

تجزیه و شناسائی آنیونها بر طبق روش نیمه میگرد

نوشته :

حسین زادمرد نورالدین حبیبی
استاد دانشکده فنی استاد پایار دانشکده فنی
اصغر بدیع زادگان دیپرداشکده فنی

روش تجزیه و شناسائی آنیونها باندازه روش تجزیه کیفی کاتیونها متنوع نبوده و معمولاً طبق روش ماکرو اجرا میگردد و تعداد آنیونها ایکه بوسیله آنها شناخته میشوند محدود و دقت آنها نیز چندان رضایت بخش نیست.

آزمایشگاه شیمی تجزیه دانشکده فنی پس از چند سال تجربه، روش تجزیه کیفی ماکرو آنیونها A.A. Noges را مناسب برای تعلیمات عملی دانشجویان تشخیص داده و مدتی طبق آن عمل نمود و تجربه نیز مفید و مناسب بودن آنرا از لحاظ تعلیماتی تأیید نمود.

باتوجه به تجربه ایکه این آزمایشگاه در مورد تجزیه نیمه میکروی کاتیونها بسته آورده بود تصمیم گرفت که روش تجزیه کیفی ماکروی آنیونها A.A. Noges را طبق مقد نیمه میکرو انجام دهد. لازمه این امر این بود که ابتداء در انتخاب معرفه ایکه برای شناسائی آنیونها بکار برد میشد بررسی دقیقی صورت گیرد تا نسبت به آن سری از معرفه ایکه در روش ماکرو مفید بودند ولی حساسیت آنها برای روش نیمه میکرو غیر کافی بنظر می رسیدند تجدیدنظر شده و بوسیله معرفه ای مناسب تری جانشین گردند. و این امر خوشبختانه پس از مدتی تجربه و آزمایش صورت گفت و در نتیجه اجرای آن در سال جاری امکان پذیر گردید و این آزمایشگاه توانست که این روش را در سال تحصیلی جاری (۱۳۴۸-۴۹) در برنامه تعلیمات شیمی تجزیه رشته های مهندس شیمی و بعدن دانشکده فنی اجرا نماید. نتایجی که از این عمل بدست آمد چه از نظر سرعت کار مصرف کم مواد شیمیائی - نظافت محیط کار دانشجو و ارزش تعلیماتی آن کاملاً رضایت بخش بود ازین و صلاح

دانست که برای استفاده علاوه‌نمک آنرا در نشریه دانشکده فنی باطلاع همگانی برساند.

وسایل لازم برای تجزیه نیمه‌میکروی کیفی آنیونها:

۱- لوله آزمایش نیمه‌میکرو ۰.۷ میلی‌لیتری (شکل ۱)

۲- قیف نیمه‌میکرو مخصوص صاف‌نمودن (شکل ۲)

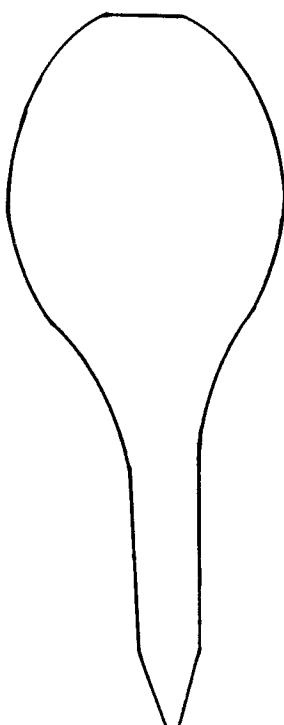
۳- حباب لاستیکی برای تسریع در صاف‌کردن محلول (شکل ۳)

برای جدا کردن رسوب از محلول ممکن است از سانتریفیوژ استفاده نمود. در اینصورت وجود قطره چکانیکه بتواند بر احتیاطی محلول روی رسوب را خارج نماید لازم می‌باشد.

۴- بشر ۰.۵ میلی‌لیتری

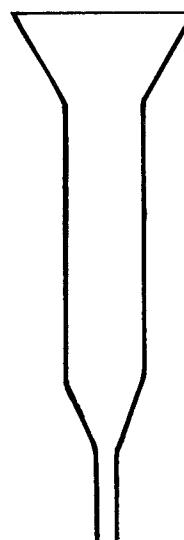
۵- اسپاتول نیمه‌میکرو برای استفاده از معرفهای جامد

۶- بن‌ماری که معمولاً از یک بشر ۰.۲۵ میلی‌لیتری که در داخل آن آب قرار دارد استفاده می‌کنند.



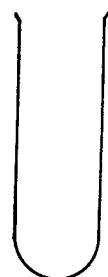
(شکل ۳)

حباب لاستیکی برای تسریع در صاف
کردن رسوب



(شکل ۲)

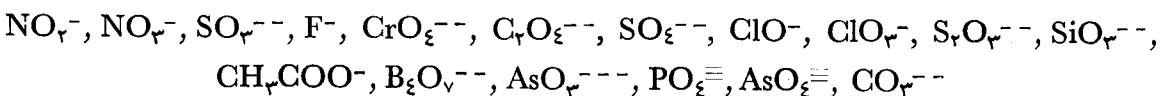
لوله آزمایش نیمه‌میکرو
۰.۷ میلی‌لیتر
قیف نیمه‌میکرو مخصوص صاف
کردن رسوب



(شکل ۱)

در این روش آنیونهای S^- , Cl^- , Br^- , I^- , CN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ را با این روش شناسایی آنیونها

در این روش آنیونهای S^- , Cl^- , Br^- , I^- , CN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ را با این روش شناسایی آنیونها



شناخته میشوند.

برای تجزیه و شناسائی مخلوط کلیه آنیومهای موجود در یک جسم جامد یکدهم گرم (۱/۰ گرم) از نمونه مورد نظر را بصورت پودر نرم درآورده و در یک کپسول کوچک چینی با ه میلی لیتر محلول کربنات سدیم نرمال خوب مخلوط کرده درب کپسول را با یک شیشه ساعت پوشانیده و بملایمت حرارت میدهند تا فعل و انفعال کامل گردد. درنتیجه کلیه فلزات باستثنای فلزات دسته قلیائی بصورت کربنات رسوب میکنند و آنیومهای موجود در نمونه مورد آزمایش بصورت ملح سدیم محلول میگردند. محلول را صاف کرده و رسوب را برای مرتبه دوم با ه میلی لیتر محلول کربنات سدیم سه نرمال مانند دفعه قبل حرارت داده صاف مینمایند و محلول صاف شده را به محلول اولی اضافه میکنند. در این فعل و انفعال سولفور جیوه در رسوب باقی میماند که با استی در آن آزمایش ایون S^- بشود.

همچنین ایون کربنات (CO_3^{2-}) را باید در جسم اولیه شناخت.

ذیلاً چگونگی شناسائی هریک از آنها بیان میگردد.

تجزیه و شناسائی آنیونهای:



آزمایش ایون S^- : S^- قطره از محلول بدست آمده در بالا را در لوله آزمایشی نیمه میکرو ریخته و بآن S^- قطره آب مقطر و یک قطره استاب سرب افزوده و محاول را خوب بهم میزنند تشكیل رسوب سیاه و یاخا کسترنی دال بروجود ایون S^{2-} میباشد در صورت تشكیل رسوب سیاه یک قطره دیگر استات سرب اضافه کرده و سپس صاف مینمایند: در صورتیکه رسوب سفید تشكیل شد مربوط به کربنات بازیک سرب است و دلیل بر نبودن سولفور در محلول میباشد آنرا صاف کرده دور میاندازند.

آزمایش یونهای فرو و فری سیانور و سیانور: به محلول صاف شده از رسوب گیری سولفور قطره اسید استیک H_2SO_4 نرمال میافزایند و بهم میزنند تمام محلول در مقابل کاغذ تورنسل اسیدی شود و ه الی $6\text{--}7$ قطره اسید استیک اضافه بر لیزوم ریخته مجموعه را تاجوش حرارت داده و در صورتیکه رسوبی تشكیل شد آنرا صاف مینمایند. بر روی محلول صاف شده ه قطره استات نیکل نرمال افزوده مجموعه را تا چند دقیقه در بن ماری قرار میدهند. رسوبی که در اینجا بدست میآید عبارتست از: $\text{Ni}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ سبزرنگ $\text{Ni}(\text{CN})_2$ سبزروشن - قهوهای مایل بزرد - رسوب بدست آمده را صاف مینمایند.

نحوه صاف کردن بدین طریق انجام میگیرد که مقدار کمی پنبه تمیز را بکمک یک بهم زن نیمه میکرو در ته قیف صافی نیمه میکرو آورده و سپس محلول مورد نظر را داخل آن ریخته و بکمک حباب لاستیکی

برروی محلول بملایمت فشار وارد می‌آورند. محلول صاف شده وارد یک لوله آزمایشی نیمه میکرو میگردد و رسوب روی پنبه صافی باقی میماند.

رسوبهای صاف شده را با کمی آب مقطر شسته و محلول صاف شده را برای آزمایش دسته کلوروبکار میبرند.

برروی رسوبهای بدست آمده مذکور در بالا، ۱ قطره آمونیاک ۴ نرمال افزوده و بیگذارند بملایمت از صافی عبور نماید و سپس پنبه را با مختصری آب مقطر شسته ووارد محلول مینهایند. سپس هالی ۶ قطره AgNO_3 ۱٪ و دو قطره سولفیت سدیم نرمال (Na_2SO_3) میافزایند تشکیل رسوب سفید $[\text{Ag}(\text{Fe}(\text{CN})_6)]$ دال بروجود آنیونهای فروسیانور و فرسیانور و یا یکی از آنها میباشد. رسوب را صاف کرده و روی رسوب در روی پنبه صافی ۲ قطره HCl نرمال و ۳ قطره محلول نیترات فریک اضافه مینهایند آبی شدن رسوب دال بروجود هردو و یا یکی از این دو آنیون است.

به محلول صاف شده از رسوب $[\text{Ag}(\text{Fe}(\text{CN})_6)]$ یک قطره فنل فتالیئن و سپس قطره قطره اسید نیتریک نرمال میافزایند تا بیرنگ شود. و دو قطره اسید نیتریک دیگر نیز بآن اضافه مینهایند. رسوب سفید رنگ $[\text{Ag}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$ حاصل را صاف کرده و با چند قطره آب مقطر میشویند و محلول صاف شده را دور میریزند.

پنبه صافی محتوی رسوب را درون بشرکوچک آورده بآن ۲ تا ۳ قطره سولفور آمونیم نرمال افزوده و آنرا بوسیله یک میله شیشه‌ای بهم میزنند و تانزدیک خشک حرارت میدهند. سپس آنرا صاف کرده پنبه و رسوب را ابتدا با یک قطره سولفور آمونیم و سپس با چند قطره آب مقطر شسته و مجموعه را با فشار داخل بشر کوچک مینهایند و رسوب سیاه رنگ Ag_2S را دور میاندازند. به محلول سه قطره اسید کلرئید ریک ۴ نرمال اضافه کرده حرارت داده صاف مینهایند بر روی محلول صاف شده ۴ قطره نیترات فریک اضافه میکنند تشکیل رنگ قرمز خونی مربوط به سولفوسیانور آهن میباشد که از ترکیب سیانور با سولفور آمونیم نتیجه شده است.

برای شناسائی فروسیانور از فرسیانور بر روی ه قطره از محلول اولیه مورد آزمایش ۴ قطره نیترات فریک نرمال اضافه میکنند تشکیل رسوب آبی رنگ دال بروجود آنیون فروسیانور است. حال رسوب را صاف کرده و در محلول صاف شده یک قطره محلول سولفات فرو میافزایند رسوب آبی مربوط به آنیون فرسیانور است.

(جدول شماره ۱) خلاصه عملیات انجام شده در بالا را نشان میدهد.

جدول شماره ۱ - جدا کردن دسته سیانور از دسته اصلی کلرور و شناسائی آنها

بر روی ۸ قطره محلول آزمایش یک قطره استab سرب میافزا نیم و صاف مینماییم		
محلول صاف شده: چند قطره اسید استیک افزوده و کمی حرارت داده سپس استات نیکل میافزا یند و صاف مینمایند	رسوب: سیاه یا خاکستری دال بروجود آنیون $-S^-$ در محلول است	
محلول صاف شده: با آن اسید نیتریک و نیترات نقره میافزا یند	Ni ₂ [Fe(CN) ₆] ₂ رسوب : سبز روشن [Ni(Fe(CN) ₆) ₂] ₂ قهوه ای Ni(CN) ₂ میبز	
محلول صاف شده: ClO^- , ClO_3^- طبق دستور عمل مینمایند	رسوب: AgCNS سفید AgI زرد AgBr سفید زرد طبق جدول مربوطه عمل مینمایند	رسوب: طبق جدول شماره ۲ آزمایش مینمایند

جدول شماره ۲ - جدا کردن و شناسائی دسته سیانور از دسته اصلی کلرور

بر روی رسوب ملح نیکل آمونیاک میافزا یند تا حل گردد محلول حاصل ممکن است شامل ملح آمونیم $[\text{NH}_3]^+$, $[\text{Ag}^+]$, $[\text{NO}_3^-]$ باشد با آن AgNO_3 و سولفیت اضافه کرده و صاف مینمایند.		
محلول صاف شده: ممکن است شامل $[\text{Ag}(\text{CN})_2^-]$ باشد با آن اسید نیتریک میافزا یند تا اسیدی شود و در صورت تشکیل رسوب صاف مینمایند.	Ni ²⁺ , $[\text{Ag}(\text{CN})_2^-]$ رسوب : سفید $[\text{Ag}(\text{CN})_2^-]$ رنگ است با آن HCl , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ میافزا یند. رسوب آبی پروس توا با رسوب سفید AgCl دلیل بر وجود ایونهای فری سیانور $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ و یا فرو سیانور $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ در محلول اولیه است.	
محلول صاف شده: شامل نیترات نیکل - نیترات نقره و نیترات آمونیم است که دور ریخته میشود	رسوب: $[\text{Ag}(\text{CN})_2^-]$ سفید رنگ است با آن سولفور آمونیم افزوده و حرارت داده سپس صاف میکنند.	
محلول صاف شده: نیکل - نیترات نقره و نیترات آمونیم است که دور ریخته میشود	Mn ²⁺ CNS محلول صاف شده: فریک اضافه میکنند رنگ قرمز خونی وجود ایون CN^- را مدلل میسازد.	رسوب: $[\text{Ag}_2\text{S}]$ سیاه دورانداخته میشود.

آزمایش آنیونهای ClO^- , ClO_3^- , Cl^- , Br^- , I^- , CNS^-

به محلول حاصل از رسوب گیری ملح نیکل ۴-ه قطره اسید نیتریک ۶ نرمال افزوده و محلول را تانصف تبخیر مینمایند و سپس آنقدر AgNO_3 میافزا یند که دیگر رسوبی تشکیل نشود (ه قطره کافیست) رسوب سفید مربوط به آنیونهای سولفوسیانور و کلرور و رسوب زرد مربوط به یدور و برمور نقره میباشد . در صورت تشکیل رسوب آنرا صاف کرده و رسوب را مطابق آنچه ذیلاً بیان میشود آزمایش مینمایند.

آزمایش کلرات و هیپوکلریت

برروی محلول صاف شده یکقطره نیتریت پتابسیم غلیظ افزوده و مجموعه را درین ماری حرارت میدهند درصورت تشکیل رسوب سفیدرنگ و پنیری شکل AgCl آنرا صاف کرده و پس از شستشو با مختصری آب محلول را دورریخته و رسوب را در ۳-۲ قطره آمونیاک ۶ نرمال حل کرده و به محلول حاصل یکقطره فتل فتالین افزوده و با اسید نیتریک خنثی مینمایند پس از اسیدی شدن محلول رسوب کلرور نقره مجدداً راسب شده و وجود ClO^- یا ClO_3^- مشخص میگردد :

باید توجه داشت که سه ایون ClO^- با خود داخل فعل و انفعال گشته (Dismutation) و کلرور

و کلرات میدهد :



آزمایش هالوژونید

پنجه صافی محتوی رسوب هالوژینه نقره را که ممکن است شامل AgCNS , AgI , AgBr , AgCl باشد در یک بشر ۰-۱ میلی لیتری داخل کرده و باندازه کافی آمونیاک غلیظ بآن افزوده (۰-۱ قطره آمونیاک کافی میباشد) و بملایمت حرارت میدهند و سپس بتدریج ه قطره سولفور آمونیم نرمال نیز بآن افزوده و حرارت میدهند تا کلیه رسوب هالوژونید نقره حل گشته در ضمن رسوب سیاه رنگ Ag_2S نیز تهشین شود . سپس به حرارت دادن تازدیک خشک شدن محلول ادامه میدهند تا کلیه سولفور آمونیم تجزیه گردد . اینک آنرا صاف نموده و رسوب Ag_2S سیاه همراه با گوگرد را دورمیاندازند . محلول صاف شده را در یک لوله آزمایشی نیمه میکرو داخل کرده و بآن ه قطره اسید نیتریک ۶ نرمال و ۵-۶ قطره نیترات فریک اضافه کرده و آنرا خوب تکان میدهند . سپس یک میلی لیتر تترا کلرور کربن افزوده و درب لوله آزمایش را مسدود کرده و مجموعه را بشدت تکان میدهند . در شرایط فوق یدور توسط نیترات فریک اکسیده شده ید آزاد میگردد که بر زنگ بنفس در ترا کلرور کربن محلول میباشد (I^-) . لوله آزمایش را کناری میگذارند تا دوطبقه مایع از یکدیگر جدا گردد . در صورتیکه طبقه تحتانی (تترا کلرور کربن) ارغوانی باشد وجود یدور مشخص میگردد . تترا کلرور را بوسیله قطره چکان خارج کرده و مجدداً یک میلی لیتر تترا کلرور افزوده و لوله آزمایش را خوب تکان میدهند تا تمام ید در تترا کلرور حل شده و از محلول خارج گردد . این عمل تا خروج کامل ید ادامه پیدامیکند . (معمولاً ۳

الی ۴ بار کافیست) تا تتراکلور دیگر رنگی نشود . در صورتیکه پس از افزودن نیترات فریک رنگ محلول روئی قرمز خونی شد وجود ایون CNS^- مشخص میگردد .

به محلول موجود در لوله آزمایش سه قطره اسید نیتریک ۱ نرمال افزوده و قطره قطره پر منگنات پتابسیم ۱ نرمال میافزا یند تارنگ پرمنگنات باقی بماند . سپس در لوله آزمایش را مسدود نموده و آنرا بشدت تکان میبدند و میگذازند تا دو طبقه مایع از یکدیگر جدا شود . بر مور توسط پرمنگنات در محیط اسیدی اکسیده شده برم آزاد مینماید که برنگ نارنجی در تتراکلور کربن محلول میباشد (Br^-) در صورت وجود بر مور طبقه مایع روئی را در پیش نیمه میکرو ریخته و یک قطره نیتریت پتابسیم با آن افزوده و بملایمت حرارت میبدند تا کلیه بر متصاعد شده و سولفوسیانور و پرمنگنات نیز تجزیه گردند (تبخیر نصف محلول برای اینکار کافی می باشد) محلول حاصل را در صورت لزوم صاف کرده و بآن ۲ قطره اسید نیتریک ۲ نرمال و ۳ قطره نیترات نقره AgNO_3 ۱ نرمال اضافه میکنند . تشکیل رسوب سفید رنگ مربوط به AgCl میباشد آنرا صاف کرده محلول را دور ریخته و رسوب را در چند قطره آمونیاک ۲ نرمال حل کرده و محلول حاصل را در حضور معرف فنل فتالین اسیدی مینمایند تشکیل رسوب سفید AgCl وجود ایون Cl^- را مشخص مینماید . خلاصه عملیات فوق در (جدول شماره ۳) مندرج میباشد .

جدول شماره ۳- تجزیه و شناسائی آنیونهای سولفورسیانور - یدوربرهور - کارور - کلرات و هیپوکلریت

به محلول صاف شده از رسوب املاح نیکل اسید نیتریک و نیترات نقره میافزا یند :

<p>محلول صاف شده : ممکن است شامل ClO_3^- یا ClO_4^- باشد، با آن یک قطره نیتریت پتابسیم غلیظ اضافه کرده و در بن ماری قرار میبدند تا کلرات و هیپوکلریت تجزیه شده بکلور تبدیل گردند . تشکیل رسوب سفید پنیری شکل AgCl که در حرارت نام محلول است دال بوجود کلرات یا هیپوکلریت در محلول میباشد .</p>	<p>رسوب : ممکن است شامل AgI-AgCNS باشد آنرا بطبق جدول AgCl, AgBr شماره ۴ آزمایش مینمایند .</p>
---	--

جدول شماره ۴- جدا کردن و شناسائی آنیونهای Br^- , Cl^- , I^- , CNS^-

در مخلوط املاح نقره آنها

رسوب نقره پدست آمده در (جدول شماره ۴) ابتداء آمونیاک غلیظوسپس بتدربیج $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ افزوده و حرارت مید هند تا دیگر رسوب Ag_2S تشکیل نشود سپس صاف مینمایند.

<p>محلول صاف شده: ممکن است شامل املاح آمونیم Cl^-, Br^-, I^-, CNS^- باشد بان $\text{Fe}(\text{CN})_3$, HNO_3, CCl_4 افزوده خوب تکان داده و میگذارند تادو طبقه مایع از یکدیگر جدا شود.</p>	<p>رسوب: Ag_2S سیاه رنگ را دور سیاندازند</p>
<p>طبقه فوقانی (آب): در صورتیکه دارای رنگ قرمزخونی باشد دلیل بروجود سولفوسیانور (CNS^-) در محلول اولیه میباشد. عمل استخراج یدرا با تراکلرور کربن چندین بار تکرار میکنند تا کلیه ید از محلول آبی خارج شود. سپس اسید نیتریک و پرمنگنات پتاسیم و تراکلرور کربن افزوده تکان میدهند و وصیر مینمایند تادو طبقه مایع از هم جدا شود.</p>	<p>طبقه تحتانی: تتراکلرور کربن در صورتیکه رنگ ارغوانی باشد وجود یدور (I^-) مشخص میگردد.</p>
<p>طبقه فوقانی (آبی): را حرارت میدهند تا برم متصل اعد گردد سپس پرمنگنات را بوسیله افزودن یک قطره نیتریت پتاسیم تجزیه کرده و در صورت لزوم صاف کرده و بآن نیترات نقره میافزا یند تشکیل رسوب سفید AgCl دلیل بروجود کلرور (Cl^-) در محلول اولیه میباشد.</p>	<p>طبقه تحتانی: تتراکلرور کربن در صورتیکه دارای رنگ نارنجی باشد وجود برمور (Br^-) مشخص میگردد.</p>

تجزیه و شناسائی آنیونهای SO_4^{2-} , F^- , CrO_4^{2-} , SO_4^{1-} , F^-

دريک لوله آزمایش نيمه میکرو ه الى ۶ قطره از محلول اولیه (محلول حاصل از جوشانیدن جسم با كربنات سدیم) را پرداخته و بآن ۵ قطره اسید کلرئیدريک ع نرمال اضافه کرده و محلول را تکان میدهند تا كلیه گازهاییکه در سردی متصل اعد میشوند خارج شود. سپس آنرا مدت ۱ دقیقه درین ماري قرار داده و گاهی آنرا بهم میزنند. اينك یک قطره اسید کلرئیدريک چهار نرمال و سه قطره کلرورباریم نرمال بآن افزوده و

درین ماری قرار گیرد هند تا رسوب سفید رنگ غیر محلول در اسید کلرئیدریک (BaSO_4) ته نشین گردد و سپس آنرا صاف مینمایند.

محلول صاف شده را در مقابل کاغذ تورنسل با آمونیاک غلیظ خنثی کرده و سپس با یک الی دوقطره اسید استیک ۲ نرمال آنرا اسیدی مینمایند حال یک قطره BaCl_2 نرمال اضافه کرده و در صورت تشکیل رسوب زرد رنگ BaCrO_4 آنرا صاف کرده با کمی آب شسته و رسوب را در چند قطره اسید سولفوریک ۲ نرمال حل کرده و داخل یک لوله آزمایش نیمه میگردد و آورده مجدداً ۲ قطره اسید سولفوریک ۲ نرمال و ۲ قطره آب اکسیژنه بر اضافه کرده خوب تکان داده و سپس یک میلی لیتر اتر سولفوریک و یا الكل آمیلیک اضافه کرده درب لوله آزمایش را رسود کرده و خوب تکان میدهد و میگذارند و طبقه مایع از یکدیگر جدا شود. در صورتیکه ایون CrO_4^{2-} وجود داشته باشد مایع فوقانی بعلت حل شدن اسید کرمیک در اتر سولفوریک آبی رنگ میگردد.

به محلول صاف شده از رسوب BaCrO_4 دریک لوله آزمایش چهار قطره کلور کلسیم نرمال اضافه کرده و لوله آزمایش را درین ماری داغ برای مدت ۵ دقیقه قرار گیرد هند و سپس آنرا صاف کرده و رسوب را با چند قطره آب مقطر میشویند. بروی رسوب ابتداء دو مرتبه و هر دفعه سه قطره اسید کلرئیدریک نرمال و گرم اضافه مینمایند تا در صورت وجود اگزالت کلسیم حل گردد و محلول صاف شده را دریک لوله آزمایش داخل نموده و روی آن آزمایش ایون اگزالت ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) را طبق آنچه ذیلاً بیان میشود انجام میدهد.

برروی رسوب با قیمانده در لوله صافی ۱ قطره اسید کلرئیدریک غلیظ افزوده و آنرا درین ماری داغ قرار داده و میگذارند تا محلول بملایمت از صافی عبور کند و محلول صاف شده را دریک بشرنیمه میگردد و جمع آوری نموده و بروی آن آزمایش ایون F^- را انجام میدهد.

الف - آزمایش یون $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$: لوله آزمایش محتوی اگزالت را درین ماری داغ قرار داده و سپس قطره قطره پرمنگنات پتاسیم $\text{N}_{\text{H}}\text{NO}_2$ بآن میافزایند بیرنگ شدن پرمنگنات دلیل بروجود یون $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ در محلول میباشد.

ب - آزمایش F^- : محلول اسید کلرئیدریکی را تانزدیک خشک حرارت میدهد و سپس چند قطره آب افزوده و داخل لوله آزمایش مینمایند. اپنک یک قطره اسید سولفوریک ۲ نرمال بآن اضافه کرده و سپس یک قطره محلول قمز خونی رنگ کمپلکس سولفورسیانور آهن بآن میافزایند، بیرنگ شدن کمپلکس دلیل بروجود فلورور در محلول است.

آزمایش سولفیت : ۱. قطره از محلول اولیه را برداشته در صورتیکه نیتریت در آن باشد دو قطره محلول اوره ۰.۰۵ و در صورت وجود هیپوسولفیت و سولفور جزئی کلورویرکور یک جامد بآن افزوده و بعد ۵ دقیقه اسید سولفوریک ۲ نرمال اضافه کرده و بملایمت حرارت میدهد و دردهانه لوله آزمایش کاغذ آغشته

جدول شماره ۵ - تجزیه و شناسایی آنونهای گروه سولفات (SO₄²⁻, F⁻, CrO₄²⁻, Cr₂O₄²⁻, SO₃²⁻)

<p>دریک لوله آزمایش نیمه بیکرو به قطره اسید کلریدریک چهار زرمال افزوده و خوب آنرا محلول و تکان مینهند تا گازهای تجزیه شده مستقاعد گردند و سپس بهمتو ۱ دقیقه آنرا درین ساری داغ میگذارند. آنگاه به محلول کرم سه قطره کلور بازیم اضافه کرده و کمی حراست داده صاف مینمایند.</p>	<p>آزمایش سولفات - SO₄²⁻ :</p> <p>قطره از محلول اولیه را برداشته در صورت وجود نیتریت یکقطره اوره ۳٪ و رصورت وجود هیپرسولفات وسولفور مقدار خیلی کم کلرور کرویک جامد افزوده وباه قطره اسپرسونفوریک ۱ نرمال بهلاست توژنسل با آمونیاک قلائی کرده و سپس پاسیدستیک ۱ نرمال اسیدی مینمایند وبان یکقطره کلور بازیم افزوده و درصورت تشکیل رسوب زردزنگ صاف مینمایند :</p>
<p>دیلیل بروجود ایون SO₄²⁻ در محلول BaSO₄ :</p> <p>رسوب : زرد رنگ باشد آن چندقطره اسپرسونفوریک ۲ نرمال باکمی آب داغ مینشویند وسچول صاف شده را دور مینمایند .</p>	<p>محلول صاف شده : سکن است دارای CrO₄²⁻, F⁻ باشد آن چندقطره حرارت مینهند ودر مسیر گازهای خروجی کاغذا غشته به نیتروپرسیات سدیم و اسناوات روی فرسایانوزتاسیم و یا کاغذ آغشته بافو کسین قرار میلهند گلسخری شدن نیتروپرسیات و یا بیرنگکشدن فو کسین وجود سوپریت راستخنوس مینماید .</p>
<p>درو محلول است</p> <p>دیلیل بروجود ایون SO₄²⁻ در محلول BaCrO₄ :</p> <p>رسوب : زرد رنگ باشد آن چندقطره اسپرسونفوریک ۲ نرمال باکمی آب داغ مینشویند وسچول صاف شده را دور مینمایند .</p>	<p>محلول کسر شده : سکن است دارای CaCl₂ باافرایند و درصورت تشکیل رسوب سفیدریزگ آنرا صاف کرده و باکمی آب داغ مینشویند وسچول صاف شده را دور مینمایند .</p>
<p>درو محلول است</p> <p>دیلیل بروجود ایون SO₄²⁻ در محلول H₂O₂ ۳٪ :</p> <p>واترسونفوریک ۲ نرمال حل کرده آسیدیک اضافه کرده تکان مینهند آبی شدن فلورور را انجام مینمایند .</p>	<p>برروی رسوب ابتداء HCl نرمال افزوده وصف مینمایند ودر محلول صاف شده ایون آگرلات را آزمایش مینمایند . حال روی رسوب باقیمانده HCl غلظی پیافر اینستاگر فلورور باشد حل گرد و برروی محلول حاصل آزمایش شده آنکه ایون آگرلات را آزمایش مینمایند .</p>
<p>درو محلول است</p> <p>دیلیل بروجود ایون SO₄²⁻ در محلول CrO₄²⁻ :</p> <p>بن ماری داغ فراراده ویان چندقطره KMnO₄ مینافر ایند بیرنگک شدن پرسنگات دلیل کمپلکس سولفور سیانوریک میافر ایند بیرنگکشدن محلول دلیل بروجوفلورور است .</p>	<p>آزمایش F⁻ : محلول اسید کلریدریک غلیظرا تا نزدیک خشک حرارت داده و سپس منانده را دریک لوله استحانی کوچک آورد ویا ن یکقطره محلول فرسخونی زنگ کمپلکس سولفور سیانوریک میافر ایند بیرنگکشدن محلول دلیل بروجوفلورور است .</p>

به نیتروپرسید و استات روی و فروسیانور پتاسیم قرار میدهند گلسرخی شدن کاغذ صافی وجود سولفیت را مشخص مینماید.

(درصورتیکه از کاغذ آغشته به فوکسین استفاده شود SO_4^{2-} متصل اعداده رنگ قرمز فوکسین را دارد) مینماید و کاغذ صافی آغشته به جزئی محلول فوکسین بیرنگ میگردد. جدول شماره ۶ خلاصه شناسائی آنیونهای این گروه را نشان میدهد.

تجزیه و شناسائی آنیونهای آنیونهای NO_2^-

برای آزمایش آنیونهای فوق از محلول اولیه (محلول بدست آمده از جوشانیدن جسم با کربنات سدیم) استفاده میشود.

آزمایش NO_2^- : ه قطره از محلول اولیه را با چند قطره اسید استیک HNO_3 نرمال اسیدی کرده و با آن ه قطره محلول اشباع سولفات نقره (Ag_2SO_4) افزوده و صاف مینمایند و به محلول صاف شده ه قطره محلول تیواوره بزرگ افزوده و در کناری قرار میدهند درصورتیکه نیتریت وجود داشته باشد به ازت تجزیه شده و متصل اعداد میگردد و تیواوره نیز به سولفو سیانور تبدیل میگردد. در این موقع یک قطره کلورو فریک اضافه مینمایند قرمز خونی شدن محلول دلیل بروجود نیتریت (NO_2^-) در محلول است. تبصره - این آزمایش بهتر است در حضور محلول شاهد انجام شود.

آزمایش NO_3^- : به ه قطره از محلول اولیه در یک لوله آزمایش نیمه میکرو سه قطره اسید سولفوریک نرمال افزوده و آنرا تکان میدهیم تا کلیه نیتریت تجزیه شود. سپس کمی برآده مس و ۱ قطره اسید سولفوریک غلیظ با آن افزوده حرارت میدهند.

درصورت وجود NO_3^- گاز خرمائی رنگ NO_2 متصل اعداد میگردد که با قراردادن یک تکه کاغذسفید در پشت لوله آزمایش میتوان آنرا مشاهده نمود در ضمن محلول دراثر انحلال مس آبی رنگ میگردد.

برای آزمایش نیترات میتوان از نیترون نیز استفاده نمود. طرز عمل چنین است: به محلول مورد آزمایش اسید استیک و استات یاسولفات نقره میافزاییم تا دیگر رسوب ندهد سپس آنرا صاف کرده و با آن ه قطره کلورو کلسیم اضافه کرده و درصورت تشکیل رسوب مجدد آ صاف مینمایند تا کلیه ایونهای مزاحم خارج شوند. سپس ه قطره از محلول صاف شده را برروی ۲ قطره محلول بزرگ نیترون ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}$) (محلول در اسید استیک بزرگ) افزوده و خوب تکان میدهند، درصورتیکه نیترات وجود داشته باشد رسوب سفید پرچیم تشکیل خواهد شد. آزمایش برات NO_3^- : درصورتیکه جسم اولیه جامد باشد از پودر اولیه و درصورت محلول بودن کمی از محلول را تا خشک تبخیر مینماید و برای آزمایش برات در داخل یک بوته چینی مقداری از گرد اولنه و یا گرد حاصل از تبخیر محلول اولیه را داخل کرده و با آن اسید سولفوریک غلیظ میافزایند تا خوب مرطوب شود سپس یک الی دومیلی لیتر الکل متیلیک اضافه کرده بوسیله یک میله شیشه ای بهم زده و آتش میزنند

در صورتی که برای وجود داشته باشد تبدیل به $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ می‌شود که با شعله سبز رنگ می‌سوزد. رنگ شعله در کناره و نفاطسردتر شعله کاملاً مشهد می‌باشد.

آزمایش آرسنیات و آرسنیت : ه قطره از محلول اولیه را با چند قطره اسید نیتریک ع نرمال اسیدی کرده و سپس بوسیله آمونیاک ع نرمال قلیائی مینمایید و بروی آن سه قطره محلول $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ نرمال می‌افزایند و در صورت تشکیل رسوب صاف مینمایید :

به محلول صاف شده سه قطره اسید کلریدریک ۲ نرمال می‌افزایند تا اسیدی شود سپس ه قطره تیواستامید ۲ اضافه کرده و در بن‌ماری قرار میدهند تشکیل رسوب زرد رنگ As_2S_3 وجود آرسنیت AsO_4^{3-} را مشخص مینماید.

رسوب سفید رنگ مربوط به $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$, MgNH_4PO_4 می‌باشد. بروی رسوب یک قطره محلول اسید استیکی نیترات نقره می‌افزایند. در صورتی که ارسنیات وجود داشته باشد رسوب بعلت تشکیل Ag_3AsO_4 قهوه‌ای شکلاتی رنگ می‌گردد.

تبصره : رسوب فسفات نقره زرد رنگ است و رنگ شکلاتی Ag_3AsO_4 بر زرد کم رنگ Ag_3PO_4 بزرگی داشته و بسهولت قابل شناخته شدن است.

آزمایش فسفات PO_4^{3-} : به ه قطره از محلول اولیه دریک لوله آزمایش سه قطره محلول اسید تارتاریک اشباع و ه قطره اسید نیتریک غلیظ و سه قطره مولیبدات آمونیم نرمال اضافه کرده و مجموعه را حرارت میدهند تشکیل رسوب زرد رنگ و متبلور $[\text{PO}_4^{3-}(\text{MoO}_4)_2(\text{NH}_4)]$ دلیل بر وجود فسفات PO_4^{3-} است.

تبصره - ارسنیات نیز فعل و انفعال مشابهی میدهد ولی در حضور ایون تارتارات ارسنیک ه ظرفیتی بصورت کمپلکس در می‌آید و فعل و انفعال جنبه خصوصی برای فسفات پیدا می‌کند.
جدول شماره ۶ خلاصه عملیات فوق را نشان میدهد.

آزمایش یون استات CH_3COO^- : مقداری از پودر اولیه را با ایندیدرید ارسنیو خوب مخلوط کرده و روی شعله چراغ بملایمت حرارت میدهند (در صورتی که جسم مورد تجزیه مایع باشد آنرا تاخشک تبخیر کرده و آزمایش را بروی باقیمانده خشک انجام میدهند) در صورتی که استات وجود داشته باشد با کسید کا کودیل جسم سیاه رنگی که بوی شدید سیر گندیده دارد تبدیل می‌گردد و از بوی بد و مخصوص آن میتوان آنرا تشخیص داد.

آزمایش سیلیکات : ه قطره از محلول کربنات سدیمی مورد آزمایش را با ه قطره محلول مولیبدات آمونیم نرمال مخلوط کرده و پادقت بوسیله اسید سولفوریک ع نرمال اسیدی مینمایید سپس محلول حاصل را بروی یک میلی لیتر محلول تازه تهیه شده استانیت سدیم میریزند در نتیجه احیای اسید سیلیکومولیبدیک

جدول شماره ۹ - تجزیه و شناسایی آنیونهای فوتیت - برات - ارسینات - فسفات

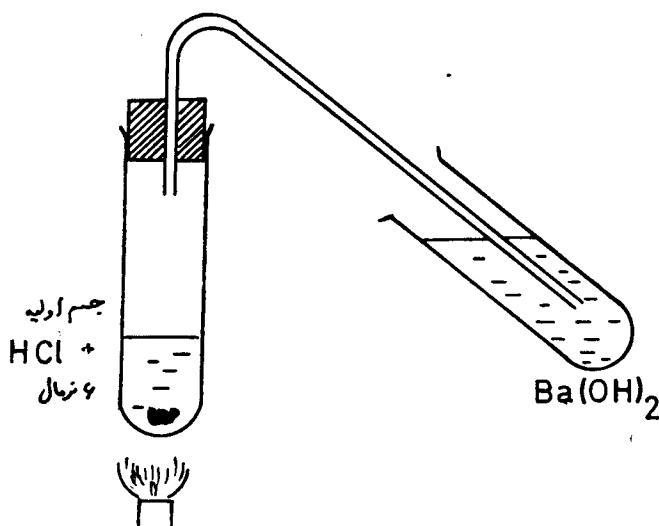
برای آزمایش آنیونهای فوتیت - برات - ارسینات و فسفات	آزمایش فیبرات
- AsO_4^{3-} , ASO_4^{3-} , HNO_3	- $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$: مقداری از
کردنم شده جسم اولیه را در صورتیکه جسم را تجزیه و محلول باشد	فطره از محلول اولیه را با سلفوفوریک نرمال باشد قطراه اسیدتارترات کرده بهیس با آمونیاک قلائی و NO_3^- بآسیدی
میافاریند و در صورت تشکیل رسوب آنرا اشباع و قطراه اسید نیتریک غلیظ و سه قطره مقداری از آنرا تاختشگ کنچیر کرده و بر روی	آزمایش فسفات - NO_3^- مقدار از محلول اولیه را با اسید سلفوفوریک نرمال خوب تکان میدهند تا کلیه آن تجزیه شده متصلاند گردید سپس میافاریند و در صورت تشکیل رسوب آنرا اشباع و قطراه اسید نیتریک غلیظ و سه قطره مقداری از آنرا تاختشگ
Ag_2SO_4	آزمایش فیبرات: ه قطراه از محلول اولیه را با اسید سلفوفوریک نرمال خوب تکان میدهند تا کلیه-
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	- NO_3^- م محلول اولیه را با اسید سلفوفوریک نرمال خوب تکان میدهند تا کلیه-
صف مینهاشند:	آن تجزیه شده متصلاند گردید سپس صاف مینهاشند:
$\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$	کمی براه سس و ۱۰۰ قطراه اسید محلول اولیه آسونیم
MgNH_4PO_4	سوافوریک غلیظ افزوده حرارت و احتمالاً NH_4PO_4 آنرا با چند قطراه اسید کلریدریک نرمال نرماء مخلوط کرده در بن ماری قرار دهند
NH_4PO_4	بروی رسوب یک قطراه کلریدریک نرمال با چشمی پاسیوسنوفوریک
MgO	نیتریت افزوده حرارت و اسیدی کرده و ه تشكیل رسوب زرد رنگ
Mg_2MoO_3	سپس ۲۰۰ لیتر اکتل در ۱۰ دلیل بروجود غلیظ سرطوب کرده میگذند و به محلول صاف شده محلول تیواره
arsenite	کناری قرامید هند تا ۵٪ اضافه کرده و در محلول موردنیزماشند (واتی شدن) دلیل بروجود نیترات در محلول اسید استوکی شکلاتی رنگ شدن.
arsenite	نیترات قفره میافراشد. قطراه محلول کامل و درین ماری
Ag_2SO_4	روش نیتریون: پس از خروج ایونهای مراجهم توسط استات پاسلفات قفره و کاربور کلسیم چندقطره از محلول رسبور سپس یک قطره کلرور کرامید هند تشكیل کرده کناری قرامید هند
As_2S_3	فیک اضافه نموده تکان در محلول اسید و اسید کلرور کرامید هند تشكیل کرده سپس یک قطره کلرور کرامید هند تشكیل کناری قرامید هند
AsO_4^{3-}	پس از خروج ایونهای فریک اضافه نموده تکان در محلول اسید و اسید کلرور کرامید هند تشكیل کناری قرامید هند
arsenite (۳)	نیترون میافراشد تشكیل رسوب زرد دلیل بروجود سفید و برجام دلیل بروجود نیترات
AsO_4^{3-}	ارسینات (۳) دمحلول است.
arsenite (۳)	مشخص میگردد.
NO_3^-	بروجود نیتریت (-) در محلول اولیه میاشد.

به آبی مولیبدن محلول آبی رنگ میگردد. (این آزمایش در حضور مقدار کمی فسفات و ارسنیات قابل انجام نیباشد).

طرز تهیه محلول استانیت سدیم - دوقطره از محنول کلروف استانوی تازه تهیه شده را برداشته و با آن قطره قطره سود چهارنمای میافزایند تا ابتداء رسوب Sn(OH)_2 تشکیل وسپس در مازاد قلیائی حل گردد. برروی این محلول آزمایش سیلیکات انجام میگردد.

آزمایش $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$: قطره از محلول کربنات سدیمی را با اسید نیتریک خنثی کرده و با آن به مقدار کافی نیترات نقره اضافه کرده تا دیگر رسوبی تشکیل نشود و رسوب را صاف نموده و دور میاندازند. محلول صاف شده را بملایمت حرارت میدهند در صورتیکه تیوسولفات وجود داشته باشد رسوب سیاه رنگ Ag_2S تشکیل میگردد (رسوب ابتداء سفید - زرد - قهوه‌ای و بالاخره سیاه میگردد).

آزمایش کربنات و سولفور : در صورتیکه جسم اولیه محلول باشد سولفور را مطابق آنچه قبل آذکر شد میشناسند و در مورد کربنات ۲ قطره از محلول را برروی یک میلی لیتر اسید کلرئیدریک چهارنمای مینمایند و تکان میدهند، خروج حباب‌های مخصوص (جوش سوزنی - Effervescence) وجود کربنات را مشخص مینماید. برای اطمینان میتوان گازهای خروجی را وارد محلول باریت نمود در صورتیکه CO_2 وجود داشته باشد آب باریت بعلت تشکیل رسوب سفید رنگ BaCO_3 کدر میشود (شکل ۴). (برای رفع مزاحمت سولفات قبل از افزایش اسید دوقطره آب برم میافزایند).



شکل ۴

شکل ۴ - دستگاه هدایت CO_2 در محلول آب باریت

آزمایش H_2S - مقداری از پودرنم شده را با اسید کلرئیدریک در یک لوله آزمایش حرارت داده و در مسیر گازهای خروجی کاغذ صافی آغشته به استاب سرب و NaOH قرار میدهند در صورتیکه سولفور وجود داشته باشد کاغذ صافی بعلت تشکیل PbS سیاه میگردد.

جدول شماره ۷ - تجزیه و شناسایی آنونهای استات - سپیکات - قیوسلافات - کربنات

برای آزمایش آنونهای فوق الذکر از جسم با محلول اولیه استفاده می‌شود:

<p>آزمایش سپیکات : $\text{CH}_3\text{COO}^- \text{--- S}\text{O}_3^2-$:</p> <p>مقداری از گردزرم اولیه را با اندرید اسنیو خوب مخلوط کرده و به لایت ۱٪ مولیبدات آسونیم مخلوط کرده و بذلت پوسیله اسیدسولفوریک خشی کرده و با ان بمقدار کافی نیترات نقره اضافه میکنند تا محلول تجزیه شده و CO_2 متبعاد شوند تشكیل نشود و سپس صاف رسوپ تجزیه محلول باشد مقداری از آنرا دریک کپسول چینی تاختشک این محلول را بر روی یک سپس مورد تجزیه محلول تازه تهیه شده استانیت لبتر مخلوط تازه تهیه شده استانیت تبخیر کرده و آزمایش را بر روی کرد حاصل انجام می‌دهند در سلیم بینریزند و سورتیکه سپیکات وجود داشته باشد زنگ محلول صورتیکه استات وجود اشتنه باشد که سیاه زنگ بوده و بوی نزدیک سیر آئی میگردد (آنی سولبیدن) .</p>	<p>آزمایش کربنات : ه قطره از محلول سورت آزمایش را بر روی یک سپلیت HCl نرمال اضافه کرده تکان پیشنهد کربنات با جوش مخصوص تجزیه شده و CO_2 متبعاد شوند تشكیل نشود و سپس صاف رسوپ تجزیه محلول باشد مقداری از آنرا دریک کپسول چینی تاختشک این محلول را بر روی یک سپس مورد تجزیه محلول تازه تهیه شده استانیت لبتر مخلوط تازه تهیه شده استانیت تبخیر کرده و آزمایش را بر روی کرد حاصل انجام می‌دهند در سلیم بینریزند و سورتیکه سپیکات وجود داشته باشد زنگ محلول صورتیکه استات وجود اشتنه باشد که سیاه زنگ بوده و بوی نزدیک سیر</p>
---	---

ضمانت میتوان گازهای خروجی را وارد محلول قلیائی $\frac{1}{1}$ نرمال نمود و بروی محلول حاصل آزمایش اینهای کربنات و سولفور را مطابق آنچه ذکر گردیده انجام داد.

منابع مورد استفاده

- 1- Treadwell Hall Qualitative 1956 9th English Edition.
- 2- G. Ackerman Einführung in die Qualitative anorganische Hallemikroanalyse 1962.
- 3- F. Feigl Spot test in inorganic analysis 1958.
- 4- A. Vogel A Text book of Qualitative inorganic analysis 4th edition 1960 .
- 5- G. Charlot d'analyse Qualitative et les Réactions en Solution 4ème edition 1957.

ـ کتاب شیمی آنالیک تجزیه کیفی تألیف دکتر حسین زادمرد انتشارات دانشگاه شماره ۱۲۸۰ مال ۱۳۴۷ - ۶