

## ΓΕΝΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΝΙΟΝΤΩΝ

### Προκαταρκτικές παρατηρήσεις και προδοκιμασίες αποκλεισμού

Στο διάλυμα που δίδεται για ανάλυση γίνονται προκαταρκτικές παρατηρήσεις και εκτελούνται προδοκιμασίες αποκλεισμού<sup>1</sup>.

#### 1. Χρώμα διαλύματος

Εάν το αρχικό διάλυμα είναι άχρωμο αποκλείεται η παρουσία ιόντων  $\text{CrO}_4^{2-}$  (κίτρινο διάλυμα) και  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  (πορτοκαλόχρωμο διάλυμα)

#### 2. Ώξινη ή αλκαλική αντίδραση του διαλύματος

Το pH του αρχικού διαλύματος προσδιορίζεται με pH-μετρικό χαρτί.

pH < 2 δηλώνει παρουσία ελεύθερου οξέος ή ιόντων  $\text{HSO}_4^-$ , άρα πιθανή απουσία των ανιόντων  $\text{CO}_3^{2-}$  τα οποία διασπώνται σε όξινο περιβάλλον.

pH=7 δηλώνει πιθανή απουσία  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{F}^-$

pH>10 δηλώνει πιθανή παρουσία  $\text{CO}_3^{2-}$

#### 3. Έκλυση αερίων κατά την οξίνιση του διαλύματος

Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 10 σταγόνες του υπό εξέταση διαλύματος, 0,5 mL  $\text{H}_2\text{O}$ , προστίθενται 5 σταγόνες  $\text{H}_2\text{SO}_4$  και ο σωλήνας τοποθετείται σε ζεστό υδρόλουτρο. Εάν εκλύονται αέρια, το διάλυμα είναι δυνατόν να περιέχει τα εξής ανιόντα:  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2^-$  και  $\text{NO}_2^-$ .

#### 4. Προδοκιμασία για οξειδωτικά ιόντα

Με διάλυμα  $\text{MnCl}_2\text{-HCl}$

Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 5 σταγόνες του υπό εξέταση διαλύματος και 10 σταγόνες κορεσμένου διαλύματος  $\text{MnCl}_2$  σε πυκνό  $\text{HCl}$  (το διάλυμα αυτό είναι έτοιμο) και το μείγμα θερμαίνεται επί 2-3 λεπτά σε ζεστό υδρόλουτρο. Εμφάνιση καστανού ή μαύρου χρώματος, που οφείλεται στην οξείδωση του  $\text{Mn(II)}$  προς  $\text{Mn(III)}$  και το σχηματισμό χλωριοσμπλόκου του  $\text{Mn(III)}$ , δηλώνει παρουσία ενός ή περισσοτέρων από τα εξής ιόντα:  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ .

#### 5. Προδοκιμασία γι' αναγωγικά ιόντα

Με διάλυμα  $\text{KMnO}_4$  σε όξινο περιβάλλον.

Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 5 σταγόνες ύδατος, 5 σταγόνες του υπό εξέταση διαλύματος, 6 σταγόνες  $\text{H}_2\text{SO}_4$  και 1 σταγόνα αραιωμένου με  $\text{H}_2\text{O}$  1:10  $\text{KMnO}_4$  (1 σταγόνα  $\text{KMnO}_4$  σε 10 σταγόνες  $\text{H}_2\text{O}$ ) και ο σωλήνας τοποθετείται σε ζεστό υδρόλουτρο επί 1 λεπτό. Παρουσία αναγωγικών ιόντων ( $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ) επέρχεται αποχρωματισμός του διαλύματος.

---

<sup>1</sup> Προδοκιμασίες αποκλεισμού είναι οι δοκιμασίες εκείνες με τις οποίες διαπιστώνεται η απουσία ανιόντων που έχουν κάποια κοινή ιδιότητα.

**6. Προδοκιμασία αποκλεισμού ανιόντων, που τα άλατά τους με  $\text{Ca}^{2+}$  είναι δυσδιάλυτα σε όξινο με  $\text{CH}_3\text{COOH}$  διάλυμα.**

Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 1 mL διαλύματος ανιόντων και σταγόνες  $\text{CH}_3\text{COOH}$  4M (μετρούνται οι σταγόνες) μέχρις ότου το διάλυμα γίνει όξινο (έλεγχος με πεχαμετρικό χάρτη). Στη συνέχεια προστίθεται κατά σταγόνες περίσσεια  $\text{CH}_3\text{COOH}$  4M ίση με τον αριθμό των σταγόνων που προστέθηκαν κατά την οξίνιση του διαλύματος. Ο σωλήνας ανακινείται επανειλημμένα μέχρι να εκδιωχθεί πλήρως το  $\text{CO}_2$ , το οποίο προήλθε από το  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  που υπάρχει στο διάλυμα. Προστίθενται 8 σταγόνες  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  0,5 M και ανακινείται ο σωλήνας. Εάν σχηματισθεί λευκό ίζημα μετά από λίγα λεπτά, αυτό αποτελείται από  $\text{CaF}_2$ . Αν σχηματισθεί ίζημα, διηθείται και στο διήθημα ελέγχεται η ποσοτική καταβύθιση με 1-2 σταγόνες  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  0,1M. Το διήθημα φυλάσσεται για την προδοκιμασία 7.

**7. Προδοκιμασία αποκλεισμού  $\text{SO}_4^{2-}$**

Στο διήθημα από την προδοκιμασία 6 προστίθεται 4 σταγόνες  $\text{HCl}$  και 8 σταγόνες  $\text{BaCl}_2$  0,1M, ο σωλήνας ανακινείται και στη συνέχεια αφήνεται σε ηρεμία επί 5 λεπτά. Παρουσία  $\text{SO}_4^{2-}$  σχηματίζεται λευκό ίζημα  $\text{BaSO}_4$ . Το ίζημα διηθείται και το διήθημα φυλάσσεται για την προδοκιμασία 8.

**8. Προδοκιμασία αποκλεισμού ανιόντων που τα άλατά τους με  $\text{Ba}^{2+}$  είναι διαλυτά στο αραιό  $\text{HCl}$  ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ).**

Το διήθημα από την προδοκιμασία 7 μεταφέρεται σε απιοειδή φιάλη, προστίθενται 6 σταγόνες πυκνού  $\text{HCl}$  και το όλο θερμαίνεται για την πλήρη απομάκρυνση του  $\text{CO}_2$  και του  $\text{SO}_2$ . Το διάλυμα μεταφέρεται σε δοκιμαστικό σωλήνα, προστίθεται πυκνή  $\text{NH}_3$  κατά σταγόνες μέχρις ότου το διάλυμα γίνει αλκαλικό (ελέγχεται με πεχαμετρικό χάρτη) και 2-3 σταγόνες επιπλέον και στη συνέχεια προστίθενται 3 σταγόνες  $\text{BaCl}_2$  0,1M. Μη σχηματισμός ιζήματος δηλώνει απουσία  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ .

**9. Προδοκιμασία για  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ .**

Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 10 σταγόνες αρχικού διαλύματος ανιόντων οξινισμένου με  $\text{HNO}_3$  4M, 2-3 σταγόνες  $\text{HNO}_3$  4M και 1-2 σταγόνες  $\text{AgNO}_3$  0,1 M. Μη σχηματισμός ιζήματος δηλώνει απουσία των ιόντων  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ .

**Επιβεβαιωτικές αντιδράσεις ανιόντων.**

**Ιη ομάδα:**

**1) Ανίχνευση ιόντων  $\text{CO}_3^{2-}$ :** Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 5 σταγόνες από το αρχικό άγνωστο διάλυμα και 2 σταγόνες διαλύματος  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ . Εάν σχηματισθεί λευκό ίζημα αυτό δηλώνει παρουσία ανιόντος ή ανιόντων Ιης ομάδας, οπότε η ανίχνευση  $\text{CO}_3^{2-}$  συνεχίζεται σύμφωνα με τις οδηγίες των αντιδράσεων Ιης Ομάδας Ανιόντων (22-1α : Στο άκρο ειδικού σταγονομέτρου...)

**2) Ανίχνευση ιόντων  $\text{F}^-$ :** Με χημική προσρόφηση  $\text{HF}$  σε γυαλί: Η αντίδραση εκτελείται σύμφωνα με τις οδηγίες που αναφέρονται στις αντιδράσεις Ιης Ομάδας Ανιόντων (22-3β) με τη διαφορά ότι προστίθενται 3 σταγόνες από το αρχικό άγνωστο διάλυμα αντί του προτύπου διαλύματος ιόντων  $\text{F}^-$ .

**2) Ανίχνευση ιόντων  $\text{PO}_4^{3-}$ :**

Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 10 σταγόνες άγνωστου διαλύματος ανιόντων και κατά σταγόνες διάλυμα  $\text{HCl}$  μέχρις όξινης αντιδράσεως. Το διάλυμα θερμαίνεται

στο υδρόλουτρο προς εκδίωξη του CO<sub>2</sub>. Στη συνέχεια προστίθενται 2 σταγόνες CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> 6M, 3-4 σταγόνες μαγνησιακού μείγματος και 3-4 σταγόνες NH<sub>3</sub> 15M. το μείγμα θερμαίνεται σε υδρόλουτρο επί 1-2 λεπτά. Το ίζημα δηλώνει την παρουσία PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>.

#### **Πη ομάδα:**

**Ανίχνευση ιόντων SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>:** Η προδοκιμασία 7 είναι και επιβεβαιωτική.

**Ανίχνευση ιόντων CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>:** Κίτρινο χρώμα το αρχικό διάλυμα

#### **Πη ομάδα:**

**Ανίχνευση ιόντων Γ και Br<sup>-</sup>:**

Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 5-6 σταγόνες αρχικού αγνώστου διαλύματος. Το διάλυμα οξινίζεται με 4-5 σταγόνες HNO<sub>3</sub> 4 M (έλεγχος με pH-μετρικό χαρτί, pH ≤ 1), προστίθενται 10 σταγόνες εξανίου και κατόπιν στάγδην και υπό ισχυρή ανάδευση NaClO (1:10) σύμφωνα με τις οδηγίες που αναφέρονται στις αντιδράσεις Πης Ομάδας Ανιόντων (Σταδιακή Οξειδωση Μείγματος Ιόντων Γ, Br<sup>-</sup> με NaClO).

#### **Ανίχνευση ιόντων Cl<sup>-</sup>:**

Σε δοκιμαστικό σωλήνα, ο οποίος περιέχει 2 mL αρχικού αγνώστου διαλύματος, προστίθεται κατά σταγόνες και με συνεχή ανάδευση διάλυμα Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,25 M μέχρι να παύσει να σχηματίζεται ίζημα. Ο δοκιμαστικός σωλήνας θερμαίνεται σε υδρόλουτρο, το ίζημα διηθείται από κανονικό ηθμό και ακολουθεί Ε.Π.Κ. Το ίζημα<sup>1</sup> εκπλένεται με 1 mL H<sub>2</sub>O και οι πρώτες σταγόνες του εκπλύματος συλλέγονται με το διήθημα που περιέχει τα ανιόντα της Πης και ΙVης ομάδας. Ο ηθμός απορρίπτεται. Στο διήθημα των ανιόντων Πης και ΙVης ομάδας προστίθεται κατά σταγόνες και με συνεχή ανάδευση διάλυμα AgNO<sub>3</sub> 0,5 M, μέχρι να παύσει να σχηματίζεται ίζημα<sup>2</sup>. Ο δοκιμαστικός σωλήνας θερμαίνεται στο υδρόλουτρο, το ίζημα διηθείται από κανονικό ηθμό και στο διήθημα γίνεται Ε.Π.Κ. Το ίζημα εκπλένεται με 1 mL H<sub>2</sub>O που περιέχει 1 σταγόνα HNO<sub>3</sub> 4 M. Το διήθημα απορρίπτεται.

Ο ηθμός τοποθετείται σε καθαρό δοκιμαστικό σωλήνα, προστίθεται 1 mL αντιδραστήριου Miller, το ίζημα αναδεύεται με γυάλινη ράβδο και αφήνεται να διηθηθεί αργά. Επαναλαμβάνεται η προσθήκη 1 mL αντιδραστήριου Miller και ακολουθεί καλή διήθηση. Ο ηθμός που περιέχει τα αδιάλυτα στο αντιδραστήριο Miller άλατα AgBr και AgI απορρίπτεται. Στο διήθημα, στο οποίο πιθανόν να περιέχεται το σύμπλοκο [Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, προστίθεται κατά σταγόνες και με συνεχή ανάδευση HNO<sub>3</sub> 4 M. Παρουσία ιόντων Cl<sup>-</sup> εμφανίζεται λευκό θόλωμα ή ίζημα AgCl.

#### **ΙVη ομάδα:**

**Ανίχνευση ιόντων NO<sub>3</sub><sup>-</sup>:**

Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 10 σταγόνες αρχικού αγνώστου διαλύματος και προστίθεται στάγδην διάλυμα (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>Ba μέχρι να παύσει να σχηματίζεται ίζημα<sup>3</sup>. Το ίζημα διηθείται και στο διήθημα γίνεται Ε.Π.Κ. Ο ηθμός απορρίπτεται. Στη

<sup>1</sup> Το ίζημα περιέχει δυσδιάλυτα άλατα Ba<sup>2+</sup> με ανιόντα Ιης και Πης ομάδας.

<sup>2</sup> Το ίζημα περιέχει δυσδιάλυτα άλατα του Ag<sup>+</sup> (AgCl, AgBr, AgI).

<sup>3</sup> Απομάκρυνση ανιόντων Ιης και Πης ομάδας

συνέχεια, στο διήθημα προστίθεται κορεσμένο διάλυμα  $\text{CH}_3\text{COOAg}$  κατά σταγόνες μέχρι να παύσει να σχηματίζεται ίζημα<sup>1</sup>. Ο δοκιμαστικός σωλήνας θερμαίνεται στο υδρόλουτρο μέχρι βρασμού, το ίζημα διηθείται και στο διήθημα γίνεται Ε.Π.Κ. Ο ηθμός απορρίπτεται. Κατόπιν, προστίθεται μικρή περίσσεια στερεού  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  και ο σωλήνας θερμαίνεται στο υδρόλουτρο μέχρι βρασμού. Το ίζημα<sup>2</sup> διηθείται (ο ηθμός απορρίπτεται) και η ανίχνευση των ιόντων  $\text{NO}_3^-$  γίνεται στο διήθημα ως εξής: Προστίθεται ίσος όγκος πυκνού  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (**ΑΠΑΓΩΓΟΣ**), ο δοκιμαστικός σωλήνας ψύχεται, φέρεται σε επικλινή θέση και προστίθενται βραδέως στα τοιχώματά του περίπου 10 σταγόνες **ΠΡΟΣΦΑΤΟΥ** κορεσμένου διαλύματος  $\text{FeSO}_4$ . Εάν υπάρχουν ιόντα  $\text{NO}_3^-$  στο διάλυμα, εμφανίζεται καστανός δακτύλιος στη διαχωριστική επιφάνεια των 2 στιβάδων.

#### **Παρατηρήσεις:**

1. Η ανίχνευση ιόντων  $\text{NO}_3^-$  μπορεί να γίνει και ως εξής: Στο διήθημα, το οποίο πιθανόν να περιέχει ιόντα  $\text{NO}_3^-$  προστίθεται στερεός  $\text{FeSO}_4$  μέχρι σχηματισμού κορεσμένου διαλύματος. Κατόπιν προστίθεται βραδέως στα τοιχώματα του επικλινούς σωλήνα περίπου 1 ml πυκνού  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (**ΑΠΑΓΩΓΟΣ**), οπότε εμφανίζεται καστανός δακτύλιος στη διαχωριστική επιφάνεια των 2 στιβάδων.
2. Υπενθυμίζεται, ότι η ανίχνευση των ιόντων  $\text{NO}_3^-$  με σχηματισμό καστανού δακτυλίου πρέπει να γίνει **χωρίς ανάδευση**.

---

<sup>1</sup> Απομάκρυνση ανιόντων IIIης ομάδας

<sup>2</sup> Απομάκρυνση περίσσειας κατιόντων  $\text{Ba}^{2+}$  και  $\text{Ag}^+$  με τη μορφή  **$\text{BaCO}_3$**  και  **$\text{Ag}_2\text{CO}_3$** .

## ΣΤΑΔΙΟ 3. ΣΥΣΤΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΝΙΟΝΤΩΝ - Ανίχνευση $\text{Cl}^-$

