

## Kvalitativní analýza

- Úvod, metodika, sulfanový způsob dělení kationtů

1

## Kvalitativní analýza

- Kvalitativní analýza zkoumá druh, kvalitu složek studovaných látek. Určuje z čeho se látka skládá.
- Podle povahy zkoumaných látek rozlišujeme analýzu *organickou* a *anorganickou*.
  - Protože struktura a vlastnosti obou druhů látek jsou rozdílné, liší se i metody jejich stanovení.
- Podle pracovní techniky dělíme analytické metody na *klasické* a *instrumentální*.

2

## Kvalitativní analýza

- Aby byla reakce použitelná v kvalitativní analýze je nutné, aby byl její průběh doprovázen pozorovatelnými změnami, např. vznik nebo rozpuštění sraženiny, změna zabarvení, atd.
- Reakce musí být pro určitou skupinu látek charakteristická. Z tohoto hlediska rozlišujeme:
  - *Skupinové reakce* – stejným způsobem reagují celé skupiny látek. Tyto reakce umožňují rozdělení kationtů a aniontů do analytických tříd. Např. kyselina chlorovodíková poskytuje sraženinu se třemi běžnými kationty  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  a  $\text{Hg}_2^{2+}$ .
  - *Selektivní reakce* – omezené na úzký okruh látek. Stupeň selektivity je závislý na reakčních podmínkách. Vhodnou volbou pH, teploty, maskovacích činidel, atd. je lze využít i pro stanovení jednotlivých iontů. Např. thiomocovina tvoří žluté zabarvené komplexní soli s kationty  $\text{Bi}^{3+}$  a  $\text{Sb}^{3+}$ .
  - *Specifické reakce* – umožňují důkaz jednotlivého iontu i v přítomnosti jiných látek. Tyto reakce jsou pro kvalitativní analýzu nejužitečnější, bohužel vhodných reakcí je relativně málo. Např. diacetyldioxim reaguje v amoniakálním prostředí pouze s ionty  $\text{Ni}^{2+}$  za vzniku červené sraženiny.

3

## Kvalitativní analýza

- K důkazu iontů lze použít jen reakce dostatečně citlivé. Citlivost reakcí je ovlivňována nejen charakterem reakce, ale i subjektivními vlastnostmi pracovníka.
- Citlivost chemických reakcí se popisuje *mezi dokazatelností*, což je nejmenší množství látek, které lze danou reakcí dokázat.

4

## Orientační zkoušky s tuhým vzorkem

- Nejprve je vhodné testovat barvu vzorku, zápach, rozpustnost ve vodě, v kyselinách a zásadách. Důležitá je také barva vzniklých roztoků.
- Mezi orientační zkoušky s tuhým vzorkem patří
  - tavení v boraxové nebo fosforečnanové perle (viz pigmenty)
  - zahřívání látek v baničce
  - plamenové zkoušky (viz pigmenty)
  - reakce se zředěnou a koncentrovanou kyselinou sírovou
  - heparová zkouška

5

## Zahřívání v baničce

- Do malé baničky umístíme trochu vzorku a opatrně zahříváme. Všimáme si změn a průvodních dějů.

- Pozorování

krystaly praskají  
taví se, tají

sublimují

rozkládají se za uvolňování plynů

bezbarvých O<sub>2</sub>

CO<sub>2</sub>

hnědých Br<sub>2</sub>

NO<sub>2</sub>

hydráty solí, dusičnany  
halogenidy, uhličitany, fosforečnany  
alkalických kovů  
NH<sub>4</sub>Cl, HgCl<sub>2</sub>

dusičnany

uhličitany těžkých kovů

bromidy

dusičnany, dusitany

6

## Reakce s kyselinou sírovou

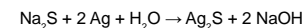
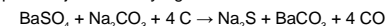
- K malému množství vzorku se přidají tři kapky zředěné H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+4), směs se jemně protřepe a pozoruje se účinek. Jestliže nevznikají bublinky a nedochází k rozkladu za chladu, roztok se zahřeje.

Plyn	Zabarvení	Zápach	Anionty
Za chladu			
CO <sub>2</sub>	bezbarvý	bez zápachu	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
SO <sub>2</sub>	bezbarvý	ostrý čpavý	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
SO <sub>2</sub> + kolidní S			S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
HCN	bezbarvý	hořkomandlový	CN <sup>-</sup>
H <sub>2</sub> S	bezbarvý	shnilá vejce	HS <sup>-</sup> , S <sup>2-</sup>
NO <sub>2</sub>	hnědý	dráždivý	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>
Za tepla			
HCl	bezbarvý	ostrý dráždivý, na vzduchu dýmá	Cl <sup>-</sup>
HBr	bezbarvý		Br <sup>-</sup>
I <sub>2</sub>	fialový	dráždivý	I <sup>-</sup>
CH <sub>3</sub> COOH	bezbarvý	vinný	CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup>
NO <sub>2</sub>	hnědý	dráždivý	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>

7

## Heparová zkouška

- Anionty obsahující síru (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SCN<sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>) se redukuje uhlíkem v přítomnosti uhličitanu sodného na sulfid sodný, který se dokáže stříbrným plíškem jako v hnědý Ag<sub>2</sub>S.



- Postup:

- Špejli několikrát ponoříme do nasyceného roztoku Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, a krátce ji zahřejeme v plameni (aby došlo k odpaření vody).
- Na špejli poté nanese zkoumaný vzorek a opatrně žiháme v redukčním plameni.
- Ohořelou část položíme na stříbrný plíšek a ovlhčíme vodou.
- Vznikl hnědý skvrny Ag<sub>2</sub>S je důkazem přítomnosti některého z uvedených aniontů.

8

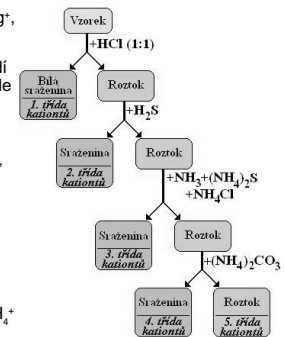
## Systematické dělení kationtů

- Důkaz kationtů v libovolné směsi bez předběžného oddělení, pouze za využití specifických reakcí, je prakticky nemožný. Téměř vždy je nutné rozdělit ionty na základě skupinových reakcí do skupin, ve kterých lze použít specifické reakce.
- Existuje několik způsobů dělení kationtů, které jsou založeny na srážecích, redoxních nebo komplexotvorných reakcích.
- Nejčastěji se využívá *sulfanového způsobu dělení kationtů*, který dělí kationty do pěti skupin na základě reakcí se skupinovými činidly.

9

## Sulfanová zkouška

- Kationty I. třídy tvoří sraženinu s HCl.  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ .
- Kationty II. třídy tvoří v kyselém prostředí (pH 0,5) sraženinu s  $\text{H}_2\text{S}$  a dělíme je dále na 2 podskupiny:
  - Kationty II.A třídy –  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$
  - Kationty II.B třídy –  $\text{As}^{3+}$ ,  $\text{As}^{5+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Sb}^{5+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{4+}$
- Kationty III. třídy - sulfidy nerozpustné v alkalickém prostředí (pH 8,5).  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  a  $\text{Cr}^{3+}$
- Kationty IV. třídy tvoří nerozpustné uhličitany.  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , a  $\text{Sr}^{2+}$
- Kationty V. třídy -  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  a  $\text{NH}_4^+$



10