

## Úloha č. 12

### Kvalitativní analýza anorganických iontů

---

#### Princip

Kvalitativní analýza je jednou z hlavních částí analytické chemie. Její podstatou je identifikace látek (prvky, ionty, sloučeniny, funkční skupiny atd.), které jsou obsaženy ve vzorku. Lze ji rozdělit na anorganickou a organickou kvalitativní analýzu. Podstatou klasické anorganické kvalitativní analýzy je důkaz přítomnosti určitého iontu ve vzorku pomocí charakteristických reakcí (analytických reakcí) s vhodným činidlem. Při volbě vhodné reakce k důkazu daného prvku je třeba uvážit její selektivitu – do jaké míry je důkaz jednoho prvku ovlivněn přítomností dalších složek a citlivost – v jak zředěném roztoku lze ještě prvek dokázat.

Podle selektivity lze reakce rozdělit na:

- skupinové – poukazují na přítomnost celých skupin iontů (umožňují rozdělení kationtů, aniontů do analytických tříd)
- selektivní – slouží k důkazu malého množství iontů, stupeň selektivity je závislý na reakčních podmínkách
- specifické – dokazují jednoznačně přítomnost jediného iontu (za definovaných podmínek)

Důkazové reakce provádíme buď na kapkovací destičce (používá se kapkovací keramická destička s bílou glazurou, reakce s bílými produkty sledujeme na skleněné kapkovací destičce proti tmavému pozadí) nebo ve zkumavce. Výhodou kapkovací destičky je malá spotřeba vzorku a reakčního činidla. Při provádění důkazových reakcí ve zkumavce je potřeba 1 – 5 ml vzorku. K provádění důkazu ve zkumavce se přistupuje v případě, že je třeba během reakce směs zahřívát či v případě, že se vzniklým produktem dále pracuje (sraženina, filtrát atd.). Důležitou podmínkou správného provedení experimentu je zamezení vzájemné kontaminace vzorků a činidel. Pomůcky pro kapkové reakce musí být dokonale čisté, protože každá sebemenší nečistota, např. i velmi malé zbytky roztoků z předchozích reakcí, mohou v malém objemu kapkových reakcí významně ovlivňovat nebo rušit průběh právě sledované reakce. Důkazy jednotlivých analytů v reálném vzorku je vhodné provádět paralelně s modelovým roztokem obsahujícím daný analyt a také se slepým vzorkem, který naopak daný analyt zcela jistě v dokazatelném množství neobsahuje.

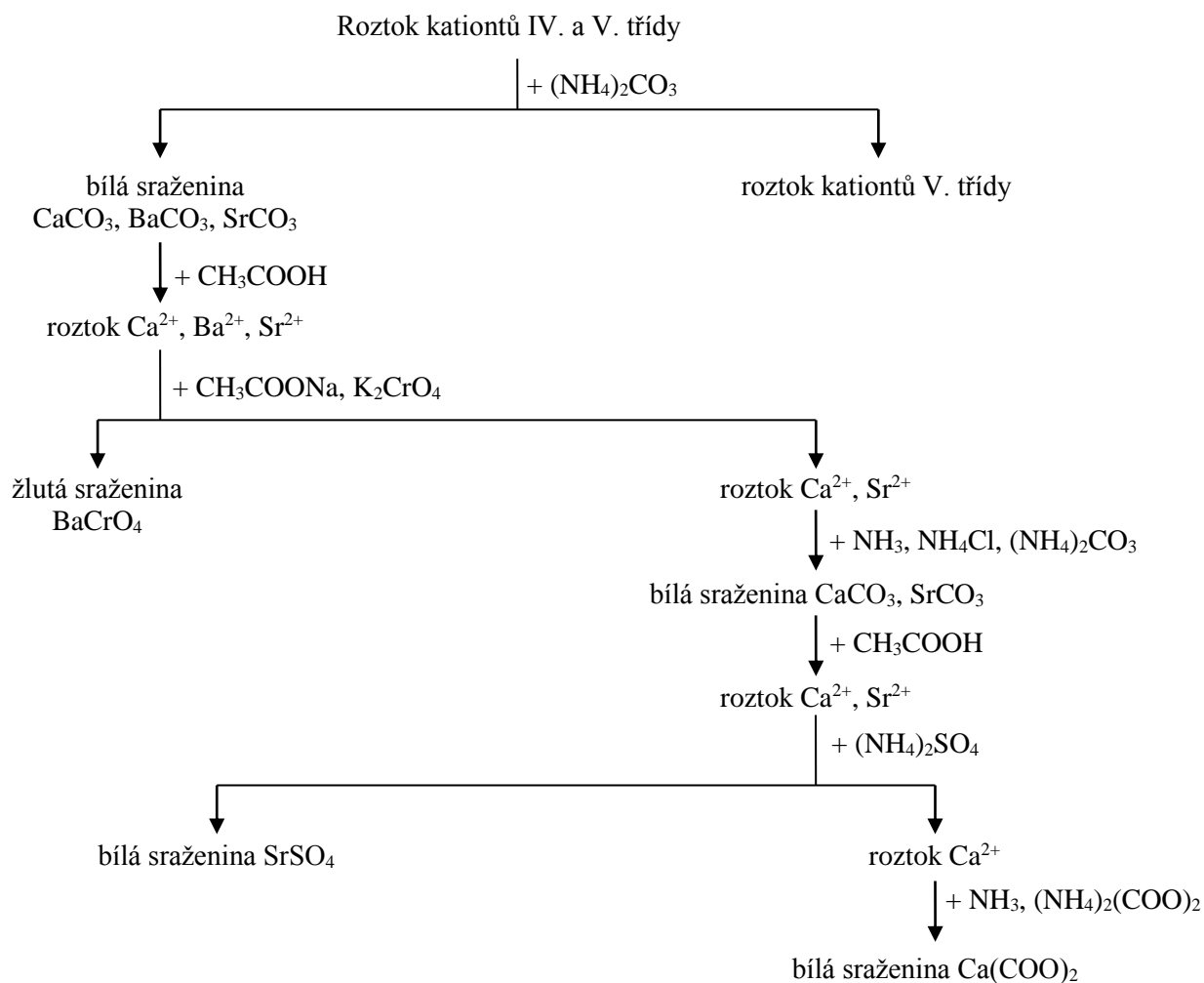
#### **Důkazy kationtů alkalických kovů a kovů alkalických zemin**

Kationty alkalických kovů jsou vesměs bezbarvé, jejich soli jsou obvykle dobře rozpustné a tvoří stabilní komplexy a jejich reakce zpravidla nejsou dostatečně citlivé a selektivní. Chemické důkazy kationtů alkalických kovů zpravidla vyžadují oddělení většiny ostatních analytů, včetně kationtů alkalických zemin. Podobně kationty kovů alkalických zemin ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  a  $\text{Ba}^{2+}$ ) neposkytují mnoho selektivních analytických reakcí, a proto se pomocí chemických reakcí obtížně dokazují. Velmi nesnadný je např. důkaz  $\text{Sr}^{2+}$  vedle velkých nadbytků  $\text{Ba}^{2+}$  či  $\text{Ca}^{2+}$ . Společnou vlastností kationtů alkalických kovů a kovů alkalických zemin však je charakteristická emise záření v plameni, tj. zbarvování plamene po vložení příslušného prvku, čehož se právě často v kvalitativní analytické chemii k důkazu zmíněných kationtů využívá. Následující tabulka uvádí přehled zbarvení plamene uvedenými kationty.

**Tab. 1:** Kationty a barva nsvítivého plamene

Kation	Zbarvení plamene	Rušení
Li <sup>+</sup>	Karmínově červená	Sr <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup>
Na <sup>+</sup>	Žlutá	
K <sup>+</sup>	Fialová	Na <sup>+</sup>
Ca <sup>2+</sup>	Cihlově červená	Na <sup>+</sup> , Li <sup>+</sup>
Sr <sup>2+</sup>	Červená	Li <sup>+</sup> , Ca <sup>2+</sup>
Ba <sup>2+</sup>	Zelená	Cu <sup>2+</sup>

Jak je z tabulky zřejmé, touto metodou lze snadno dokazovat pouze jeden kationt ve vzorku, nikoliv však jejich směsi. Mimo to plamen se barví působením dalších kovů, jako např. Cu, Co, Mn, Ni, Fe, Cr atd., proto musí být případné kationty těchto kovů ze vzorku odstraněny např. pomocí srážecích reakcí. Při sulfanovém postupu dělení kationtů se ze vzorku postupně oddělí kationty I. třídy (Ag<sup>+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup>) jako málo rozpustné chloridy pomocí zředěné HCl, poté se pomocí sulfanu vysráží sulfidy kationtů II. třídy (Cu<sup>2+</sup>, Bi<sup>3+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>, As<sup>3+</sup>, As<sup>5+</sup>, Sb<sup>3+</sup>, Sb<sup>5+</sup>, Sn<sup>2+</sup>, Sn<sup>4+</sup>) a po převedení do zásaditého prostředí pomocí amoniaku se vysráží málo rozpustné sulfidy a hydroxidy kationtů III. třídy (Al<sup>3+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>). V roztoku pak zůstanou kationty IV. třídy (Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>) a kationty V. třídy (Mg<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>), které lze dále rozdělit podle následujícího schématu:

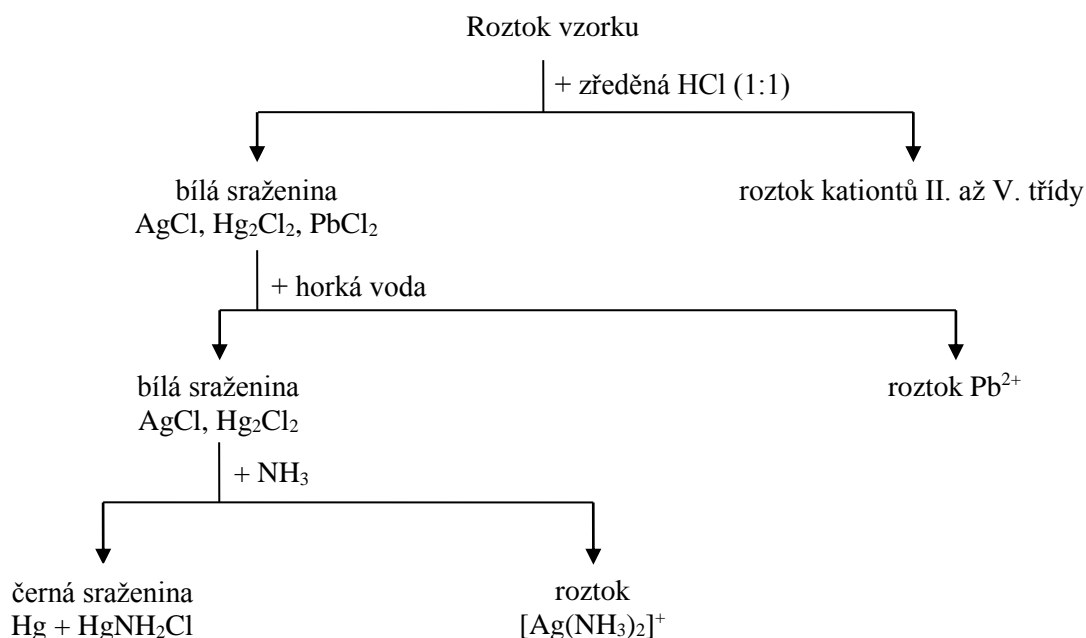


**Obr. 1:** Schéma dělení kationtů IV. třídy

Kationty  $\text{Ba}^{2+}$  se dále dokazují srážením zředěnou kyselinou sírovou jako bílá sraženina  $\text{BaSO}_4$ , nerozpustná ve zředěných kyselinách. Kationty  $\text{Mg}^{2+}$  lze dokázat srážením pomocí hydrogenfosforečnanu amonného z amoniakálního prostředí jako bílá sraženina  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$ , případně reakcí s organickým činidlem magneson (2,4-dihydroxy-4'-nitroazobenzen), které tvoří s vysráženým  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  modře zbarvenou adsorpční sloučeninu. Kationty  $\text{K}^+$  lze kromě plamenové zkoušky dokázat také vznikem žluté sraženiny při reakci a hexanitrokobaltitanem sodným.

### Dělení a důkazy kationtů I. třídy

Jak již bylo zmíněno, jako kationty I. třídy se označují ty, které se ze vzorku sráží pomocí zředěné  $\text{HCl}$  jako málo rozpustné chloridy, a jsou to kationty  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ . Přítomnost kationtu I. třídy se tedy projeví vznikem bílé sraženiny po přidání zředěné  $\text{HCl}$  ke vzorku. Za účelem zjištění přítomnosti konkrétního kationtu I. třídy je pak nutné oddělit jednotlivé kationty a provést specifické důkazové reakce. Dělení směsi kationtů I. třídy se provádí podle následujícího schématu:

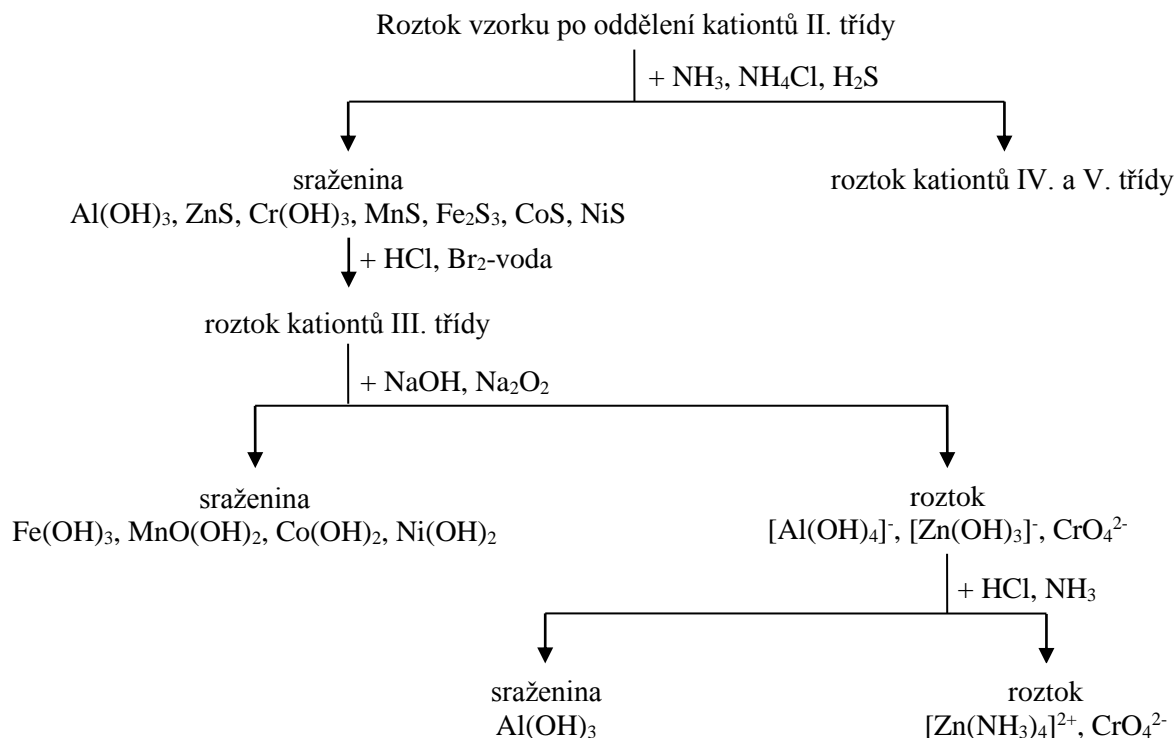


**Obr. 2:** Schéma dělení kationtů I. třídy

Kationty  $\text{Pb}^{2+}$  pak lze dokázat reakcí s chromanem draselným za vzniku žluté sraženiny  $\text{PbCrO}_4$ , reakcí s kyselinou sírovou za vzniku bílé sraženiny  $\text{PbSO}_4$  a reakcí s jodidem za vzniku žluté krystalické sraženiny  $\text{PbI}_2$ . Stříbrné ionty lze dokázat rozkladem diamminstříbrného komplexu okyselením pomocí zředěné  $\text{HNO}_3$  za vzniku bílé sraženiny  $\text{AgCl}$ . Kationty rtuťné a rtuťnaté lze také dokázat redukcí pomocí chloridu cínatého za vzniku nejprve bílé sraženiny  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , která se časem barví do šeda vznikající elementární rtuť. Z kationtů II. třídy budou možná v zadaném vzorku přítomny ionty  $\text{Cu}^{2+}$ ; jejich přítomnost se projeví jednak modrým zbarvením filtrátu po srážení chloridů kationtů I. třídy a dokázat je lze např. reakcí s kupronem ( $\alpha$ -benzoinoxim) za vzniku zelené sraženiny, nerozpustné v zředěném amoniaku.

### Dělení a důkazy kationtů III. třídy

Do III. třídy se zařazují kationty, které se sráží v prostředí amoniakálního pufru jako sulfidy nebo hydroxidy. Do této třídy patří kationty  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$  a  $\text{Ni}^{2+}$ . Dělení směsi kationtů třetí třídy za účelem provedení specifických důkazových reakcí lze provést dle následujícího schématu:



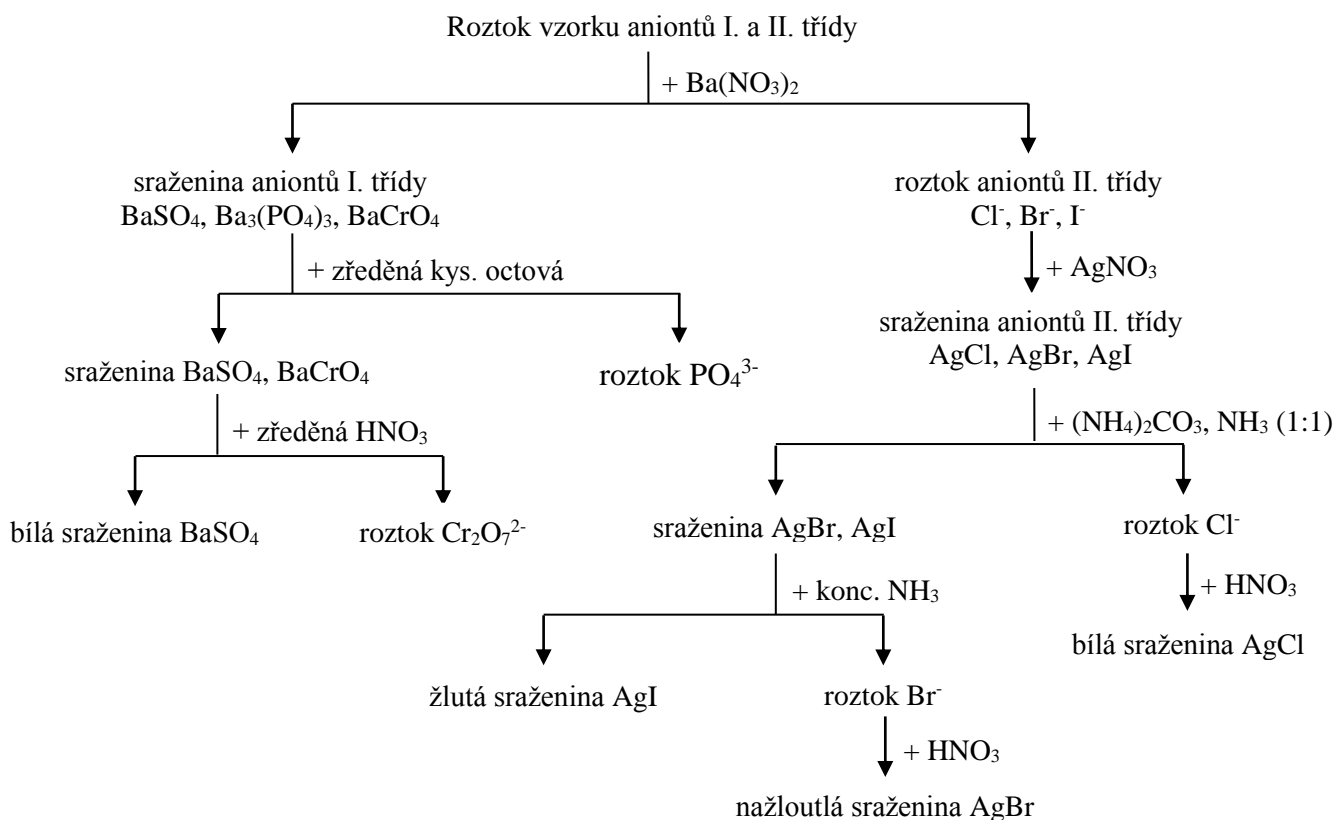
**Obr. 3:** Schéma dělení kationtů III. třídy

Pro zjednodušení nebudou v této laboratorní úloze v zadaném roztoku vzorku obsaženy jiné kationty III. třídy, než  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$  a  $\text{Ni}^{2+}$  a nebude se do roztoku vzorku přidávat sulfan. Nikelnaté ionty tvoří rozpustný komplex  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ , zůstanou tedy při prvním srážení v roztoku a bude je lze dokázat reakcí s diacetyldioximem za vzniku červené sraženiny. Kationty  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Cr}^{3+}$  se v tomto případě oba vysráží jako hydroxidy, přičemž při reakci s peroxidem a alkalickým prostředí  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  zůstane ve sraženině, zatímco  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  se zoxiduje na chroman a přejde do roztoku, tak jak naznačuje schéma na Obr. 3. Chrom se pak dokazuje jako aniont  $\text{CrO}_4^{2-}$  (viz následující kapitola). Železité ionty lze dokázat reakcí s thiokyanatanem za vzniku červeně zbarveného komplexu nebo s hexakvanoželeznatanem za vzniku berlínské modři.

### Dělení a důkazy aniontů

Anionty se rozdělují podle reakce s kationty  $\text{Ba}^{2+}$  a  $\text{Ag}^+$  do tří tříd. První třída zahrnuje anionty, které tvoří málo rozpustné produkty s barnatými kationty. Z běžných aniontů do ní patří  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{AsO}_4^{3-}$ ,  $\text{BO}_2^-$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$  a  $\text{F}^-$ . S výjimkou fluoridů se anionty první třídy sráží rovněž působením kationtů stříbrných. Do druhé třídy zahrnuje anionty, které se sráží pouze s kationty stříbrnými, ale nesráží se s kationty barnatými. Patří sem anionty  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ,  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ,  $\text{S}^{2-}$  a  $\text{NO}_2^-$ . Anionty třetí třídy se

nesráží ani stříbrnými ani barnatými ionty a jsou to  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{ClO}_3^-$  a  $\text{ClO}_4^-$ . V této laboratorní úloze budete mít v zadaném vzorku aniontů pro zjednodušení přítomny pouze některé z následujících aniontů:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  a  $\text{CrO}_4^{2-}$ . Jejich dělení je možno znázornit následovně:



**Obr. 4:** Schéma dělení aniontů  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  a  $\text{CrO}_4^{2-}$

Po rozdělení jednotlivých aniontů ze vzorku pak lze fosforečnany v roztoku dokázat s molybdenovou solucí za vzniku žluté sraženiny  $(\text{NH}_4)_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$ . Chromany, respektive dichromany, na které se v kyselém prostředí přeměňují, lze dokázat reakcí s peroxidem vodíku za vzniku intenzivní fialově modrého roztoku peroxidu chrómu  $\text{CrO}_5$ . V neutrálním roztoku lze chromany také dokázat reakcí s  $\text{AgNO}_3$  za vzniku červené sraženiny  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  a reakcí s octanem olovnatým za vzniku žluté sraženiny  $\text{PbCrO}_4$ . Jako důkaz síranů v této úloze postačí vznik bílé sraženiny  $\text{BaSO}_4$  nerozpustné v kyselině dusičné, ovšem sírany se dokazují také reakcí s octanem olovnatým za vzniku bílé sraženiny  $\text{PbSO}_4$ , rozpustné v roztocích alkalických hydroxidů. Pro důkaz chloridů, bromidů a jodidů v této úloze je postačující zkouška rozpustnosti vzniklé sraženiny, tak jak je naznačena v uvedeném schématu. Pokud by ale ve vzorku byly přítomny i další anionty II. třídy, bylo by nutné provést další reakce. Např. kyanidy a hexakvanoželezitany by se ze vzorku vysráželi pomocí  $\text{ZnSO}_4$ , bromidy a jodidy by se dokázaly reakcí s chlorovou vodou atd.

### Chemikálie a činidla

Koncentrovaná kyselina chlorovodíková, zředěná kyselina chlorovodíková 1:1, zředěná kyselina dusičná 1:1, vodný roztok kyseliny sírové 1 mol/l, vodný roztok kyseliny šťavelové 0,5 mol/l, koncentrovaný amoniak, zředěný amoniak 1:1, 10% vodný roztok amoniaku, 10%

vodný roztok hydroxidu sodného, nasycený roztok uhličitanu amonného ve vodě, 5% vodný roztok peroxidu vodíku, 10 % vodný roztok hexakynoželeznatanu draselného, 1% vodný roztok dimethylglyoximu, 5% roztok benzoinoximu (KUPRON) v ethanolu, 0,5% vodný roztok octanu olovnatého, vodný roztok chromanu draselného 0,5 mol/l, vodný roztok dusičnanu draselného 0,1 mol/l, chlorid amonný p.a., isoamylalkohol p.a., molybdenová soluce, modelové vzorky roztoků solí dokazovaných iontů.

## Pracovní postup

### 1. Důkazy kationtů alkalických kovů a kovů alkalických zemin

Proveďte plamenové zkoušky s modelovými vzorky roztoků solí alkalických kovů a kovů alkalických zemin, pozorujte a zaznamenejte si zbarvení plamene u jednotlivých zkoušených prvků. Poté proveďte plamenovou zkoušku se zadaným neznámým vzorkem (**vzorek č. 1**) a porovnáním zbarvení plamene s předchozími výsledky u modelových roztoků odhadněte, který kationt je obsažen v zadaném neznámém vzorku. **Při zapalování plynového kahanu a veškeré činnosti s ním dbejte ve zvýšené míře na svou bezpečnost a požární ochranu! Po celou dobu provádění plamenových zkoušek mějte zapnuté odsávání digestoře a po ukončení všech plamenových zkoušek kahan ihned vypněte.**

**Provedení.** Platinový drátek před každou zkouškou nejprve vyčistěte namočením do koncentrované HCl, vyžiháním v nesvítivém plameni až do červeného žáru, opláchnutím destilovanou vodou a opětovným vyžiháním v plameni. Takto připravený drátek ponořte krátce do daného vzorku, poté jej vložte do nesvítivé části plamene a pozorujte zbarvení plamene.

Další zkoušky pak provádějte vždy současně se zadaným neznámým vzorkem i s modelovým roztokem příslušného kationtu a také s destilovanou vodou jako slepým vzorkem. V případě přítomnosti kationtu v zadaném vzorku byste měli pozorovat stejnou reakci jako u modelového vzorku, naopak v případě jeho nepřítomnosti stejnou (žádnou) reakci, jako u slepého vzorku.

**Provedení.** Na skleněné kapkovací destičce:

- smíchejte 1 kapku roztoku vzorku a 1 kapku 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, přítomnost Ba<sup>2+</sup> se projeví vznikem bílé sraženiny síranu barnatého.
- smíchejte 1 kapku roztoku vzorku a 1 kapku roztoku kyseliny šťavelové, přítomnost Ca<sup>2+</sup> se projeví vznikem bílé sraženiny šťavelanu vápenatého.

Bude-li ve vzorku přítomen kationt Sr<sup>2+</sup>, vznikne bílá sraženina jak s kyselinou sírovou, tak i s kyselinou šťavelovou. Bude-li ve vzorku přítomen kationt alkalického kovu, nevznikne naopak sraženina ani v jednom případě.

Vzorek pro tuto část úlohy (**vzorek č. 1**) bude obsahovat pouze jeden z dokazovaných kationtů. Do protokolu uveďte výsledky pozorování u všech provedených pokusů a rovnice všech prováděných chemických reakcí.

### 2. Důkazy kationtů I. a II. třídy

Zadaný neznámý vzorek pro tuto část úlohy (**vzorek č. 2**) bude obvykle obsahovat jeden až dva z kationtů Pb<sup>2+</sup>, Ag<sup>+</sup>, Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup> a Cu<sup>2+</sup>. Důkazové reakce v této části úlohy provádějte současně se zadaným neznámým vzorkem, s modelovými roztoky příslušných kationtů i s destilovanou vodou jako slepým vzorkem.

K 1 - 2 ml roztoku vzorku ve zkumavce přidejte za stálého míchání po kapkách zředěnou HCl (1:1), dokud se tvoří sraženina. Směs poté protřepejte a nechejte usadit, přikápnutím další kapky HCl vyzkoušejte, zda bylo vysrážení úplné. Obsah zkumavky opět

promíchejte a nechejte stát cca 10 minut. Sraženinu poté odfiltrujte a promyjte malým množstvím zředěné HCl, přičemž veškerý filtrát jímejte do čisté zkumavky. Ve filtrátu proveďte důkaz mědi: na suchý filtrační kápněte 1 kapku filtrátu, přidejte jednu kapku činidla "kupron" a skvrnu vystavte působení par amoniaku nad hrdlem lahvičky s koncentrovaným amoniakem; pokud skvrna zezelená, byla ve vzorku přítomná měď. Sraženinu zachycenou na filtru promyjte třikrát cca 1 - 2 ml horké destilované vody a filtrát jímáme do další čisté zkumavky. V tomto filtrátu proveďte důkazy kationtů  $Pb^{2+}$  na kapkovací destičce:

- k 1 kapce vzorku přidejte 1 - 2 kapky 1M  $H_2SO_4$ ; byl-li ve vzorku  $Pb^{2+}$ , vznikne bílá sraženina  $PbSO_4$ , která se rozpustí po přidání několika kapek 10% NaOH.
- k 1 kapce vzorku přidejte 1 - 2 kapky roztoku  $K_2CrO_4$ ; byl-li ve vzorku  $Pb^{2+}$ , vznikne žlutá sraženina  $PbCrO_4$ .

Sraženinu, která zůstala na filtru, dále promyjeme cca 1 - 2 ml zředěného amoniaku a filtrát jímejte do další čisté zkumavky. V tomto filtrátu proveďte důkaz kationtů  $Ag^+$ : do zkumavky vhodte malý kousek indikátorového pH papírku a opatrně přikapávejte zředěnou kyselinu dusičnou (1:1) až do zčervenání pH papírku; byl-li ve vzorku  $Ag^+$ , vyloučí se zpět bílá sraženina  $AgCl$ . Pokud vzorek obsahoval také  $Hg_2^{2+}$ , sraženina zachycená na filtru se při promývání amoniakem zcela nerozpustí a navíc po chvíli zčerná.

Do protokolu pak uveďte spolu s podrobnými výsledky pozorování u všech provedených pokusů také rovnice všech prováděných chemických reakcí.

### **3. Důkazy kationtů III. třídy**

Zadaný neznámý vzorek pro tuto část úlohy (**vzorek č. 3**) bude obvykle obsahovat jeden až dva z kationtů  $Fe^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$  a  $Ni^{2+}$ . Důkazové reakce v této části úlohy opět provádějte současně se zadaným neznámým vzorkem, s modelovými roztoky příslušných kationtů i s destilovanou vodou jako slepým vzorkem.

K 1 - 2 ml roztoku vzorku ve zkumavce přidejte na špičku lžičky pevného  $NH_4Cl$ , zahřejte k varu a za horka přidávejte zředěný amoniak do té doby, až je ze zkumavky amoniak výrazně cítit. Poté obsah zkumavky přefiltrujte přes papírový filtr a filtrát jímejte do čisté zkumavky. Ve filtrátu proveďte důkaz  $Ni^{2+}$ : na suchý filtrační papír kápněte 1 kapku vzorku, přidejte 2 kapky činidla "dimethylglyoxim" a skvrnu vystavte působení par amoniaku nad hrdlem lahvičky s koncentrovaným amoniakem; pokud skvrna zružoví, znamená to, že byly ve vzorku přítomny kationty  $Ni^{2+}$ . Sraženinu, která zůstala na filtru, promyjte horkou destilovanou vodou (filtrát z tohoto promývání se může vylít do odpadu, není potřebný pro další pokusy), a poté promytou sraženinu rozpustíte v co nejmenším množství zředěné HCl (1:1), přičemž filtrát jímejte do čisté zkumavky. Poté smíchejte ve zkumavce stejné objemové díly získaného filtrátu, 10% NaOH a 5%  $H_2O_2$  a směs zvolna přivedeme k varu, zředte dalším objemovým dílem destilované vody a povařte cca 2 minuty. Vzniklou sraženinu odfiltrujte a filtrát jímejte do čisté zkumavky. V tomto filtrátu proveďte důkaz chromanu pomocí octanu olovnatého: přidejte několik kapek roztoku octanu olovnatého; vznik žluté sraženiny chromanu olovnatého je důkazem přítomnosti kationtů  $Cr^{3+}$  v původním vzorku. Sraženinu zachycenou na filtru rozpustíte ve zředěné kyselině chlorovodíkové a filtrát jímejte do další zkumavky. V tomto filtrátu pak proveďte důkaz  $Fe^{3+}$  na kapkovací destičce: k 1 kapce vzorku přidejte 1 kapku koncentrované HCl a 1 kapka 10%  $K_4[Fe(CN)_6]$ ; přítomnost  $Fe^{3+}$  se projeví vznikem modré sraženiny.

Do protokolu pak uveďte spolu s podrobnými výsledky pozorování u všech provedených pokusů také rovnice všech prováděných chemických reakcí.

#### 4. Důkazy aniontů

Zadaný neznámý vzorek k této části úlohy (**vzorek č. 4**) bude obvykle obsahovat jeden až tři z aniontů  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  a  $\text{CrO}_4^{2-}$ . Důkazové reakce opět provádějte současně se zadaným neznámým vzorkem, s modelovými roztoky příslušných aniontů i s destilovanou vodou jako slepým vzorkem.

K cca 2 - 3 ml zadaného vzorku přidávejte roztok  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  tak dlouho, dokud se tvoří sraženina. Vzniklou sraženinu poté odfiltrujte, filtrát jímejte do čisté zkumavky a uschovejte pro důkaz aniontů II. třídy. Sraženinu zachycenou na filtru promyjte kyselinou octovou a filtrát jímejte do další čisté zkumavky. ~~V tomto filtrátu proveďte důkaz fosforečnanů: k 3 kapkám vzorku ve zkumavce přidávejte 2M  $\text{HNO}_3$  do zřetelně kyselé reakce, zahřejte na vodní lázni k varu a poté přidejte několik kapek molybdenové soluce; pokud vzorek obsahoval fosforečnany, dojde ke vzniku žluté sraženiny.~~ Sraženinu, která zůstala na filtru po promytí kyselinou octovou, dále promyjte zředěnou kyselinou dusičnou a filtrát opět jímejte do další čisté zkumavky. V tomto filtrátu pak proveďte důkaz chromanů redukcí na chromovou modř: ke 2 kapkám vzorku ve zkumavce přidejte 10 kapek izoamylalkoholu, 1 kapku 5%  $\text{H}_2\text{O}_2$  a za opakovaného protřepávání několik kapek 1M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; vznik fialově modrého zbarvení je důkazem přítomnosti aniontů  $\text{CrO}_4^{2-}$  v původním vzorku. Pokud po promývání kyselinou dusičnou zůstane na filtru bílá sraženina, je to  $\text{BaSO}_4$ , ale protože bílá sraženina na bílém filtračním papíře se nepadno pozoruje, proveďte důkaz síranů s novým podílem původního vzorku následovně: k 1 ml vzorku ve zkumavce přidejte 1 ml roztoku dusičnanu barnatého, směs protřepejte, okyselte zředěnou kyselinou dusičnou a opět protřepejte; za přítomnosti síranů zůstane na dně zkumavky těžká bílá sraženina  $\text{BaSO}_4$  (ostatní barnaté soli jsou v kyselině dusičné rozpustné).

K filtrátu uschovanému pro důkaz aniontů II. třídy přidávejte roztok  $\text{AgNO}_3$  tak dlouho, dokud se tvoří sraženina. Vzniklou sraženinu pak odfiltrujte, převedte (odfiltrovanou sraženinu) do čisté zkumavky, přidejte cca 2 ml nasyceného roztoku uhličitanu amonného, cca 0,5 ml zředěného amoniaku (1:1), směs důkladně protřepejte, přefiltrujte a filtrát jímejte do čisté zkumavky. V tomto filtrátu proveďte důkaz chloridů: k filtrátu přidávejte opatrně zředěnou kyselinu dusičnou do zřetelně kyselé reakce (ověřte pH papírkem); za přítomnosti chloridů vznikne bílý zákal  $\text{AgCl}$ . Sraženinu zachycenou na filtru přeneste do další čisté zkumavky, přidejte cca 2 ml koncentrovaného amoniaku a důkladně protřepejte. Pokud při třepání s koncentrovaným amoniakem zůstane ve směsi sraženina, byly ve vzorku přítomny jodidy (původně žlutá sraženina  $\text{AgI}$  se pouze působením amoniaku vybledne). Případnou sraženinu  $\text{AgI}$  odfiltrujte, filtrát opět jímejte do další čisté zkumavky a v tomto filtrátu proveďte důkaz bromidů: k filtrátu pomalu přikapávejte zředěnou  $\text{HNO}_3$  do kyselé reakce; vyloučený nažloutlá sraženina  $\text{AgBr}$  dokazuje přítomnost bromidů v původním vzorku.

Podobně jako v prvních dvou částech úlohy i zde uveďte do protokolu výsledky pozorování při všech prováděných experimentech a doplňte je o rovnice probíhajících chemických reakcí.

**Poznámka k hodnocení úlohy:** Po dokončení všech pokusů nahlásí studenti vyučujícímu, které ionty dokázali v zadaných neznámých vzorcích. Za každou chybu se snižuje o jeden stupeň (dle ECTS) klasifikace z praktické části úlohy, přičemž za chybu se považuje jak nenahlášení iontu přítomného ve vzorku, tak i nahlášení iontu, který ve vzorku přítomen nebyl (tj. nahlášení jiného iontu, namísto toho, který byl ve vzorku přítomen, jsou dvě chyby a výsledná známka se snižuje o dva stupně, např. z A na C).



## Doplňkové příklady:

1.

V kvalitativní analýze je významným pojmem *citlivost reakce*, která nám v podstatě říká, jak malé množství analytu jsme schopni danou reakcí ve vzorku dokázat. Jedním z možných vyjádření citlivosti reakce je tzv. *mezní zředění*, zpravidla označované symbolem  $D$ , což je nejmenší dokazatelná koncentrace daného analytu v jednotkách g/ml. Běžně se pak používá veličina  $pD$ , což je záporný dekadický logaritmus mezního zředění:  $pD = -\log D$ .

Vypočítejte, jaká nejmenší hmotnost analytu musí být přítomna v kapce vzorku (objem jedné kapky při provádění kapkovacích reakcí je cca 0,03 ml), jestliže daná reakce má hodnotu  $pD=5,3$ .

2.

Neznámým vzorkem je bílá krystalická látka rozpustná za studena ve vodě. Z roztoku se nesráží zředěnou kyselinou chlorovodíkovou, sulfanem v kyselém ani v amoniakálním prostředí ani uhličitánem amonným. Plamen se barví tuhým vzorkem i roztokem žlutě. Při důkazu aniontů se nesráží dusičnanem barnatým, ale s dusičnanem stříbrným tvoří bílou sraženinu rozpustnou ve zředěném amoniaku. O jakou látku se jedná? Popište uvedené reakce chemickými rovnicemi.

3.

Pojmenujte následující komplexní ionty a sloučeniny:  $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ,  $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ ,  $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ ,  $[\text{SbCl}_4]^-$ ,  $[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{2-}$ ,  $[\text{Zn}(\text{OH})_3]^-$ ,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ,  $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ ,  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ,  $(\text{NH}_4)_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$ ,  $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ ,  $[\text{Fe}(\text{NO}_2)]^{2+}$ ,  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ ,  $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ ,  $(\text{NH}_4)_2[\text{SiF}_6]$

4.

Popište, jak byste připravili jednotlivé roztoky uvedené výše v seznamu chemikálií a činidel, včetně případných nezbytných výpočtů navážek a potřebných objemů rozpouštědel.

5.

Uveďte chemické vzorce následujících sloučenin: magneson, kupron, hexanitrokobaltitan sodný, diacetyldioxim, hexakynoželeznatan železitý. V případě organických sloučenin uveďte kromě sumárního vzorce také vzorec strukturní.