoznali na osnovi obarvanosti njihovih raztopin in kakšne bi le-te bile v posameznih primerih?



Primerjajte svoje napovedi z opisom v nadaljevanju! Raztopine, ki vsebujejo  $\text{Fe}^{2+}$ , so zelo rahlo zelenkasto obarvane, tiste, ki vsebujejo  $\text{Fe}^{3+}$ , pa rumeno.  $\text{Co}^{2+}$  povzroča rožnato obarvanost raztopin, če pa je nehidratiziran ali v nedisociirani obliki pa modro obarvanje. Podobna dvojnost je pri kromu, kjer so raztopine, ki vsebujejo  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}]^{2+}$  ali  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4\text{Cl}_2]^+$  zeleno obarvane, tiste, v katerih je krom v obliki  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ , pa vijoličasto. Za  $\text{Cu}^{2+}$  v raztopini je značilno modro, za  $\text{Ni}^{2+}$  zeleno in za  $\text{Mn}^{2+}$  zelo rahlo rožnato obarvanje. Drugi kationi pa v vodnih raztopinah ne povzročajo obarvanosti.

Pri trdnih snoveh obarvanost ni tako enopomenska, zato naj vas nikanar ne zavede. Tako npr. niso zeleno obarvane le spojine z nikljem, temveč tudi nekatere bakrove in celo manganove spojine, čeprav je sicer res, da je veliko bakrovih spojin modrih in veliko manganovih rožnatih.

V začetku vaj, ko ste opisovali obarvanost raztopin posameznih soli, ste se tudi že seznanili s primerom, da je bila obarvanost spojin z istim kationom različna, obarvanost raztopin pa enaka. Za kateri soli to velja, kako sta obarvani in kakšne barve sta njuni raztopini?



Za nekatere elemente je značilno, da se v plamenu že pri razmeroma nizkih temperaturah termično vzbudijo, nato pa se z izsevanjem vidne svetlobe natančno določene frekvence vrnejo v osnovno energijsko stanje, kar zaznamo kot za element značilno obarvanje plamena. Ta pojav boste izkoristili za identifikacijo kationov, ki jih je s kemijskimi reakcijami težko določiti ali pa razlikovati med seboj.

Kateri izdelki, ki jih je mogoče dobiti tudi v prosti prodaji, izkoriščajo pojav, ki smo ga pravkar opisali?

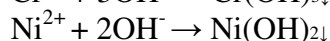
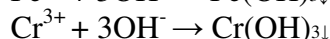
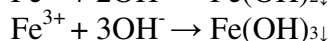
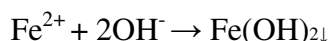


## 10.1 Reakcije s skupinskimi reagenti

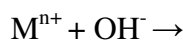
V nadaljevanju bomo opisali najpomembnejše reakcije kationov s skupinskimi reagenti. Vse bistvene podatke o produktih, ki jih lahko pri eksperimentiranju pričakujete v posameznih primerih, povzemite v tabeli 5! Za oborine uporabite splošno uveljavljeni simbol s (solid), opisu obarvanosti, ki zadeva raztopine, pa dodajte simbol aq (aqueous)!

Prva skupinska reagenta sta NaOH in NH<sub>3</sub>. Za razlikovanje med posameznimi kationi ni pomembno le, kakšna oborina nastane ob dodatku reagenta, temveč tudi, ali se oborina v presežku reagenta raztopi. V obeh primerih boste zato pri eksperimentiranju najprej opazovali, kaj se zgodi pri dodajanju raztopine s koncentracijo 0,1 mol/L, nato pa boste eksperiment nadaljevali še z raztopino s koncentracijo 2 mol/L. Dogajanje pa še dodatno popestri to, da se začne obarvanost nekaterih oborin takoj po nastanku spreminjati zaradi prisotnosti kisika iz zraka, pri čemer nastajajo stabilnejše spojine v višjem oksidacijskem stanju. Omeniti pa je treba tudi, da oborine, ki nastanejo bodisi z NaOH ali z NH<sub>3</sub>, niso vselej preprosti hidroksidi, temveč imajo lahko tudi drugačno, bolj zapleteno sestavo.

Zato bomo pri opisovanju reakcij z NaOH oz. NH<sub>3</sub> **najprej opisali najosnovnejši reakciji za nastanek oborin, ki veljata za večino kationov**, nato pa bomo prešli k opisovanju izjem. Za obarvanje hidroksidov z NaOH veljajo te reakcije:



Splošno reakcijo sami napišite do konca!



Po tem modelu zapišemo reakcijo za vse tiste katione, ki z NaOH tvorijo netopne hidrokside. Dodajmo še nekaj o obarvanosti hidroksidov. Fe(OH)<sub>3</sub> je rjav, Cr(OH)<sub>3</sub> je od sivozelen do sivomoder, Ni(OH)<sub>2</sub> je zelenobel. Obarvanost hidroksidov, ki se na zraku spremenijo, kot tudi obarvanost drugih produktov, pa bomo opisovali sproti. Bi(OH)<sub>3</sub>, Zn(OH)<sub>2</sub>, Al(OH)<sub>3</sub>, Pb(OH)<sub>2</sub> in Mg(OH)<sub>2</sub> niso obarvani. Napišite reakcije za njihov nastanek!



Tabela 5. Napovedi izidov eksperimentov s skupinskimi reagenti

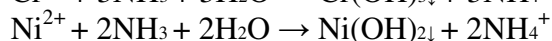
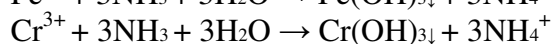
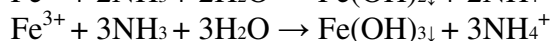
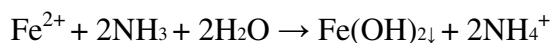


	NaOH	NH <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Fe <sup>2+</sup>					
Fe <sup>3+</sup>					
Co <sup>2+</sup>					
Cr <sup>3+</sup>					
Cu <sup>2+</sup>					
Ni <sup>2+</sup>					
Mn <sup>2+</sup>					
Hg <sup>2+</sup>					
Ag <sup>+</sup>					
Bi <sup>3+</sup>					
Zn <sup>2+</sup>					
Al <sup>3+</sup>					
Pb <sup>2+</sup>					
Ba <sup>2+</sup>					
Sr <sup>2+</sup>					
Ca <sup>2+</sup>					
Mg <sup>2+</sup>					
Li <sup>+</sup>					
Na <sup>+</sup>					
K <sup>+</sup>					
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>					

Z raztopino  $\text{NH}_3$  se prav tako kot z  $\text{NaOH}$  najpogosteje, izobori netopni hidroksidi, le reakcija je nekoliko drugačna. Napišite reakcijo  $\text{NH}_3$  z vodo!



Reakcije obarjanja pa so tele:



Splošno obliko enačbe dopišite sami:



Iz napisanih kemijskih enačb povsem logično sledi, da lahko prisotnost soli, ki vsebujejo  $\text{NH}_4^+$ , vpliva na kemijsko ravnotežje in reakcijo usmeri bolj v levo, s tem pa zmanjša ali povsem prepreči izoboritev hidroksidov. Znano pa je, da se v prisotnosti amonijevih soli oborine pogosto ne pojavijo pri  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  in  $\text{Mg}^{2+}$ .

Tako z  $\text{NaOH}$  kot tudi z  $\text{NH}_3$  nastanejo **pri nekaterih kationih oborine z drugačno sestavo**.

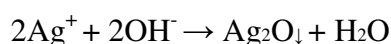
S primerom, ko se ob dodajanju hidroksida izobori oksid, ste se že seznanili, ko ste opazovali dogajanje pri dodajanju  $\text{NaOH}$  raztopini  $\text{HgSO}_4$ . Kakšna je bila v tem primeru izločena oborina? Napišite reakcijo!



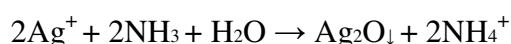
Pri manjših množinah hidroksida lahko s  $\text{Hg}^{2+}$  poteče tudi drugačna reakcija in nastane rdečerja oborina.

Z raztopino  $\text{NH}_3$  se iz raztopine  $\text{Hg}^{2+}$  izločijo bele oborine različne sestave. Tudi te soli kot večina živosrebrovih sublimirajo pri atmosferskem tlaku.

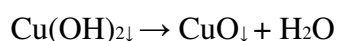
Podobno kot pri  $\text{Hg}^{2+}$  se s hidroksidom tudi iz raztopine, ki vsebuje  $\text{Ag}^+$ , izloči oksid, ki je rjavo obarvan, reakcija pa je taka:



V nasprotju s  $\text{Hg}^{2+}$  je tu zelo podobna tudi reakcija z  $\text{NH}_3$ :



Pri  $\text{Cu}^{2+}$  je reakcija z  $\text{NaOH}$  povsem vsakdanja, nastane svetlo moder  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ , ki pa ga lahko s segrevanjem spremenimo v črno obarvan oksid:

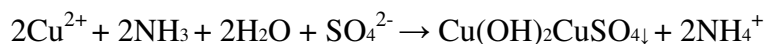




Sami dopišite reakcijo za nastanek  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  !



V nasprotju z NaOH pa pri  $\text{NH}_3$  potek reakcije ni tako vsakdanji. Namesto hidroksida se tu izobori svetlo modra bazična sol:



Podobno tvori tudi  $\text{Co}^{2+}$  z raztopino  $\text{NH}_3$  modro bazično sol:



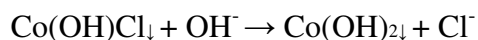
Potek reakcije z NaOH pa je pri  $\text{Co}^{2+}$  odvisen od koncentracije reagenta. Lahko nastane rožnato obarvan hidroksid ali pa modra bazična sol. Napišite reakcijo za nastanek  $\text{Co}(\text{OH})_2$  !



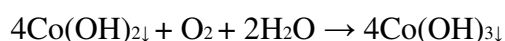
Ta reakcija poteče, če dodamo raztopini  $\text{Co}^{2+}$  raztopino NaOH s koncentracijo 0,1 mol/L. Z raztopino NaOH s koncentracijo 2 mol/L pa je potek drugačen:



Pri presežku hidroksida ali segrevanju naj bi se bazična sol pretvorila v hidroksid po enačbi:



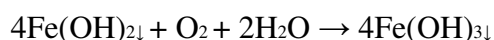
Ker pa presežek  $\text{OH}^-$  v prisotnosti kisika iz zraka spodbuja tudi oksidacijo  $\text{Co}(\text{OH})_2$  v bolj obstojni črni  $\text{Co}(\text{OH})_3$ , je lahko sprememba tako hitra, da vmesnega rožnato obarvanega produkta sploh ne opazimo, temveč se začne modro obarvana oborina takoj spreminjati v rjavo, ki vse bolj temni. Reakcija, ki opisuje oksidacijo, pa je taka:



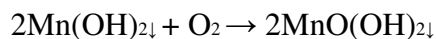
Pod vplivom kisika iz zraka pa se ne spremeni samo  $\text{Co}(\text{OH})_2$ , temveč tudi  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  in  $\text{Mn}(\text{OH})_2$ . Napišite reakciji za nastanek  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  z NaOH in z  $\text{NH}_3$  !



Produkt teh dveh reakcij je bel. Na zraku pa tega navadno ne opazimo, ker se takoj pojavi oborina, ki je umazano zelena. Gre namreč za pretvorbo  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  v rumenorjavi  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ . Poteka pa preko zelenega  $\text{Fe}_3(\text{OH})_8$  in črnega  $\text{Fe}_4(\text{OH})_{10}$ , ki oba vsebujeta tako dvo- kot trivalentno železo. Reakcija je taka:

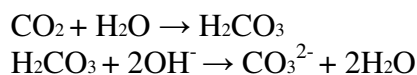


Tudi  $\text{Mn}(\text{OH})_2$ , ki nastane tako z NaOH kot z  $\text{NH}_3$ , je bel. Na zraku pa se pretvori v rjav  $\text{MnO}(\text{OH})_2$ :

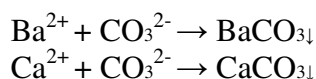


Zdaj, ko smo izločili tiste reakcije, ki imajo drugačen potek kot večina drugih, dodajmo še, da  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  in  $\text{NH}_4^+$  z  $\text{NaOH}$  in  $\text{NH}_3$  ne dajejo oborin, ker so njihovi hidroksidi v vodi dobro topni.

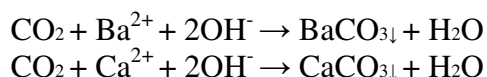
Treba pa je opozoriti, da lahko pri eksperimentih s prvimi tremi ioni le opazimo neko motnost, ki je resnično posledica izoboritve ustreznih karbonatov. Vzrok je v tem, da sam  $\text{NaOH}$ , če ga hranimo na zraku, vsebuje nekaj karbonata, ki je nastal zaradi  $\text{CO}_2$  iz zraka:



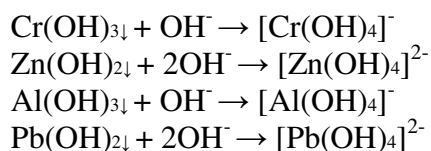
Podobno lahko tudi raztopina  $\text{NH}_3$ , če stoji dalj časa, vsebuje  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , zato sta pri obeh reagentih mogoči reakciji npr.:



Ne smemo pa pozabiti, da uporabljamo raztopino  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  in raztopino  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ravno za dokazovanje  $\text{CO}_2$ . Prav ti dve raztopini pa dobimo, če raztopini, ki vsebuje  $\text{Ba}^{2+}$  oz.  $\text{Ca}^{2+}$ , dodamo raztopino  $\text{NaOH}$ . Zato lahko zlasti pri burnejšem mešanju raztopin, tudi v primeru, ko sam  $\text{NaOH}$  ni vseboval karbonata, nastane rahla zamotnitev zaradi reakcij:



Že v začetku smo omenili, da se **nekateri oborine raztapljajo v presežku reagenta**. Tako se v presežku  $\text{NaOH}$  raztapljajo  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Zn}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  in  $\text{Pb}(\text{OH})_2$ . Vsi tvorijo tetrahidrokso komplekse, edini obarvan je  $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ , in sicer zeleno.



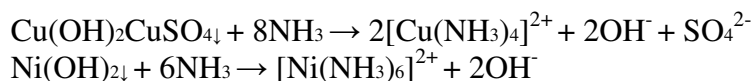
Še več oborin se topi v presežku  $\text{NH}_3$ . Kobaltov hidroksid klorid daje s presežkom reagenta rjav kompleks:



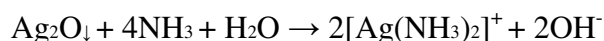
Ta se lahko na zraku pretvori v bolj obstojen češnjevo rdeč kompleks  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ .  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  se v presežku  $\text{NH}_3$  delno topi, pri čemer nastaja vijoličast heksammin kompleks. Napišite reakcijo!



Kompleksa, ki nastaneta pri raztapljanju  $\text{Cu}(\text{OH})_2\text{CuSO}_4$  in  $\text{Ni}(\text{OH})_2$ , sta enako modro obarvana, zato moramo biti pri identifikaciji teh dveh kationov previdni. Reakciji sta tile:



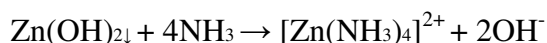
V presežku  $\text{NH}_3$  se topi tudi  $\text{Ag}_2\text{O}$ :



Kje ste že spoznali produkt, ki nastane pri tej reakciji, in kakšne so njegove lastnosti?

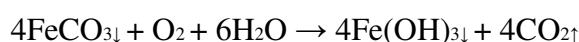


Kot zadnjo omenjamo oborino  $\text{Zn}(\text{OH})_2$ , ki se tudi raztaplja v presežku  $\text{NH}_3$ :



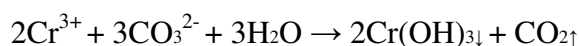
**Tretji skupinski reagent** je  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Pri večini kationov se iz raztopin izločijo karbonati. Teh reakcij ne bomo posebej obravnavali, poudarili bomo le nekatere izjeme.

Prva izjema je že  $\text{Fe}^{2+}$ . Če dodamo raztopini, ki vsebuje  $\text{Fe}^{2+}$ , raztopino  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , se sprva izloči beli  $\text{FeCO}_3$ , ki se na zraku postopno spremeni v hidroksid.

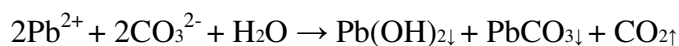


Na zraku potemni tudi sicer beli  $\text{MnCO}_3$ .

V nekaterih primerih se lahko ob dodatku  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  namesto karbonata izobori hidroksid. Taka je reakcija s  $\text{Cr}^{3+}$ :



S  $\text{Pb}^{2+}$  pa nastane zmes hidroksida in karbonata:



$\text{Co}^{2+}$  tvori z  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  rdečkaste bazične soli različne sestave. Kako  $\text{Ag}^+$  reagira z  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  in kaj se pri tem lahko dodatno zgodi, že veste. Sami zato opišite ta primer in napišite ustrezne reakcije!



**Naslednji reagent** je  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ . Večina reakcij s tem reagentom je podobnih; izobori se fosfat, pri reakciji pa se sprosti  $\text{H}^+$ . Kakšne so posledice tega in kako jih odpravimo?



Reakcijo  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  z  $\text{Ag}^+$  že poznate. Napišite jo! Kako je obarvan produkt, ki nastane?



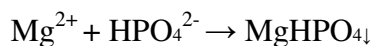
Poznate tudi reakcijo  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  z  $\text{Fe}^{3+}$ . Kako bi po analogiji s to reakcijo napisali reakciji za  $\text{Bi}^{3+}$  in  $\text{Al}^{3+}$ ?



Zelo podobni sta reakciji za  $Zn^{2+}$  in  $Pb^{2+}$ . Napišite ju!



Od vseh dozdej opisanih reakcij pa odstopata reakciji  $Ba^{2+}$  in  $Mg^{2+}$ , pri katerih nastane namesto fosfata hidrogenfosfat. Če pokažemo to na primeru  $Mg^{2+}$ , je reakcija taka:



**Reakcij s petim skupinskim reagentom** –  $Na_2SO_4$  ne bomo posebej navajali, saj jih napišemo zelo enostavno. S pomočjo tabele 2, ki ste jo uporabljali že v prejšnjem poglavju, sami predvidite, pri katerih kationih lahko sploh pričakujete nastanek oborin! Ugotovitve vpišite tudi v tabelo 5!



Pregled reakcij s skupinskimi reagenti smo končali. Vaša naloga je bila, da ste v tabelo 5 sproti vpisovali najpomembnejše podatke iz dozdajšnjega opisa, zlasti začetno obarvanost oborin in njihovo nadaljnje mogoče spreminjanje. Izpolnitev tabele 5 vam bo pomagala pri hitrejšem in učinkovitejšem eksperimentiranju, hkrati pa vas bo tudi varovala, da ne boste česa bistvenega spregledali. S skupinskimi reagenti eksperimentirajte tako, da boste eni kapljici raztopine, ki vsebuje neki kation, postopoma dodajali izbrani reagent. V primeru  $NaOH$  in  $NH_3$  eksperimentirajte najprej z raztopino reagenta s koncentracijo 0,1 mol/L, nato pa nadaljujte še z raztopino s koncentracijo 2 mol/L. Ne pozabite čez nekaj časa ponovno preveriti videz oborin ali raztopin! V tabeli 6 povzemite vse bistvene ugotovitve!

Tabela 6. Povzetek eksperimentalnih ugotovitev za prepoznavanje kationov s skupinskimi reagenti



	NaOH	$NH_3$	$Na_2CO_3$	$Na_2HPO_4$	$Na_2SO_4$
$Fe^{2+}$					
$Fe^{3+}$					
$Co^{2+}$					
$Cr^{3+}$					
$Cu^{2+}$					
$Ni^{2+}$					

Tabela 6. Povzetek eksperimentalnih ugotovitev za prepoznavanje kationov s skupinskimi reagenti (nadaljevanje)

	NaOH	NH <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Mn <sup>2+</sup>					
Hg <sup>2+</sup>					
Ag <sup>+</sup>					
Bi <sup>3+</sup>					
Zn <sup>2+</sup>					
Al <sup>3+</sup>					
Pb <sup>2+</sup>					
Ba <sup>2+</sup>					
Sr <sup>2+</sup>					
Ca <sup>2+</sup>					
Mg <sup>2+</sup>					
Li <sup>+</sup>					
Na <sup>+</sup>					
K <sup>+</sup>					
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>					

## 10.2 Drugi, bolj specifični dokazi nekaterih kationov

### 10.2-1/7 Dokazi z raztopino HCl koncentracije 2 mol/L

S pomočjo tabele 2 presodite, kateri preiskovani kationi bi s HCl lahko tvorili oborine!

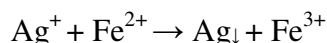


Napovedi preverite eksperimentalno!



### 10.2-2/7 Dodatni dokaz za Ag<sup>+</sup>

Eni kapljici raztopine, ki vsebuje Ag<sup>+</sup>, dodajte tri kapljice raztopine FeSO<sub>4</sub>. Spremembo je mogoče opaziti šele po daljšem času, čez približno 10 minut. Poteče pa reakcija:

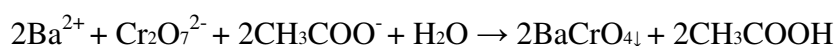


Kakšne vrste reakcija je potekla? Kako bi z uporabo dodatnega reagenta dokaz še podkrepili?



### 10.2-3/7 Dodatni dokaz za Ba<sup>2+</sup>

V vrsti ionov Mg<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup> in Ba<sup>2+</sup>, ki sicer reagirajo podobno, daje v prisotnosti acetata oborino z dikromatom edino Ba<sup>2+</sup>. Pri tem poteče reakcija:



Sami poiščite pogoje za ta dokaz!



### 10.2-4/7 Dodatni dokaz za Hg<sup>2+</sup>

Raztopine, ki jo boste dobili na koncu tega eksperimenta, ne zavržite! Uporabili jo boste za dokaz NH<sub>3</sub>. Eni kapljici raztopine, ki vsebuje Hg<sup>2+</sup>, dodajte po kapljicah raztopino I. Pri tem sprva nastane intenzivno rdečeoranžno obarvana oborina HgI<sub>2</sub>, ki se v presežku reagenta raztopi. Nastane brezbarven kompleks [HgI<sub>4</sub>]<sup>2-</sup>.

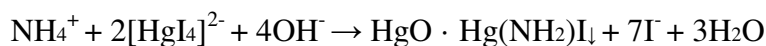


Napišite obe reakciji! V zvezi s čim ste že srečali ti dve reakciji?



### 10.2-5/7 Dokazi za NH<sub>4</sub><sup>+</sup>

Raztopina kompleksa [HgI<sub>4</sub>]<sup>2-</sup>, ki ste ga dobili pri prejšnjem eksperimentu, je, če ji dodamo še močno bazo, splošno poznani reagent za NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. Imenuje se Nesslerjev reagent. Eni kapljici raztopine, ki vsebuje NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, dodajte kapljico raztopine kompleksa [HgI<sub>4</sub>]<sup>2-</sup> in nato, kapljico raztopine NaOH s koncentracijo 2 mol/L. Nastanek oranžnorjave oborine ali pa oranžnorjavo obarvanje raztopine dokazuje prisotnost NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. Reakcija pa je taka:



NH<sub>4</sub><sup>+</sup> lahko dokažemo podobno, kot smo v prejšnji enoti dokazovali nitrat, le da je tu postopek enostavnejši, saj dodamo preiskovani raztopini samo raztopino NaOH in opazujemo, ali se obarvanost indikatorja spremeni zaradi sproščenega NH<sub>3</sub>.



### 10.2-6/7 Dodatni dokazi za Cu<sup>2+</sup>

Prvi dokaz je zelo enostaven. Na listič aluminijske folije kanemo kapljico raztopine Cu<sup>2+</sup>. Po daljšem času opazimo v njej elementarni baker. Dokaz lepše in hitreje poteče, če poprej aluminijsko folijo na mestu, na katero bomo kasneje kanili raztopino Cu<sup>2+</sup>, očistimo z nekaj kapljicami raztopine HCl s koncentracijo 2 mol/L.



Drugi dokaz temelji na tako imenovani katalitični reakciji. Že zelo majhne količine Cu<sup>2+</sup> znatno pospešijo vam že znano reakcijo med Fe<sup>3+</sup> in S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>. Dokaz naredimo na reakcijski ploščici. V dve vdolbini damo po eno kapljico raztopine Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> in jima dodamo po tri kapljice raztopine tiosulfata. V prvo vdolbino nato dodamo še raztopino, ki vsebuje Cu<sup>2+</sup>. Kaj opazite?



### 10.2-7/7 Dodatni dokazi za Bi<sup>3+</sup>

Bi<sup>3+</sup> lahko dokažemo tudi s tiosečnino. Preverite, kakšen je izid te reakcije!



Drugi mogoči dokaz temelji na reakciji z I<sub>2</sub>, ko nastane črna oborina BiI<sub>3</sub> oz. ob presežku reagenta oranžni [BiI<sub>4</sub>]. Preizkusite in napišite reakciji!



### 10.3 Obarvanje plamena zaradi termičnega vzburjanja atomov

Pri eksperimentih ste ugotovili, da nekateri kationi ne reagirajo z nobenim od skupinskih reagentov. Za katere katione je bilo to značilno?

R

Za katere od teh kationov tudi niste spoznali nobenih drugih, bolj specifičnih kemijskih dokazov?

R

Nedvoumna identifikacija teh kationov je vendar le mogoča, saj se ob prisotnosti nekaterih elementov plamen specifično obarva. Obarvanje je zlato rumeno ob prisotnosti natrija, vijoličasto ob prisotnosti kalija, karminasto rdeče ob prisotnosti litija, opečnato rdeče ob prisotnosti kalcija, temno rdeče ob prisotnosti stroncija in rumenozeleno ob prisotnosti barija. Pozorno opazujte obarvanja plamena v posameznih primerih! Obarvanosti čim natančneje opišite in si jih čim bolj vtisnite v spomin, ker boste pri praktičnem preizkusu znanja lahko nekatere ione prepoznali samo na ta način!



#### VPRAŠANJA

1. Kaj lahko o prisotnosti posameznih kationov in anionov pove že obarvanost raztopin?
2. Kateri kationi ne dajejo oborin z nobenim od skupinskih reagentov? Kako jih lahko le dokažemo in med seboj razlikujemo?
3. Kateri kationi sicer dajejo s skupinskimi reagenti oborine, a te niso obarvane?
4. Za  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$  in  $\text{Ag}^+$  napišite, kako so obarvani produkti, ki nastanejo s skupinskimi reagenti!
5. Za  $\text{Cu}^{2+}$  napišite vse reakcije, ki lahko potečejo ob dodajanju NaOH oz.  $\text{NH}_3$ . Upoštevajte tudi presežke reagentov! Opišite obarvanost vseh produktov teh reakcij!
6. Za  $\text{Co}^{2+}$  napišite vse reakcije, ki lahko potečejo ob dodajanju NaOH oz.  $\text{NH}_3$ . Upoštevajte tudi presežke reagentov! Opišite obarvanost vseh produktov teh reakcij!
7. Pri katerih kationih nastane z NaOH ali  $\text{NH}_3$  oksid? Napišite kemijske reakcije in pripišite, kakšna je obarvanost produktov!



8. Pri katerih reakcijah lahko CO<sub>2</sub> iz zraka moti, ker spremeni pričakovani potek reakcij? Katera dva vzroka to pojasnjujeta? Za enega od kationov napišite tudi reakcije, ki to dokazujejo! Ali ste moteči vpliv zaznali pri eksperimentiranju in, če ste ga, kako se je odražal po videzu preiskovanih raztopin?
9. Kateri hidroksidi na zraku oksidirajo? Kako so obarvani v začetku? Kakšne so kemijske formule spojin, ki nastanejo pri oksidaciji in kako so te spojine obarvane? Pripisite, ali nastanejo prvotni hidroksidi z NaOH ali z NH<sub>3</sub> ali z obema!
10. Pri katerih kationih se oborine, ki nastanejo z NaOH, topijo v presežku reagenta? Napišite kemijske formule oborin in kompleksnih spojin ter opišite njihovo obarvanost! Za en dvovalentni in za en trivalentni kation napišite reakcijo za raztapljanje oborine v presežku reagenta!
11. V presežku reagenta se topijo tudi nekatere oborine, ki nastanejo z NH<sub>3</sub>. Za vse te primere napišite reakcije raztapljanja oborin v presežku NH<sub>3</sub> in opišite obarvanost oborin in kompleksnih spojin!
12. Kateri kationi tvorijo amin in hidroksi komplekse, ki imajo koordinativno število štiri, kateri dve in kateri šest?
13. Kateri kompleks, ki nastane ob presežku enega od skupinskih reagentov, se lahko s kisikom iz zraka oksidira in kako se pri tem spremeni obarvanost? Napišite kemijski formuli kompleksov in pripisite, v katerem oksidacijskem stanju je kobalt v prvem in v katerem v drugem kompleksu!
14. S skupinskim reagentom Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> nastanejo z večino kationov karbonati. Pri katerih kationih nastanejo drugačni produkti? Kako so obarvani? Napišite poznane reakcije!
15. Kateri karbonati se po nastanku spremenijo? Napišite reakcije in opišite obarvanost prvotnih in kasneje nastalih oborin!
16. Reakcije večine kationov s skupinskim reagentom Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> se razlikujejo od reakcije za Mg<sup>2+</sup>? V čem je razlika? Napišite reakcijo Mg<sup>2+</sup> s tem skupinskim reagentom! Za enovalentni, dvovalentni in trivalentni kation napišite vsaj po en primer reakcije, ki poteka drugače kot reakcija z Mg<sup>2+</sup>!
17. Katera dva dokaza kationov temeljita na izločitvi elementarne kovine?
18. Kateri dokaz temelji na katalizi in kako se to praktično odraža?
19. Kaj je Nesslerjev reagent in kateri ion lahko z njim dokažemo? Napišite reakcijo za ta dokaz!
20. Katera dva kationa dajeta z raztopino HCl oborini?
21. Pri katerih kationih je ob dodajanju Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nastala oborina?
22. S katerim reagentom zanesljivo razlikujemo Ba<sup>2+</sup> od Sr<sup>2+</sup> in Ca<sup>2+</sup>? Napišite reakcijo!

## PROBLEMI

1. Iz preiskovane raztopine se je ob dodatku vsakega od petih skupinskih reagentov pojavila bela oborina! Za katere katione je to značilno? S katerimi dodatnimi dokazi bi lahko ugotovili, kateri kation je resnično prisoten? Razložite!
2. Na voljo imate skupinske reagente NaOH, NH<sub>3</sub> in Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. S katerimi bi najzanesljivejše ugotovili, ali je v preiskovani raztopini Mn<sup>2+</sup> ali Ag<sup>+</sup>? Razložite in napišite vse štiri reakcije, povezane z uporabo tega reagenta! S tem mislimo na reakcije nastanka prvotnega in kasnejšega produkta pri Ag<sup>+</sup> in Mn<sup>2+</sup>.
3. Kako bi lahko že samo z dvema skupinskima reagentoma razlikovali med Zn<sup>2+</sup> in Al<sup>3+</sup>? Katera reagenta bi izbrali? Utemeljite in napišite reakcije!
4. Uporabili ste tako koncentrirano raztopino NH<sub>3</sub>, da tudi v začetku ni nastala oborina, temveč se je raztopina takoj obarvala modro. Na katere ione bi pomislili? Za vsakega od njih navedite čimveč dodatnih dokazov, ki bi omogočili razlikovanje!

## 11. KVALITATIVNA ANALIZA RAZLIČNIH VZORCEV SOLI

Z dozdajšnjim eksperimentiranjem ste se pripravljali in usposabljali za to, kar je pomembno in čemur kvalitativna analiza v resnici rabi, to je ugotavljanju kemijske sestave različnih vzorcev. V vsem tem času ste pridobili precej eksperimentalnih izkušenj in prav vse boste lahko koristno uporabili.

Dobili boste pet epruвет z vzorci. V vsaki epruветi bo ena sama sol, sestavljena iz enega kationa in enega aniona. Za vsak vzorec bo treba ugotoviti, kateri anion in kateri kation vsebuje. Na voljo boste imeli vse, kar ste imeli do zdaj. Vzorci, ki jih boste dobili, pa ne bodo samo raztopine, kot ste bili vajeni, temveč tudi trdne snovi.

Ker se z analizo seznanjate prvič, vas bomo opozorili na osnovna pravila, ki jih moramo pri tem delu upoštevati, da ne zaidemo v težave.

Pri analiznem delu pazimo, da **porabimo čim manj vzorca** in ga, če je le mogoče, zadostno količino shranimo za morebitno kasnejše preverjanje. Z vsakim vzorcem moramo ravnati zelo pazljivo, da ga v nobenem primeru **ne spremenimo ali kontaminiramo**. Zato osnovnega vzorca **nikoli v celoti ne raztopimo ali razredčimo**, za raztapljanje in razredčevanje ga vselej le del prenesemo v drugo posodo, in to, če je le mogoče, tako **da v osnovni vzorec s priborom sploh ne segamo**, temveč vzorec **odlijemo ali odtresemo**. S takim ravnanjem se izognemo kontaminaciji vzorca in tudi temu, da bi bile morebitne napake pri raztapljanju ali redčenju nepopravljive in bi tako analize sploh ne mogli opraviti.

Tekoči vzorci bodo za vašo analizo pripravljene tako, da bodo koncentracije ionov primerne za takojšnje eksperimentiranje in nadaljnje razredčevanje ne bo potrebno, trdne vzorce pa boste morali najprej raztopiti in primerno razredčiti. Tisti, ki še nimajo analiznih izkušenj, pogosto v strahu, da sestavin zaradi prenizkih koncentracij ne bi zaznali, pripravijo preveč koncentrirane raztopine vzorcev. S tem dosežejo učinek, ki je ravno nasproten od želenega. Najustreznejše redčenje je navadno mogoče doseči šele po nekaj začetnih eksperimentih. Primerno izhodišče pa je en volumski del trdne snovi in dvajset volumskih delov prečiščene vode. Ker je **mešanje v epruветi že izrazito oteženo, če sega tekočina čez polovico**, moramo paziti, da v začetku ne damo v epruветo preveč trdnega vzorca.

Pomembno pravilo je tudi, da se **nikoli ne zadovoljimo z enkratnim dokazom**, temveč vsak dokaz vsaj enkrat ponovimo. S tem zmanjšamo nevarnost, da bi zaradi morebitne kontaminacije ali uporabe ne povsem čistega pribora napačno sklepali, da je v vzorcu prisotna sestavina, ki je tam v resnici ni. Pri ponavljanju eksperimentov je koristno ponoviti ves postopek, tudi raztapljanje in redčenje vzorca.

Ker bodo vzorci, ki jih boste sami raztopili in razredčili, lahko vsebovali ione v drugačnih koncentracijah, kot ste jih bili vajeni dozdej, pazite, da ne boste prezgodaj prenehali dodajati reagent. Ne pozabite tudi, da vse reakcije ne potečejo v trenutku!

Pri eksperimentiranju je včasih utemeljeno spremeniti **razmerje med reagentom in preiskovano raztopino**. Večino poskusov s skupinskimi reagenti ste opravili tako, da ste eni kapljici preiskovane raztopine postopoma dodali več kapljic reagenta. Ta način je povsem primeren za katione, kar vidimo že iz kemijskih formul produktov, ki nastanejo. Tako je že takoj očitno, da je pri nastanku  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  ali  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  za reakcijo s kationom potrebna nekajkrat večja množina reagenta. Pri nekaterih anionih pa lahko enak način dela ravno zabriše dokaz. Če bomo raztopini  $\text{F}^-$  dodali presežek  $\text{FeCl}_3$ , lahko sploh ne bomo zaznali niti

rahlega razbarvanja raztopine  $\text{Fe}^{3+}$ , saj je za nastanek brezbarvnega kompleksa  $[\text{FeF}_6]^{3-}$  potreben presežek fluoridnih ionov. Če pa bomo več kapljicam preiskovane raztopine dodali eno samo kapljico reagenta, bo razbarvanje reagenta povsem očitno. Podobno je tudi pri dokazovanju acetata s  $\text{Fe}^{3+}$ , ko v zadostni meri nastane značilno obarvan produkt  $[\text{Fe}_3(\text{OH})_2(\text{CH}_3\text{COO})_6]^+ \text{le}$ , če je acetata dovolj.

Da boste pri analiziranju vzorcev čimbolj uspešni, je pomembno, da si že vnaprej pripravite ustrezno analizno strategijo. V vsakem primeru bo najracionalneje začeti dokazovanje s skupinskimi reagenti. Na tej osnovi se boste orientirali, v kateri smeri iskati naprej. Presodite vse možnosti za dokazovanje kationov in anionov ter za vsak posamezen ion vnaprej izberite tiste dokaze, ki se vam zdijo še posebno značilni in zanesljivi. Če kation z nobenim skupinskim reagentom ne bo reagiral, ne pozabite pred odločitvijo za plamensko reakcijo preveriti, če ne gre nemara za  $\text{NH}_4^+$ . Za vzorce, pri katerih boste sklepali, da vsebujejo  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  ali  $\text{Ba}^{2+}$ , boste lahko preverili, kako te raztopine obarvajo plamen. Raztopine vzorcev, ki jih boste tako preiskovali, bodo morale biti popolnoma bistre, v epruvete pa jih nalijte približno pol centimetra visoko, da jih bo mogoče ob plamenskem spektrometru še nakisati z raztopino HCl in primerno razredčiti.

Razložimo še, v kakšni obliki boste podali rezultate analiz. Poleg vaših osnovnih podatkov in oznak vzorcev, ki jih boste našli pod svojo zaporedno številko in dodatno črkovno oznako (A, B, C, D, E), boste navedli vse glavne ugotovitve analize, ki utemeljujejo končni rezultat. Za vsak vzorec boste navedli: opis vzorca, za neobarvane tudi pH vzorca, poleg tega dokaze za anione, dokaze za katione in končni rezultat. Pri dokazih za anione oz. katione boste najprej napisali rezultate reakcij s skupinskimi reagenti, nato pa tudi tiste, pri katerih reakcija ni potekla. Nazadnje boste navedli bolj specifične dokaze. Kjer takih dokazov ni, izidi reakcij s skupinskimi reagenti pa niso tako specifični, da bi bilo že takoj očitno, katera sestavina je v vzorcu, si včasih lahko dodatno pomagata s specifičnimi dokazi za ion, ki s skupinskimi reagenti reagira podobno. Če reakcije ne potečejo, je to dodatna potrditev, da je res prisoten ion, za katerega nimate bolj specifičnih dokazov. Po končanem dokazovanju napišite za vsak dokazani kation ali anion po eno značilno dokazno reakcijo in ne pozabite urediti kemijske enačbe! Zaradi nazornosti si oglejte en primer opisa analize, ki kaže, kakšno naj bo vaše poročilo o opravljeni analizi.

## VZOREC: 15 A

### 1. Opis vzorca

Bistra brezbarvna raztopina.

### 2. pH vzorca (samo za vzorce, katerih raztopine niso obarvane)

Rahlo kislo pH 5 do 6.

### 3. Anioni

1 ♣ vz. + 1 ♣  $\text{FeCl}_3 \Rightarrow$  zelo int. vijoličasto, skoraj črno

- » - + 3 ♣  $\text{BaCl}_2 \Rightarrow$  /

- » - + 3 ♣  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \Rightarrow$  /

- » - + 3 ♣  $\text{AgNO}_3 \Rightarrow$  bela puhasta oborina

+ 7 ♣  $\text{HNO}_3 \Rightarrow$  manj, a ne izgine

(Salicilat ?)

1♣ vz. + 1♣ FeCl<sub>3</sub> + 4♣ HCl (2 mol/L) ⇨ intenziv. vijol. raztopina se razbarva v rahlo rumeno

Reakcija: /

Salicilat

#### 4.Kationi

1♣ vz. + 3♣ kap. NaOH (0,1 mol/L) ⇨ /  
+ 4♣ NaOH (2 mol/L) ⇨ / (vonj po NH<sub>3</sub> ?)

1♣ vz. + 3♣ NH<sub>3</sub> (0,1 mol/L) ⇨ /  
+ 4♣ NH<sub>3</sub> (2 mol/L) ⇨ /

1♣ vz. + 4♣ Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ⇨ /  
- » - + 2♣ Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> ⇨ /

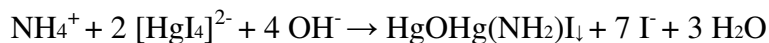
- » - + 3♣ Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ⇨ /

(lahko je amonij, litij, natrij ali kalij)

1♣ vz. + 1♣ [HgI<sub>4</sub>]<sup>2-</sup> + 1♣ NaOH (2 mol/L) ⇨ rumenorjava oborina

V epruveti 3♣ vz. + 3♣ NaOH (2 mol/L) ⇨ indikator B (v kapalki) iz rumene v modro

Reakcija:



NH<sub>4</sub><sup>+</sup>

#### 5.Rezultat

amonijev salicilat

### VPRAŠANJA

1. Kako v analizni kemiji ravnamo z vzorcem, česa ne smemo narediti in zakaj?
2. Kako pravilno pripravimo raztopino vzorca za kvalitativno analizo?
3. Kaj vse lahko pri analizi pomaga, da se čimbolj približamo, pravilni končni določitvi?
4. Kaj vse zajamemo v poročilu o analizi?