

Otrā daļa.

Kvalitatīvā analīze

Vielas iedalījums.

Analizējamo vielu sadala trijās daļās. Vienu daļu izlieto katiōnu analīzei, otru aniōnu analīzei, bet trešo lielāko daļu atstāj speciālām reakcijām, priekšmēģinājumiem un atkārtojumiem. Apstrādāšanai ieteicams ņemt tik daudz vielas, ka lai parastās operācijas varētu izdarīt mēģināmā stobriņā, t. i. 0,2—0,5 g sausas vielas 10—20 cm³ šķīdumā.

Kvalitatīvā analīze sadalās sekojošās daļās:

- 1) priekšmēģinājumos,
- 2) vielas sagatavošanā analīzei slapjā ceļā,
- 3) katiōnu jeb elektropozitīvo sastāvdaļu uzmeklēšanā un
- 4) aniōnu jeb elektronegatīvo sastāvdaļu uzmeklēšanā.

I. Priekšmēģinājumi

91. §. Priekšmēģinājumu nolūks ir — ātri un ar vienkāršiem līdzekļiem izzināt analizējamās vielas varbūtēju sastāvu un tādā kārtā paredzēt un novērst traucējumus un sarežģījumus slapjās analīzes gaitā. Priekšmēģinājumus izdara galvenā kārtā ar sausu analizējamo vielu. Ja analīzē ir dots šķidrums, tad viena šķidruma daļa ir jāiztvaicē un priekšmēģinājumi jāizdara ar sauso atlikumu.

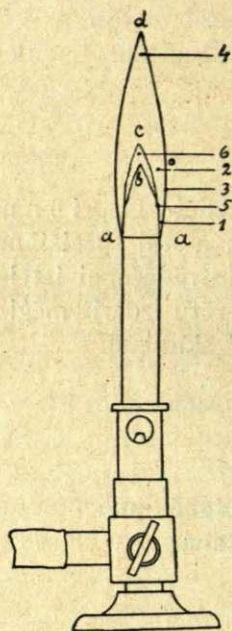
Ieteicami sekojošie priekšmēģinājumi:

- 1) karsēšana karsējamā stobriņā,
- 2) reducēšana ar sodu uz ogle,
- 3) krāsainas borāka vai fosfāta pārles pagatavošana,
- 4) mēģinājums nokrāsot tumšu liesmu,
- 5) uzsoedrējums uz aukstas porcelāna bļodiņas,
- 6) sakausējums ar sodu un salpetri,
- 7) apstrādāšana ar NaOH sārmu un
- 8) apstrādāšana ar H₂SO₄ skābi.

Bunzena deglis.

92. §. Karsēšanai analitiskās operācijās visvairāk lieto Bunzena degli (10. zīm.). Ar degļa iekšējo konstrukciju vislabāk var iepazīties, to izjaucot un atkal saliekot. Vairāk vai mazāk atgriežot aizgriezni, deglim var pievadīt lielāku vai mazāku gāzes plūsmu. Gaisa pieplūdumu var rēgulēt,

vairāk vai mazāk noslēdzot gaisa pievada caurumus, ko izdara, griežot aptveri, kas atrodas stobra apakšējā galā. Tā sauc. *t a u p ī b a s* deglim stobrā ir vēl tieva gāzes pievada caurule, kas nenoslēdzas, kad pilnīgi aiztaisa aizgriezni. To lieto tad, kad deglis kādu laiku nav vajadzīgs, un kad to negrib izdzēst.



10. zīm.

Kad aptvere nostādīta tā, ka abi gaisa caurumi ir cieti, tad deglis deg ar *g a i š u* liesmu. Gaismu izstaro *c i e t a s* sakarsētas oglekļa daļiņas, kas rodas no deggāzes pakāpeniskas sadegšanas. Ja gaisa caurumi ir vaļā, liesma ir *t u m š a*, jo pietiekamā skābekļa daudzumā deggāze sadeg tieši par ogļskābes gāzi, neradot cietas oglekļa daļiņas. Ja gaisa caurumi ir vaļā un gāzes plūsmu pakāpeniski samazina, tad liesma „sitas atpakaļ“, ieraujas stobrā un deg pie caurumiņa, pa kuŗu gāze ieplūst deglī. Deglis tad stipri sakarst. Tādā gadījumā gāze jānoslēdz, jāpagaida, kamēr deglis atdziest, jāaiztaisa ar aptveri gaisa caurumi un tad deglis jāaizdedzina. Vispār, katrai gāzes plūsmai jāpieregulē arī gaisa plūsma, attiecīgi nostādot gaisa caurumu aptveri.

Tumšā liesma ir karstāka kā gaišā. Ja gaišā liesmā, nemainot gāzes plūsmu, atverot gaisa caurumus, ievada gaisu, tad reizē ar spīdēšanas izbeigšanos samazinās arī liesmas augstums. Tas pats gāzes daudzums tad sadeg mazākā telpā, tādēļ temperatūra ir augstāka. Tumšā liesmā var saskatīt trīs joslas ar dažādu temperatūru. Iekšējā konā *a b a*, kas atrodas tūlīn virs degļa stobra, ir viszemākā temperatūra. Te vēl nenotiek gāzes degšana. Degkociņš, ievadīts šai konā, neaizdegas. Nākošā josla *a c a b a* arī nav visai karsta. Te gāzes sadegšana nav pilnīga, jo pievadītā gaisa plūsma ir par mazu. Visaugstākā temperatūra ir ārējā daļā *a d a c a*, kur karstās gāzes sajaucas ar ārējo gaisu un kur sadegšana ir pilnīga. Te temperatūra sniedzas pāri 1500°, jo tieva dzelzs stiepule te sakūst. Dažreiz ir vajadzīga šaura plakana liesma. To dabū, ja degļa stobram uzbāž uzgali ar šauru spraugu.

Bunzens, kas šo degli ievada laboratorijas lietošanā, ieteic šādas reakcijām noderīgas vietas liesmā:

1) Liesmas pamats degļa tuvumā. Te temperatūra ir zema, jo aukstais gaiss no ārpuses un metalla stobrs no apakšas atvelk liesmai siltumu. Te ievada liesmā tādas vielas, kas ļoti ātri izgaist, kad grib novērot to spēju krāsot liesmu.

2) Visaugstākā temperatūra ir liesmas daļā mazliet augstāk par $\frac{1}{3}$ daļu no visas liesmas un vidū starp iekšējo konu un ārējo malu. Te izmēģina grūti sakausējamu vielu kūstamību un gaistamību.

3) Apakšējā oksidējošā daļa atrodas tūliņ zem (2) liesmas ārējā malā. Te temperatūra ir zema un skābeklis parākumā. Te ir noderīga vieta pērlīšu oksidēšanai.

4) Augšējā oksidējošā daļa atrodas liesmas nespīdīgajā virsgalā. Oksidēšanās te norit spēcīgi tik tad, ja gaisa caurumi ir pilnīgi vaļā.

5) Apakšējā reducējošā daļa atrodas uz robežas starp iekšējo un ārējo joslu. Te nereducējas dažas grūti reducējamas vielas, kas gan reducējas augšējā reducējošā daļā.

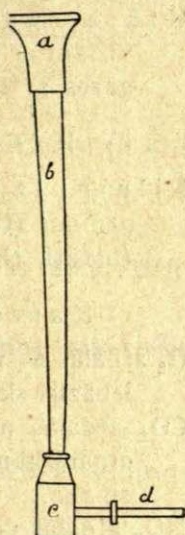
6) Augšējā reducējošā daļa atrodas iekšējā kona virsgalā, ja liesmu samazina un gaisa plūsmu, griežot aptveri, ierēgulē tā, ka kona virsgals sāk spīdēt. Taču nedrīkst par daudz samazināt gaisa plūsmu: auksta ar ūdeni pildīta porcelāna bļodiņa, nostādīta uz liesmas kona gala, nedrīkst pārklāties ar kvēpiem. Šai vietā reducē metallu oksidus (sk. 99), ja grib dabūt metallu uzsodrējumu uz bļodiņas dibena.

Pūšamā jeb lodējamā caurule.

93. §. Tā sastāv no koka piemutņa a, metalla caurulītes b, cilindra c un tievas caurulītes d. Visas daļas viegli noņemamas viena no otras, jo tās nav saskrūvētas, bet tikai iebāztas viena otrā. Ja pūšamo cauruli ilgi lieto nepārtraukti, tad cilindrā c sakrājas mitrums, kas jāizvāc. Pūšamo cauruli lieto gaisa pūšanai caur degļa liesmu, lai šo liesmu novadītu vajadzīgā vietā. Atkarībā no liesmas dabas un no tā, kādā liesmas daļā ievada caurules galu, var dabūt oksidējošu vai reducējošu liesmu. Var lietot ne tikai gāzes, bet arī petrolejas un sveces liesmu.

Ja ir vajadzīga oksidējoša liesma, tad samazina degļa liesmu līdz pusei no normālā augstuma, ievada pūšamās caurules galu līdz liesmas vidum vai vēl tālāk un, stipri pūšot gaisu caur liesmu, novada to vajadzīgā vietā. Oksidējamo vielu tad tur pie paša liesmas gala, lai arī gaisa skābeklis varētu tai piekļūt.

Ja ir vajadzīga reducējoša liesma, tad noslēdz degļa gaisa caurumus, caurules galu ievada tikai mazliet



11. zīm.

liesmā un pūš ne visai stipri, tikai tik stipri, lai gaišā liesma kļūtu tumša, un vērojot, lai liesma pilnīgi apklāj reducējamo vielu.

Visos gadījumos, kad strādā ar pūšamo cauruli, vajadzīga vienmērīga nepārtraukta liesma pūšamās caurules galā. Tādu var dabūt tikai tad, ja iemācās pa pūšanas laiku ieelpot gaisu, izlietojot vaigu dobumus par gaisa rezervuāriem. Kamēr praktikants to nemāk, pūšamā caurule nevar dot, ko no tās sagaida.

Karsēšana karsējamā stobriņā.

94. §. Sausu analizējamo vielu pa sarullētu papīra caurulīti ievada šaurā mēģināmā vai sevišķi pagatavotā karsējamā stobriņā, vērojot, ka neaptašķās stobriņa sienas. Ja tas tomēr gadās, tad stobriņa sienas notīra ar sarullētu filtrpapīra gabaliņu. Vielu karsē samazinātā degļa liesmā, stobriņu turot ieslīpi, sākumā pamazām, tad arvienu stiprāk, līdz sarkanai kvēlei. Ja analizējamā viela satur mitrumu, konstitūcijas vai kristallūdeni, tad stobriņu sienas drīz vien pārklājas ar sīkām ūdens pilītēm. Stobriņu izslauka ar sarullētu filtrpapīra gabaliņu un karsēšanu turpina. Pa karsēšanas laiku var novērot šādas pārmaiņas ar analizējamo vielu:

a) Karsējamā viela sublimējas.

Balts sublimāts norāda uz ammonija sālim, arsēna un antimona trioksīdu un dzīvsudraba sālim.

Dzeltenš sublimāts: arsēna trisulfīds, dzīvsudraba jōdīds, sērs.

Pelēks un tumšs sublimāts: brīvi elementi: dzīvsudrabs, arsēns, jōds. **Krāsas maiņa** novērojama pie daudzām smago metālu sālim un pie vielām ar organiskām sastāvdaļām; pēdējā gadījumā atdalās arī gāzes ar smaku.

b) Karsējamā viela pilnīgi izgaist.

Pilnīgi izgaist: skābeņskābe, visas ammonija sālis, izņemot haloģenīdus (tie sublimējas) un savienojumus ar uguni stipriem aniōniem (borāti, chrōmāti, fosfāti).

c) Karsējamā viela atdala gāzes un garaiņus.

O_2 atdalās no visiem peroksīdiem, HgO , nitrātiem un chlōrātiem. Stobriņā iebāzts skaliņš ar kvēlojošu oglīti uzliesmo.

CO_2 atdalās no daudziem karbonātiem, visiem oksalātiem un daudzām organiskām vielām, pēdējās pārogļojas, un sajūtama stipra gruzduma smaka.

NO_2 atdalās no dažiem nitrātiem un nitrītiem: sarkanbrūni garaiņi ar asu smaku.

Reducēšana uz ogles.

95. §. Sausu analizējamo vielu saberž ar ogles pulveri un divkāršu sodas daudzumu. Vienu naža galu no šāda maisījuma ievieto mazā bedrītē uz cietas bērza vai liepas ogles un karsē, uzpūšot reducējošu liesmu (sk. 93) ar pūšamo cauruli. Ja viela ir viegla un no pūsmas aizskrien ($MgO!$), tad to saslapina un cieši iespiež bedrītē. Reducēšana neizdodas, ja vielas ņem par daudz un to visu nevar apklāt ar liesmu. Pūšana jāturpina bez pārtraukuma 2—3 minūtes.

Liesmas gāzes un ogle reducē dažu metallu oksidus par brīvu metallu, kas paliek uz ogles kā smilšveidīgi sārņi vai arī sakūst par graudu. Dažu metallu oksidi karstumā izgaist un nosēžas uz ogles raksturīga uzso drējuma veidā. Dabūto metalla graudu izšķīdina slāpēkļskābē vai karaļūdenī un slāpjā ceļā izzina, kas tas par metallu.

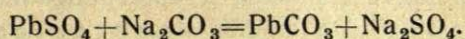
G r a u d u dod sekojošo metallu savienojumi:

- Ag Spožs, balts metalla grauds.
 Cu Sarkani smilšveidīgi sārņi, reti kad sakūst par graudu.
 Pb Miksts grauds; spožs, kamēr to apklāj liesma; gaisā atdziestot oksidējas un pārklājas ar blāvu oksīdu kārtiņu. Uz ogles dzeltens uzsodrējums.
 Bi Trausls, nespodrs grauds. Uz ogles dzeltens uzsodrējums.
 Sb Trausls, nespodrs grauds. Uz ogles liels balts uzsodrējums.
 Sn Reducējas ļoti grūti. Ieteicams ņemt sodas vietā natrija oksalātu. Dod nespodru, mīkstu graudu un lielu, baltu uzsodrējumu.

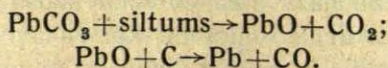
D o d t i k a i uzsodrējumu.

- Zn Nereducējas; dod tikai lielu, baltu uzsodrējumu. Karstumā ZnO dzeltenā krāsā, atdzisis — baltā.
 Cd Dod tikai brūnu uzsodrējumu.
 As Tikai retumis dod niecīgu uzsodrējumu. Pa karsēšanas laiku attīsta stipru ķīplokus smaku.
 Fe-, Co-, Ni- un Mn- savienojumi dod pelēkus vai melnus nekūstošus sārņus.
 Ca-, Sr-, Al- un Mg- oksīdi karstumā stipri spīd.

R e a k c i j a s. Augstā temperatūrā metallu sāļi reaģē ar sakusušu sodu divkāršās apmaiņas reakcijā:



Natrija un kalija sāļis sakūst un pa daļai iesūcas oglē. Citu metālu karbonāti karstumā sadalās, un ja ogle spēj reducēt radušos oksīdu, rodas brīvs metāls.

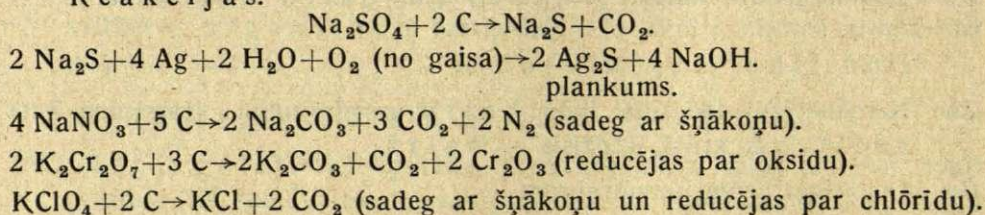


Ja metāla oksīds sublimējas, rodas uzsodrējums. Arī tad, ja sublimējas brīvs metāls, rodas oksīdu uzsodrējums, jo metāla tvaiki ārpus liesmas sadeg gaisa skābeklī.

Aniōnu reducēšana. Heparreakcija.

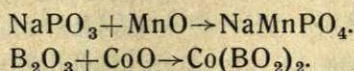
96. §. Ar skābekli bagātas vielas: nitrāti, nitrīti, perchlōrāti, chlōrāti, bromāti, jōdāti, chrōmāti, sulfāti un visi pārskābļi karstumā uz ogle reducējas ar šņākoņu, sevišķi tad, ja tos karsē nesamaisītus ar sodu. Nitrāti un nitrīti reducējas līdz brīvam slāpēklim, halogēnu skābekļa savienojumi par halogēnīdiem, sulfāti par sulfīdiem, chrōmāti par chrōmoksīdu. Svarīgs ir tas apstāklis, ka visi savienojumi, kuŗu sastāvā ir sērs, pēc reducēšanas uz ogle rāda sulfīdu reakciju, ko izdara ar sārņiem, kas paliek uz ogle. Mazu gabaliņu sārņu (t. s. hepar sulfuris, sēra aknas) uz spodra sudraba naudas gabala saberž un saslapina ar ūdeni. Gadījumā, ja analizējamā vielā ir sērs, vienalga kādā savienojumā, uz naudas gabala paliek melns plankums (heparreakcija). Te tomēr jāņem vērā, ka sērs var būt nācis no deggāzes, kas gan visai reti gadās. Bez tam arī jōdīdi līdzīgos apstākļos spēj radīt tumšu plankumu. Turpretī, ja plankums nērodas, tad analizē sēra savienojumu nav.

Reakcijas.



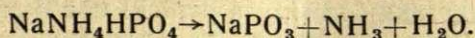
Krāsainas pērles pagatavošana.

97. §. Metafosfātiem un bora trioksīdam piemīt spēja karstumā, šķidrā stāvoklī, savienoties ar metālu oksīdiem: rodas ortofosfāti un metaborāti;



Šie savienojumi sakausētā veidā ir caurspīdīgi kā stikls. Dažu metālu oksīdi piešķir stiklainām vielām raksturīgu nokrāsu, pēc

kuŗas var noteikti spriest, ka analizē ir klāt meklētā metalla savienojumi. Sakausējumu izdara degļa liesmā platīna stiepuļes austiņā, iegūstot skaistu apaļu pērlīti. Pērlītes pagatavošanai lieto boraku vai natrija ammonija hidrofosfātu. Boraks ir poliborāts: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \rightarrow 2\text{NaBO}_2 + \text{B}_2\text{O}_3$. Natrija ammonija hidrofosfāts karstumā sadalās, pāri paliek natrija metafosfāts.



Metalliem, kam karstumā ir stabilas dažādas oksidācijas pakāpes, pērlītes var būt ar dažādu nokrāsu, atkarībā no tā, vai pērlīte ir izkarsēta oksidējošā vai reducējošā liesmas daļā.

Pērlī gatavo platīna stiepuļes austiņā. Iepriekš sakausē mazu fosfāta vai boraka lodīti un tad tai pievieno niecīgu daudzumiņu analizes. Ja analīze ir sausa, tad ar saslapinātu pērlīti pieskaŗas analizes pulverim tā, ka tai pielīp daŗi pulveŗa graudiņi. Ja analīze ir šķidrums, tad aukstu pērlīti iemērc analizē un izkarsē. Šo operāciju atkārto, kamēr pērlīte dabū vajadzīgo krāsas spilgtumu. Pārāk stipri krāsotas pērlītes ir grūti novērot.

Oksidēto pērlī gatavo degļa liesmā pie 3, reducēto pie 5 vai 6. Sk. 10. zīm.

| | Oksidētās pērlītes: | Reducētās pērlītes: |
|------------------------------------|-------------------------------|---|
| Ni | brūna | pelēka |
| Co | zila | zila |
| Cr | zaļa | zaļa |
| Fe | karsta brūna auksta zaļa | zaļa |
| Cu | karsta zaļa auksta zilgana | sarkana, necaurspīdīga |
| Sn (ar mazu Cu pieņamsījumu) | bez krāsas vai zilgana | rubinsarkana, pēc ilgās karsēšanas caurspīdīga |
| Mn | violeta | bez krāsas |
| V | brūngani dzeltēna | karsta brūngani zaļa auksta zāles zaļumā |
| Mo | bez krāsas | auksta zāles zaļumā vai zilgani zaļa |
| W | bez krāsas | auksta zila, bet ja ir klāt Fe, tad sarkanbrūna. |

Silīkiati (ne visi!) fosfāta pērlē dod t. s. skeletu: tie pilnīgi neizšķīst; paliek pāri labi saredzamas graudiņu kontūras.

• Mēģinājumi ar tumšas liesmas nokrāsošanu.

98. §. Pt stiepules notīrīšana un uzglabāšana. Liesmas nokrāsošanai lieto to pašu Pt stiepuļi, ar ko gatavo krāsainās pērlītes. Tādēļ stiepuļe pēc lietošanas katrreiz rūpīgi notīrāma. Pērlītes atliekas, kas piekusušas stiepuļei, notīra ar boraka pērlīti. Ja pērlīti karsē liesmas malā tā, ka tai viena puse ir karstāka nekā otra, tad pērlīte slīd pa stiepuļi uz auksto pusi. Pārbīdot pērlīti pa stiepuļi no viena gala uz otru vairāk reizes, var savākt visas iepriekšējo pērlīšu atliekas stiepuļes galā un nokratīt. Paliek tikai niecīgi boraka atlikumi. Tos izkarsē plēšu liesmā, kamēr pazūd dzeltenā natrija krāsa. Pt stiepuļi uzglabā atsevišķā stobriņā konc. HCl skābē, izlaižot caur aizbāzni stiepuļes stikla kātiņu.

Liesmas krāsošana. Analizējamo vielu vienu pašu vai kopā ar konc. HCl skābi uz Pt stiepuļes ievada tumšā degļa liesmā. Dažas vielas piešķir liesmai raksturīgu nokrāsu. Vislabāk to var novērot tumšā vietā. Dienas laikā liesma vismaz jāaizklāj no tiešas dienas gaismas.

Na Spilgtā dzeltenā liesma, neredzama caur 2 kobaltstikliem, kas natrija gaismu nelaiž cauri. Liesmas apspīdēti kalija dichrōmāta kristalli šķietas bāli; cilvēka miesa izskatās zilgana kā mironim. Na atrodas gaisā putekļos un kā niecīgs piemaisījums gandrīz visās vielās; bet mazi Na daudzumi ātri izgaro, un Na krāsojums izzūd. Ar savu lielo spilgtumu Na gaisma dažkārt aizklāj citu elementu krāsojumus.

K Violeta liesma. Na liesma to pilnīgi aizsedz. Caur 2 kobaltstikliem, kas Na gaismu nelaiž cauri, K liesma redzama sārta krāsā.

| | | |
|----|-------------------|---|
| Ca | Ķieģeļa sarkanumā | } Liesmas nokrāsa nav saredzama caur 2 kobaltstikliem. |
| Sr | Karminsarkana | |
| Ba | Dzeltenzaļa | |

H₃BO₃ Zaļa.

| | |
|----|--|
| Sb | } Zilganbāla, redzama arī caur 2 kobaltstikliem. |
| As | |
| Pb | |
| Cu | |

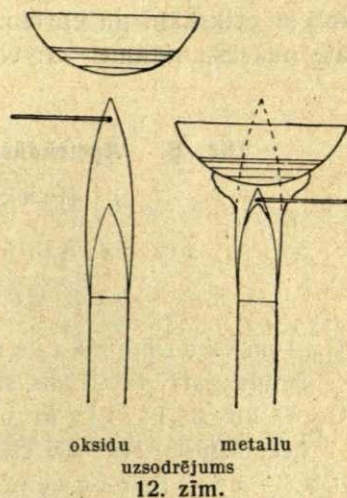
Cu Zilganzaļa.

Ba- un Sr- sulfāti, kas nešķīst HCl skābē, ieteicams iepriekš reducēt par sulfīdiem, karsējot liesmas reducējošā daļā pie 6 (sk. 10. zīm.), saslapināt ar konc. HCl skābi un tad izmēģināt uz liesmas nokrāsošanu.

Dabiski silikāti, piem., laukšpats, nekrāso liesmu, kaut gan satur K un Na. Tos vajaga iepriekš reducēt ar Hempel'a paņēmienu, karsējot ar metalliska magnēzija pulveri. Sk. 103.

Uzsodrējums uz porcelāna bļodiņas.

99. §. Analizējamo vielu uz gaŗas asbesta ŗķiedras ievada degļa liesmā un karsē. Oksidu uzsodrējumu dabū, ja karsēšanu izdara augšējā oksidējošā daļā (12. zīm.) un bļodiņu ar ūdeni nostāda 1—1,5 cm virs liesmas. Metallu uzsodrējums rodas, ja analīzi karsē augšējā reducējošā daļā un bļodiņu ar ūdeni novieto zemāk, tā ka tās dibens skaras pie liesmas iekšējā kona virsgala. Bļodiņas dibenam vajaga būt glazētātam. Degļa liesmu pamazina uz pusi; metālu uzsodrējuma dabūšanai samazina gaisa caurumus, kamēr liesmas iekšējā kona virsgals sāk spīdēt, tomēr ne tā, ka bļodiņas dibens varētu pārklāties ar kvēpiem.



Oksidu uzsodrējums.

As Balts uzsodrējums; apgarots ar NH_3 , dod ar AgNO_3 dzeltenu plankumu (Ag_3AsO_3), kas pazūd, ja to stipri apgāro ar NH_3 .

Sb Balts uzsodrējums: apgarots ar NH_3 , dod ar AgNO_3 melnu plankumu (Ag), kas nepazūd no tālākas apgārošanas ar NH_3 .

Bi Iedzeltens oksidu uzsodrējums; dod melnu plankumu (Bi), ja to saslapina ar Na_2SnO_2 ŗķīdumu.

Cd Brūns oksidu uzsodrējums; dod melnu plankumu (Ag), ja to saslapina ar AgNO_3 , bez amonjaka.

Metālu uzsodrējums

As Brūns vai melns uzsodrējums; pazūd, ja to apslapina ar NaOCl .

Sb Melns uzsodrējums; nepazūd, ja to apslapina ar NaOCl .

Oksidēšana sakausējumā ar sodu un salpetri.

100. §. To dara nolūkā, izzināt vai analizēt ir klāt Cr un Mn savienojumi. Cr oksidējas par chrōmātu dzeltenā krāsā, Mn par mangānātu zaļā krāsā. Ja klāt ir abi divi, tad mangānāts aizsedz chrōmātu;

pēdējo grūti saskatīt arī tad, ja analizē ir klāt tādi katiōni, kas rada oksidus tumšā krāsā. Tādā gadījumā sakausējumu izvelk ar siltu ūdeni, paskābina ar etiķskābi un chrōmātu nogulsnē ar barija chlōrīdu. Zaļo mangānāta nokrāsu vienmēr var viegli saskatīt. Reakcijas sk. pie Cr un Mn.

101. §. Apstrādāšana ar sērskābi un natrija hidroksīdu.

(Priekšmēģinājums uz aniōniem.)

a) Ar atšķaidītu sērskābi attīstās:

Gāzes bez krāsas:

CO_2 — no karbonātiem; bez smakas; saduļķo $\text{Ba}(\text{OH})_2$ pilienu stikla irbuļa galā, ja to tur stobriņā.

SO_2 — no sulfītiem un tiosulfātiem; gāze ar asu smaku, ož pēc degoša sēra; arī saduļķo $\text{Ba}(\text{OH})_2$ pilienu.

HCN — no cianīdiem; ož pēc rūgtām mandelēm; arī saduļķo $\text{Ba}(\text{OH})_2$ pilienu; ļoti indīga!

H_2S — no sulfīdiem; ož pēc sapuvušām olām. Svina acetāta papīrīti krāso melnu.

O_2 — no peroksīdiem, bez smakas. Kvēlojošs skaliņš uzliesmo, ja to iebāž stobriņā.

CH_3COOH — karstumā no acetātiem; ož pēc etiķa.

Krāsaini garaiņi:

NO_2 — no nitrītiem; sarkanbrūni garaiņi ar asu smaku. Krāso jōdkalija stērķeļu papīrīti zīlu.

Cl_2 — no hipochlōrītiem; zaļgandzeltēna gāze. Arī krāso jōdkalija stērķeļu papīrīti zīlu.

b) Ar koncentrētu sērskābi attīstās:

Gāzes bez krāsas:

Hf un SiF_4 — no fluorīdiem un fluorsilikātiem; gāze ar dzēlīgu smaku; saduļķo ūdens pilienu stikla irbuļa galā un saēd stiklu: stobriņa sienas kļūst blāvas.

HCl — no chlōrīdiem; gāze ar asu smaku, gaisā kūp; saduļķo AgNO_3 pilienu stikla irbuļa galā.

CH_3COOH — no acetātiem; ož pēc etiķa.

SO_2 — no rodānīdiem. Ja analizē ir klāt reducētāji (C, S, HgCN, Hg_2Cl_2 un brīvi metalli), tad SO_2 var celties arī no pieliktās konc sērskābes reducēšanās.

CO — no oksalātiem, tartrātiem un cianīdiem; deg ar zilu liesmu.

O₂ — no chrōmātiem, permangānātiem un peroksīdiem.

Krāsainas gāzes un garaiņi:

NO₂ — no nitrātiem; sarkanbrūni garaiņi.

CrO₂Cl₂ — no chlōrīdiem, ja klāt ir arī chrōmāti; brūni garaiņi.

Br₂ un HBr — no bromīdiem; brūni garaiņi.

J₂ un HJ — no jōdīdiem; violeti garaiņi; krāso stērķeļu papīru zilu.

ClO₂ — no chlōrātiem; dzeltena gāze. Karstumā dažreiz eksplodē.

Viela kļūst melna: organiskas vielas (tartrāti) karstumā ar konc. sērskābi pārģojas.

Tai pašā reizē ieteicams izmēģināt ar atsevišķām analizējamās vielas porcijām uz borātiem un acetātiem.

Borāti un H₃BO₃. Porcelāna tīģeli samaisa vienu naža galu analizējamās vielas ar spirtu, pieliek 5—10 pilienus konc. sērskābes, labi samaisa, mazliet uzsilda un tumšā vietā aizdedzina. Spirts deg ar zaļu liesmu (216).

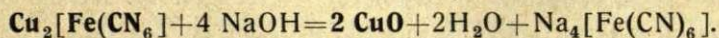
Acetāti. Sausu analizējamo vielu samaisa ar spirtu un konc. sērskābi. Ja maisījumu silda, attīstās patīkama etiletiķesterja, CH₃COOC₂H₅, smaka.

Apstrādāšana ar NaOH sārmu.

(Priekšmēģinājums uz NH₃ un dzelzscianīdiem).

Sausu vai šķidru analizējamo vielu vāra ar NaOH sārmu. Ja analizē ir klāt amonijs savienojumi, tad ir sajūtama stipra NH₃ smaka. Sarkanais lakmusa papīritis garīņos kļūst zils; HgNO₃ papīritis kļūst melns.

Ja klāt ir arī kompleksi dzelzscianīdi, tad NaOH sārms tos sadala; nogulsnē metallu hidroksīdus resp. oksīdus, bet natrija dzelzscianīdi paliek šķīdumā.

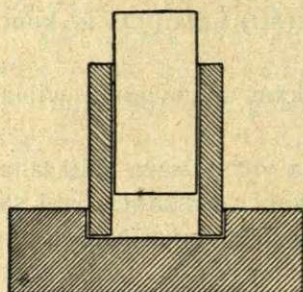


(Ar **trekniem** burtiem nolīdzinājumā ir apzīmēta **cieta** viela, **nogulsnes**). Filtrē, filtrātu paskābina ar atšķaidītu HCl skābi un dala uz pusēm. Vienai pusei pielej FeCl₃: tumšzilas nogulsnes — Berlīnes zilums — norāda uz ferro cianīdu klātbūti. Otrai pusei pielej FeSO₄: tumšzilas nogulsnes — Turnbula zilums — norāda uz ferri cianīdu klātbūti.

II. Vielas sagatavošana analīzei slapjā ceļā.

102. §. Ja analizējamā viela ir šķidra, tad tā jau ir gatava analizēšanai slapjā ceļā; atliek tikai pārlicināties, vai nav klāt vielas, kas traucē slapjās analīzes normālo gaitu (110). Ja analizējamā šķīdumā ir klāt daudz brīvas skābes, tad to vajaga atšķaidīt ar ūdeni, vai arī brīvo skābi aizdzīt ar iztvaicēšanu (108). Pārāk atšķaidīti šķīdumi, piem., dabiskie ūdeņi, pirms stājas pie izšķīdušo cieto vielu meklēšanas, iepriekš jākoncentrē.

103. §. Sasmalcināšana. Sausas vielas iepriekš jāsmalcina, tad jāšķīdina. Grūti sasmalcināmi ir daži rūpniecības ražojumi: ferrosilīcijs, baltais ķets u. c. metallurģijas pusfabrikāti, kā arī daži dabas ieži un minerāli. Tr a u s l a s vielas sadauza un saberž piestiņā. Lielus gabalus ietin rakstā-



13, zīm.

mā papīrā (lai varētu savākt smalkumus) un sadauza ar spēcīgiem veseļa sitieniem. Tālāku sasmalcināšanu izdara ļoti cietā tērauda cilindrā („dimantmiezerī“), kas iestiprināms tērauda platē un noslēdzams ar tērauda piestalu (13. zīm.). Sasmalcināšanu izdara, sitot ar veseri uz piestalas. Galīgo saberšanu izdara porcelāna vai achāta piestiņā. Grūti šķīstošas vielas jāsmalcina, līdz kamēr pirkstos vairs nevar sajūst atsevišķus graudiņus. Parastās sāļi, oksīdi un sulfīdi, kas samērā viegli šķīst ūdenī vai skābēs, nav tik smalki jāsaberž; pietiek, ja sadauza lielos gabalus, lai paātrinātu šķīšanu. S i k s t a s vielas

— metallus sasmalcina ar vili. No lieliem gabaliem ar urbi izgriež skaidas vajadzīgā daudzumā.

104. §. Šķīdināšana. Vielas šķīdinot, šķīdinātāji lietojami šādā kārtībā: 1) ūdens, 2) HCl skābe, atšķaidīta un koncentrēta, 3) HNO₃ skābe, atšķaidīta un koncentrēta, un 4) karaļūdens (1 d. HNO₃+3 d. HCl). Šķīdina sākumā aukstā šķīdinātājā, ja nešķīst, tad pamazām sasilda līdz viršanai. Ja ūdenī šķīdinot paliek pāri niecīgs vielas daudzums, tad atlikumu pēc šķīduma noliešanas mēģina izšķīdināt mazā daudzumā skābes; ja šķīst, tad abus šķīdumus savieno.

Ja analīzi šķīdina HNO₃ skābē vai karaļūdenī, tad jāņem vērā, ka no s u l f i d i e m paliek pāri s ē r s, kas izšķīst tikai pēc ilgas vārīšanas. Bet nav vajadzīgs to izšķīdināt; pietiek, ja pārlicinās, ka tas ir sērs (deg ar zilganu liesmu, degoša sēra smaka un viegli šķīst sērogleklī).

Vielas, kas nešķīst nevienā šķīdinātājā, jāsadala un jāpārvērš šķīstošā veidā. Vērtīgus aizrādījumus te var dot priekšmēģinājumi.

105. §. Nešķīstošu savienojumu sadalīšana.

Viela un kā to atrod

Sadalīšanas paņēmieni.

1. Silikāti un SiO_2 .SiO₂ atrod:

1) Vielu karsē ar CaF_2 + konc. H_2SO_4 platīna vai svina tīģeli: atdalās SiF_4 , kas saduļķo ūdens pilienu stikla irbuļa galā (186).

2. Sulfāti: BaSO_4 , SrSO_4 ,

PbSO_4 un CaSO_4 . Sēru atrod ar heparreakciju; Na_2CO_3 novārijumā atrod SO_4^{2-} iōnu. Pb atrod ar reducēšanu uz ogles. Ba, Sr un Ca atrod ar liesmas reakciju. Mazu vielas daudzumiņu uz platīna stiepuļes reducē degļa liesmā, saslapina ar konc. HCl un izmēģina uz liesmas nokrāsošanu (98).

3. Fluorīdi un fluorsilikāti

Fluoriōnu atrod, analizējamo vielu karsējot ar konc. H_2SO_4 skābi un SiO_2 : atdalās SiF_4 , kas saduļķo ūdens pilienu stikla irbuļa galā (186).

4. Sudraba halogenīdi: AgCl , AgBr un AgJ .

Sudrabu atrod, reducējot uz ogles.

Halogenus atrod: analizējamo vielu samaisa ar Zn putekļiem, aplej ar atšķ. H_2SO_4 skābi un uzvāra; pēc dažām minūtēm filtrē un filtrātā meklē HCl, HBr un HJ.

Dabiski minerāli un stipri izkarsēti oksīdi Al_2O_3 un Cr_2O_3 .

Alumīniju atrod ar Tenāra reakciju, chrōmu, sakausējot ar $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{KNO}_3$ un pērles reakciju.

6. SnO_2 .

Alvu atrod reducējot uz ogles. Metalla graudu izšķīdina karstā puskoncentrētā HCl skābē.

Sakausē labi sasmalcinātu analīzi ar 4—6 reiz lielāku daudzumu NaKCO_3 ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$) platīna tīģeli, kamēr masa kļūst mierīga. Kausējumu vāra ūdenī, pieliekot HCl līdz skābai reakcijai, un beidzot iztvaicē sausu, aplej ar 2—3 ccm konc. HCl skābes un atkal iztvaicē sausu. To atkārtu 3 reizes, lai SiO_2 , kas sākumā šķīst, pārietu nešķīstošā veidā. Beidzot sauso atlikumu izvelk ar konc. HCl skābi, atšķaida ar ūdeni un filtrē. Pāri paliek SiO_2 , kas nešķīst. Filtrātā atrodas katiōni. Sk. arī 221.

a) Vāra ar konc. Na_2CO_3 šķīdumu (apm. 1 g vielas uz 100 cm³), pastāvīgi saskalojot, 15 līdz 20 minūtes un karstu filtrē. Ja analizē ir BaSO_4 , tad šo operāciju izdara divreiz, katrreiz ņemot jaunu Na_2CO_3 šķīdumu (sk. 75). Beidzot filtrē un nogulsnes izmazgā, kamēr notekošā filtrātā vairs nav SO_4^{2-} iōna. Tad nogulsnes izšķīdina atšķ. HCl skābē.

b) Sakausē ar 4—6 reiz lielāku daudzumu NaKCO_3 platīna tīģeli, kausējumu izvelk ar karstu ūdeni un filtrē. Filtrātā ir aniōni. Nogulsnes mazgā ar siltu ūdeni, kamēr notekošā filtrātā vairs nav SO_4^{2-} iōna, tad izšķīdina atšķ. HCl skābē.

Karsē ar konc. H_2SO_4 skābi, kamēr izgaist viss fluors kā HF un SiF_4 , platīna vai svina bļodiņā. Ja rodas nešķīstoši sulfāti, tos sadala, kā augstāk aizrādīts.

a) Vāra 5—10 min. ar 2-norm. KOH sārmu + 25 %-īgu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ šķīdumu līdzīgos tilpumos, piesātina ar H_2S gāzi, pieliek NH_4Cl un tad filtrē. Nogulsnes izšķīdina verdošā atšķ. HNO_3 skābē un izmeklē uz katiōniem. Filtrātu paskābina, un ja izkrit nogulsnes, tad tās izmeklē uz II B grupas katiōniem.

b) Sakausē ar NaKCO_3 porcelāna tīģeli, kausējumu izvelk ar karstu ūdeni. Filtrātu izmeklē uz aniōniem. Nogulsnes (ja sudrabs vien, tad metāliskais grauds) izšķīdina karstā HNO_3 skābē un izmeklē uz katiōniem.

Sakausē ar 3—4 daļām NaKCO_3 vai 6 daļām $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$; kausējumu izšķīdina atšķ. HCl skābē un izmeklē parastā kārtā uz aniōniem un katiōniem.

Sakausē slēgtā porcelāna tīģelī uz mazas liesmas ar $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{S}$, kamēr izdeg viss liekais sērs, kas atdalās garaiņu veidā gar tīģeļa vāciņa malu. Kausējumu, Na_2SnS_3 , izšķīdina ūdenī un izmeklē kā II B grupas šķīdumu sērāmonijā.

Reducēšana ar Hempel'a paņēmienu.

106. §. Sausu sasmalcinātu analizējamo vielu samaisa ar alumīnija vai magnēzija pulveri, maisījumu izbārsta plānā kārtā uz filtrpapīra gabaliņa vienas puses. Otru, brīvo pusi uzloka un pārklāj ar pulveri apbērtai pusei, tad abas puses kopā sarullē. Papīra rullīti aptin ar mikstu tievu dzelzs stiepuļi, vērojot ka tinumi iznāk tuvu viens pie otra. Beigās atstāj 5—10 cm garu stiepuļes galu brīvu. Turot aiz stiepuļes gala, papīra rullīti aizdedzina pie gaisa degļa liesmas. Tūlīn sākas reakcija, kas norit dažās sekundēs. Alumīnijs resp. magnēzijs reducē smagos metālus, arī SiO_2 un B_2O_3 par brīvu Si un B; vieglie metāli nereducējas. Sulfāti pārvēršas par sulfīdiem, fosfāti par fosfīdiem. Tiklīdz ka iesākas reakcija, spirāli iegremdē degļa stobrā, lai nenotiktu oksidēšanās, un ļauj tur atdzist gāzes atmosfērā. Atdzisušo spirāli attaisa un vielu šķīdina HCl skābē. Sulfīdi attīsta H_2S , fosfīdi PH_3 ar ķiploku smaku. Reducētie Si un B, kā arī ogle no filtrpapīra nešķīst. Šis paņēmiens ieteicams tad, kad no dabiskiem silikātiem jāatbrīvo K un Na un kad sakausēšana ar NaKCO_3 nav pieļaujama.

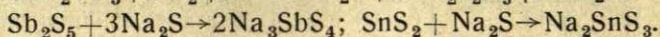
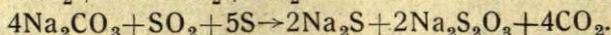
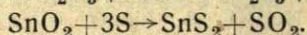
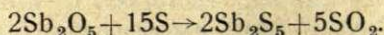
Metallu un to sakausējumu šķīdināšana.

107. §. Parastais metālu šķīdinātājs ir konc. HNO_3 skābe (ip. sv. 1,2) ar ūdeni uz pusēm. Bet ja šķīdina Sb un Sn un to sakausējumus, tad paliek pāri balta nešķīstoša masa (Sb_2O_5 un SnO_2). Tādā gadījumā to vāra ar HNO_3 skābi, kamēr vairs neattīstās brūni garaiņi, iztvaicē sausu un atlikumu karsē vēl dažas minūtes pie 120° . Pēc tam saslapina sauso vielu ar konc. HNO_3 skābi, atšķaida ar ūdeni un filtrē. Filtrātā atrodas visi metāli, kas šķīst HNO_3 skābē; nogulsnēs SnO_2 un Sb_2O_5 . Balto atlikumu izmazgā un sakausē ar $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{S}$ slēgtā porcelāna tīgelī uz mazas liesmas un izšķīdina ūdenī.

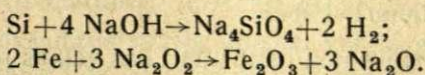
Beigās var palikt pāri Si, SiO_2 un metāli, kas nešķīst un neoksidējas HNO_3 skābē (Au, Pt u. c.).

No negatīvām sastāvdaļām metālu sakausējumos var būt Si, S, C un P. Ogleklis oksidējas un aiziet kā CO_2 , sērs un fosfors slāpēkšskābē oksidējas par H_2SO_4 un H_3PO_4 , Si par SiO_2 , kas paliek pāri.

Reakcijas.

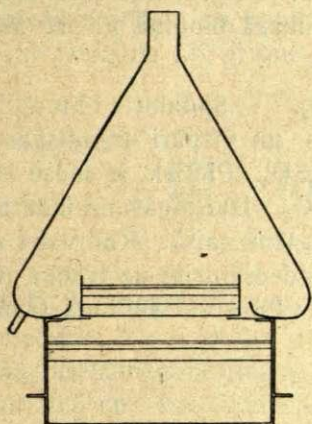


Dažu metālu sakausējumi ar silīciju, ja pēdējā saturs ir liels, nešķīst ne skābēs, ne karaļūdenī. Tādi ir dzelzs un vara silīcīdi. Lai pierādītu tanīs Si, tos sakausē ar NaOH vai KOH, beigās pieliekot arī Na_2O_2 , lai labāk oksidētos metāls. Si izspiež H no NaOH un veido silikātu, metāls oksidējas par oksīdu. Sakausēšanu izdara sudraba vai dzelzs tiģelī.

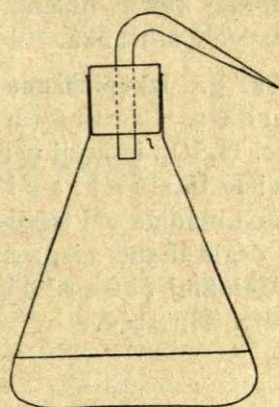


Sakausējumu apstrādā ar atšķ. $\text{HCl} + \text{H}_2\text{SO}_4$ un iztvaicē, līdz kamēr sāk parādīties balti H_2SO_4 garaiņi, tad izvelk ar ūdeni un beidzot ar konc. HCl . Neizšķīdušajā atlikumā meklē SiO_2 .

108. §. Skābes iztvaicēšana. Ja analīze izšķīdināta koncentrētā skābē vai karaļūdenī, brīvā skābe atkal jāiztvaicē, jo pārāk skābos šķīdumos parastās analītiskās reakcijas neizdodas; tādēļ analīzi šķīdinot, vajaga ņemt pēc iespējas mazus skābes daudzumus.



14. zīm.



15. zīm.

Skābus šķīdumus iztvaicējot, jāņem vērā, ka no atšķaidītiem šķīdumiem sākumā iztvaicējas gandrīz tīrs ūdens. Skābe lielākā daudzumā sāk iztvaicēties tikai tad, kad tās koncentrācija pieaugusi līdz noteiktai robežai: HCl līdz 20% (188), HNO_3 līdz 68% (169). H_2SO_4 sāk iztvaicēties, kad viss ūdens jau aizgājis un šķīdums sāk kūpēt. HCl un HNO_3 skābes parasti iztvaicē lēzenās porcelāna bļodiņās vai kristalizācijas traukos uz ūdens vannas vai uz liesmas virs asbesta sietiņa. Karsējot uz liesmas, jāraugās, lai šķīdums nesāk virt un neizšļakstās. Iztvaicēšanu turpina līdz

sausam atlikumam. H_2SO_4 iztvaicēšanu izdara mazā porcelāna bļodiņā uz sietiņa ar liesmu, līdz kamēr vairs nekūp. Sauso atlikumu nedrīkst stipri karsēt: no sulfātu un nitrātu sadalīšanās var rasties oksīdi, kas pēc tam grūti izšķīdināmi.

Sauso atlikumu pēc skābes iztvaicēšanas izšķīdina ūdenī, pieliekot ja vajadzīgs, dažus pilienus skābes.

Ja jāiztvaicē lieli šķidrums daudzumi, kas velkas ļoti ilgi, tad pa tvaicēšanas laiku analizē iekļūst putekļi no gaisa. Lai tas nenotiktu, iztvaicēšanu izdara zem *iztvaicējama s piltuves* (14. zīm.). Piltuves vietā var lietot arī slēgtu konisku kolbu, kam caur aizbāzni izlaista līka, galā sašaurināta caurule (15. zīm.). Šādu kolbu var diezgan stipri karsēt: tvaiks mierīgi plūst pa caurulīti, bet šķidrums nevārās. Stipras skābes tomēr saēd kā korķa, tā gumijas aizbāzni. Nav grūti pagatavot kolbu ar pieslīpētu stikla aizbāzni, kas nobeidzas ar līku sašaurinātu cauruli. Kolbu piepilda ar iztvaicējamo šķidrumu ne vairāk kā $\frac{1}{4}$; ja šķidrums daudz, to pielej atkal, kad pirmā porcija jau iztvaicēta. Beigās, kad šķidrums vairs tikai aplāj kolbas dibenu, atlikumu pārlej mazā bļodiņā un iztvaicēšanu nobeidz vaļējā traukā.

109. §. Izkūpināšana ar konc. H_2SO_4 . Sadalot fluorīdus, cianīdus, tartrātus, oksalātus un vispāri organiskas vielas ar konc. H_2SO_4 , iesācēji ņem pārāk daudz H_2SO_4 . Pietiek, ja sausu analizējamo vielu tikai *sašlapina* ar konc. H_2SO_4 . Izkūpināšanu izdara mazā porcelāna bļodiņā vai tīgelī uz asbesta sietiņa lēnā gaitā. Kad vairs nekūp, tad ar degļa liesmu aizdzen sērskābi, kas kondensējusies uz trauka malām. Ja izkūpināmi fluorīdi, tad jālieto *platīna* vai *svina* trauks, jo porcelānu HF saēd.

Vielas, kas traucē slapjās analīzes normālo gaitu.

110. §. Fluora savienojumi. No fluora savienojumiem skābā šķīdumā rodas HF, kas saēd stiklu. Stikla sastāvdaļas Na, K, Ca un SiO_2 u. c. piejaucas analīzei. Tādēļ fluora savienojumi jāsadala jau pirms slapjās analīzes sākuma, karsējot ar konc. H_2SO_4 skābi: atdalās HF. Ja sadalīšanu izdara porcelāna vai svina tīgelī, tad jāņem vērā, ka arī no šiem traukiem izšķīdīs neliels daudzums vielas un piejauksies analīzei. Ja fluorīdi paliktu neatdalīti, IV grupas katiōni izkristu III grupā.

2) **Fosforskābe un fosfāti.** Traucē II grupā, jo baziskā vidē PO_4''' nogulsne IV grupas katiōnus un Mg, kas izkrīt II grupā. Atdalīšanu izdara no II grupas filtrāta ar paņēmiem, kas apcerēti III grupas gaitā.

3) **Vinskābe un tartrāti, skābeņskābe un oksalāti.** Rada kompleksus savienojumus ar daudziem smagajiem metalliem, bet galvenā kārtā ar trīsvērtīgiem katiņiem Al^{+++} , Cr^{+++} un Fe^{+++} ; šie kompleksi viegli šķīst ūdenī. NH_4OH tos nesadala. $(NH_4)_2S$ sadala tikai Fe kompleksus. Šo vielu klātbūtē Al un Cr nenogulsnējas III grupā. Bez tam Ca , Sr un Ba tartrātu un oksalātu klātbūtē izkrit III grupā.

Tartrātus un oksalātus sadala, analīzi vai II grupas filtrātu iztvaicējot sausu un izkarsējot līdz sarkanai kvēlei; tad tie pārvēršas par karbonātiem. Sadalīšanu var izdarīt arī, karsējot analīzi ar konc. H_2SO_4 skābi. Tad var rasties nešķīstoši Ba , Sr un Ca sulfāti, bet tartrāti un oksalāti oksidējas par CO_2 un pa daļai arī pārņojas.

4) **Cianīdi vienkārši un kompleksi.** Daži vienkāršie cianīdi, kā $AgCN$, grūti šķīst; daži kompleksi turpretī šķīst viegli, pie kam metalls ir aniōna sastāvā un nedod parastās nogulsnēšanas reakcijas. Citi kompleksi cianīdi grūti šķīst.

Cianīdus sadala, vielu karsējot ar sērskābi. Atšķaidīta sērskābe no dažiem vienkāršiem un kompleksiem cianīdiem izspiež HCN . Koncentrēta sērskābe saskalda CN grupu par CO un amoniju sāli (151, 152, 155).

III. Analīze slapjā ceļā

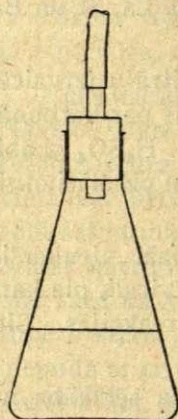
Vispārīgie aizrādījumi.

111. §. Nogulsnēšana. Pirms stājas pie kādas grupas nogulsnēšanas, jāpārlicinās, ka šī grupa analīzē tiešām ir klāt, izņemot tos gadījumus, kad no priekšmēģinājumiem tas jau noteikti zināms. Mazu analīzes daudzumu ($0,5\text{ cm}^3$ vai tikai dažus pilienus) sajauc ar reaģentu: ja rodas nogulsnes, atdalīšanu izdara ar visu šķīdumu, kas paredzēts apstrādāšanai; ja nogulsņu nav, tad tūlīņ stājas pie nākamās grupas meklēšanas tādā pašā ceļā. Tā var izvairīties no lieku, nevajadzīgu reaģentu ievēšanas analīzē.

Nogulsnējot kādu grupu vai atsevišķu sastāvdaļu, reaģentu pielej pamazām, 2—3 pilienus uzreiz, līdz kamēr nogulsnēšana ir pilnīga. Katrreiz pēc reaģenta pielikšanas analīzi labi saskalo un uz liesmas uzsilda, ja nogulsnēšana nav izdarāma aukstumā. Nogulsnēšana ir pilnīga, ja reaģents ar analīzes šķīdumu vairs duļķes nerada.

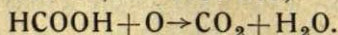
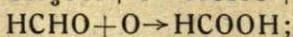
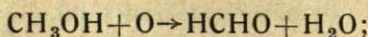
Reaģenta pārākuma pielikšana pēc dinamiskā līdzsvara principa (63) sekmē pilnīgāku nogulsnēšanos. Bet ne katrreiz tas tā ir; dažreiz liels reaģenta pārākums kļūst kaitīgs; tas notiek tad, kad reaģents ar nogulsnēm veido labi šķīstošus kompleksus, piem., kad nogulsnē Pb^{++} , Hg^{++} , Bi^{+++} ; ar KJ (265, 268).

112. §. Īpatnēja ir nogulsnešana ar H_2S . Ja sevišķi apstākļi (As!) to neprasa, tad nogulsnešana izdarāma ar H_2S -ūdeni. To pieļauj karstai analīzei mazām porcijām (1—3 cm^3), līdz kamēr pēc saskalošanas jūtama H_2S smaka. Ja lieto H_2S gāzi, tad analīzes piesātināšana izdarāma koniskā kolbiņā ar aizbāzni, caur kuŗu izlaista H_2S pievada caurule (16. zīm.). Sākumā paceļ aizbāzni, lai H_2S izspiež gaisu no kolbiņas, tad blīvi nostiprina aizbāzni un kolbiņu krata, līdz kamēr analīze zem spiediena piesātinās ar H_2S gāzi. Tādā pašā kārtā var pagatavot arī H_2S -ūdeni, ja laboratorijā šim nolūkam nav speciāla aparāta.



16. zīm.

113. §. Reducēšana analīzes gaitā. Ja analīzē ir klāt oksidētāji (MnO_4' , Cr_2O_7'' , ClO_3' , NO_2' u. c.), tad H_2S tos reducē, atskaldot savus H atomus. No H_2S oksidēšanās tad analīzē rodas daudz sēra, kas pa daļai ir šķīdumā kolloidā stāvoklī, pa daļai cietā veidā nogulsnēs, kopā ar sulfīdiem. Ja sēra ir daudz un sulfīdu maz, tad nogulšņu tālāka apstrādāšana ir stipri apgrūtināta. Ieteicams tādā gadījumā izdarīt reducēšanu ar metanolu (metilalkoholu), CH_3OH , pirms sulfīdu nogulsnešanas. Metanols skābā vidē reducē un iznīcina MnO_4' , Cr_2O_7'' , ClO_3' un NO_2' ionus (ar NO_2' tas gan rada ēteri; sk. 168), pie kam pats oksidējas sākumā par skudrskābes aldehīdu, $HCHO$, tālāk par skudrskābi, $HCOOH$, un beidzot par CO_2 .



Metanola pārākumu pēc tam aizden ar iztvaicēšanu.

114. §. Filtrēšana. Analitikā lieto tikai gludos filtrus. Filtra lielums jāpieskaņo nogulšņu daudzumam, ne filtrējamā šķīduma tilpumam. Filtra malai vajaga atrasties vismaz 5 mm zem piltuves malas un labi piegulēt piltuvei, lai starp filtru un piltuvi nesūktos gaiss. Ja filtrs labi piegul piltuvei, tad piltuves kātiņš pa filtrēšanas laiku vienmēr ir pilns ar šķīdumu, un šis šķīdums ar savu svaru sūc un veicina filtrēšanos. Tādēļ ir izdevīgi lietot piltuves ar garu kātiņu. Bet ja filtrs labi nepiegul piltuvei un laiž garām gaisu, tad garais kātiņš nepalīdz. Karsti šķīdumi filtrējas ātrāk nekā auksti. Šķīdumu ar nogulsnēm lej uz filtra gar stikla irbuli tādā daudzumā, lai filtrs nekad nebūtu gluži pilns. Pavisam aplam ir liet piltuvē tik daudz vielas, ka tā apsedz filtra malu.

115. §. Nogulšņu izmazgāšana uz filtra. Kad filtrēšana pabeigta un viss filtrāts jau notecējis, nogulsnēm uz filtra uzšļāc siltu destillētu ūdeni

no mazgājamās kolbas, laižot strūklu tā, lai nogulsnes atlobītos no filtra malām un ieskalotos filtra dibenā. Kad pirmā ūdens porcija notecējusi, uzlej otru u. t. t. Pirmo ūdens uzlējumu, kas pa pusei sastāv no analīzes filtrāta, pievieno analīzei, pārējos laiž baterijas glāzē un met projām. Izmazgājot nogulsnes uz filtra, jāņem vērā, ka sevišķi daži sulfīdi un hidroksīdi un arī dažas citas vielas, kad no tām izskalojas visas iōnizētās vielas, tiecas pāriet kolloidā stāvoklī un sāk iet cauri filtram. To var novērst, pieliekot mazgājamam ūdenim kādu sāli, vislabāk NH_4NO_3 , kas ne-trauce analīzes turpmāko gaitu (89).

Kristalliskas nogulsnes filtrējas un mazgājas ātri, gļotainie geli lēni, dažreiz stundām ilgi. Izmazgāšanu var paātrināt, lietojot karstu mazgājamo ūdeni un piltuvi ar gaļu kātu (114). Izmazgāšana ir pabeigta, ja notekošā ūdenī analītiski vairs nav atrodama izmazgājamā viela. Te jāņem vērā, ka izmazgājamā viela mēdz iesūkties filtra augšējā maliņā, ko ūdens parasti neapklāj: to var izmazgāt, pilinot ūdeni no pipetes uz filtra malas. Tāda pilnīga nogulšņu izmazgāšana vajadzīga kvantitatīvā analizē; kvalitatīvā analizē pietiek, ja nogulsnes 2—3 reiz aplej ar ūdeni un ļauj tam notecēt.

116. §. Nogulšņu noņemšana no filtra. Nogulsnes nevar ilgāku laiku atstāt uz filtra: tās sažūst un maina savas īpašības; sulfīdi dažreiz oksidējas. Tālākai pārstrādāšanai tās parasti pārvieto bļodiņā. Nogulšņu noņemšanu no filtra var izdarīt dažādi: nobraucīt ar lāpstiņu, noskalot ar ūdens strūklu, novilkt ar bļodiņas dibenu. Ja nogulšņu nav pārāk daudz, tad tās visas apstrādājamās tālāk: tad vieglāka ir to analīzes sastāvdaļu atrašana, kas analizē ir klāt mazā daudzumā. Noskalojot ar ūdeni, atvērtu fitru izklāj uz plaukstas, ko tur slīpi pie bļodiņas malas, otrā rokā saņem mazgājamo kolbu un ar spēcīgu strūklu mēģina atlobīt nogulsnes no filtra un ieskalot bļodiņā. Kopā ar nogulsnēm bļodiņā satek arī daudz ūdens, kas atšķaidā šķīdināšanai pielejamo skābi, kādēļ skābes jāņem vairāk, nekā būtu bijis vajadzīgs, ja šā ūdens nebūtu. No liekā ūdens var izsargāties, ja nogulsnes novelk no filtra ar bļodiņas dibenu. Atvērtu fitru ar nogulsnēm uz apakšu ieliek s a u s ā lēzenā bļodiņā un viegli piespiež pie dibena, lai nogulsnes pielīp, tad lēni atdala fitru no nogulsnēm, sākot no vienas malas. Ja kādā vietā nogulsnes vēl nav pilnīgi atdalījušās no filtra, tad to vēlreiz piespiež bļodiņas dibenam citā vietā, kur nogulšņu vēl nav. Ja nogulšņu ir maz un filtrs liels, tad tās ievelkas filtra porās un nav ne noskalojamas, ne novelkamas; tādā gadījumā nogulsnes šķīdināmas uz filtra vai kopā ar to ievietojamas skābē (117).

117. §. Nogulšņu šķīdināšana. Bļodiņā nogulsnes aplej ar vajadzīgo šķīdinātāja daudzumu un izšķīdina pēc priekšraksta. Iesācēji dara kļūdu, ņemot pārāk daudz šķīdinātāja. Parastās atšķaidītās skābes ir 2-normālas;

a p m a i ņ a s reakcijā 10 cm³ no tām teorētiski var izšķīdināt 0,02 gram-ekvivalentus. Ja šķīdina sulfidus atšķ. HNO₃, tad o k s i d ē š a n a s reakcijā 10 cm³ spēj izšķīdināt 0,03 gram-ekvivalentus resp. 1,4 g CuS, 3,5 g PbS, 2,5 g Bi₂S₃ un 2,1 g CdS. Tik lielus vielu daudzumus kvalitatīvi analizē parasti neapstrādā, un 5 cm³ atšķ. skābes ir pietiekošs daudzums. Šķīdinot sulfidus HNO₃ vai karaļūdeni, jāņem vērā, ka tad paliek pāri b r i v s s ē r s, kas no ieslēgtiem piemaisījumiem ir pelēkā krāsā. Tīra atšķ. HNO₃ sākumā nedarbojas kā oksidētājs (autokatalize, 173); bet reakcija sākas tūlī, ja skābē ievada drusku NaNO₂.

Nogulsnes, kas viegli šķīst, var šķīdināt arī piltuvē uz filtra. Mazu šķīdinātāja daudzumu sasilda un ar pipeti pilina uz filtra malām; notekošo filtrātu uztver stobriņā, atkal uzsilda un atkal pilina uz filtra malām, līdz kamēr nogulsnes pilnīgi izšķīdušas. Uz filtra nogulsnes šķīdināmas arī tad, ja to ir tik maz, ka nav iespējams tās no filtra noņemt. Bet ja nogulsnes šķīst tikai koncentrētā skābē vai karaļūdenī, kas saēd filtru, un to ir tik maz, ka no filtra nevar noņemt, tad izplēš no filtra daļu, uz kuņas atrodas nogulsnes, un tās šķīdina kolbiņā vai bļodiņā kopā ar filtru. Pēc izšķīdināšanas atšķaida ar ūdeni un nafiltrē filtra plūksnas.

118. §. Vienas skābes apmaiņa pret otru. Analizes gaitā dažreiz rodas vajadzība atsvabināties no kādas gaistošas skābes klātbūtes; tā fosforskābes atdalīšanas gaitā ar bismuta oksinitrātu nepieciešams atsvabināties no Cl' iōna. To panāk, analīzi vairākkārt iztvaicējot ar konc. HNO₃. Iztvaicēšanu parasti izdara lēzenā bļodiņā. Bet ja analizē ir klāt trīsvērtīgie katiōni Al⁺⁺⁺, Cr⁺⁺⁺ un Fe⁺⁺⁺, ar ko Cl' iōns veido kompleksus, tad Cl' iōna aizdzīšana lēzenā traukā labi neizdodas. Daudz ātrāk var to panākt, ja iztvaicēšanu izdara mazā koniskā kolbiņā uz asbesta sietiņa, norēgulējot liesmu tā, ka kolbiņa tikko kūp. Tad HNO₃ garaiņi sabiezē un notek atpakaļ gar kolbiņas sienām, bet HCl resp. Cl₂ izgaro. Ievadot irbuli ar AgNO₃ pilienu kolbiņas kaklā, var konstatēt, kad Cl' iōna aizdzīšana no-beigta.

VI. Katiōnu analīze

119. §. Katiōnus iedala 5 analitiskās grupās.

I grupā: **Ag⁺, Pb⁺⁺, Hg⁺** (vienvērtīgs). Šo triju katiōnu chlōrīdi nešķīst ūdenī un atšķaidītās skābēs. Tikai PbCl₂ mazā mērā šķīst aukstā ūdenī (ap 1%) un mazliet vairāk karstā ūdenī (ap 5%). Tādēļ Pb⁺⁺ iōns pa daļai pāriet arī II grupā.

II grupā: **Hg⁺⁺** (divvērtīgs!), **Pb⁺⁺** (atliekas no I grupas), **Bi⁺⁺⁺, Cu⁺⁺, Cd⁺⁺, Sn⁺⁺, Sn⁺⁺⁺⁺, Sb⁺⁺⁺, Sb⁺⁺⁺⁺, As⁺⁺⁺, As⁺⁺⁺⁺ (AsO₄^{'''})**. S k ā b o s šķīdumos šos katiōnus nogulsnē s ē r ū d e ņ r a d i s kā sulfidus.

III grupā: Al^{+++} , Cr^{+++} , Fe^{++} , Fe^{+++} , Co^{++} , Ni^{++} , Mn^{++} , Zn^{++} . Baziskos šķīdumos šos kationus nogulsnē ammonija sulfids, pirmos divus kā hidroksidus, jo to sulfidi ūdenī hidrolizējas, pārējos kā sulfīdus.

IV grupā: Ba^{++} , Sr^{++} , Ca^{++} . Baziskos šķīdumos chlōrammonija klātbūtē šos kationus nogulsnē ogļskābais ammonijs kā karbonātus.

V grupa: Mg^{++} , K^+ , Na^+ , NH_4^+ . Iepriekšējo grupu reaģenti šos kationus nenogulsnē.

I grupa.

120. §. Grupas reaģents: chlōrūdeņraža jeb sāļsskābe (Cl^- iōns) I grupu nogulsnē skābā vidē. Ja analīze nav skāba, to paskābina ar dažiem pilieniem atšķ. HNO_3 skābes. Aukstāi analīzei pa pilienam pieliek atšķaidītu HCl skābi. Ja rodas nogulsnes, tad HCl pielikšanu turpina, analīzi labi saskalo un ļauj nogulsnēm nostāties dibenā. Dzidrajā šķīdumā virs nogulsnēm ielaiž vēl dažus pilienus HCl . Ja nogulsnes vairs nerodas, analīzi labi saskalo un aukstu filtrē. Nogulsnes uz filtra 3 reizes aplej ar aukstu ūdeni un izmazgā. Pirmo mazgājamo ūdeni pievieno filtrātam. Filtrātu pārbauda, vai I grupa ir pilnīgi nogulsnēta, pieliekot tam vēl dažus pilienus HCl skābes, tad stobriņu noslēdz ar aizbāzni, apzīmē ar uzrakstu „I grupas filtrāts“ un uzglabā.

Nogulsnes apstrādā pēc tabulas I.

Traucējumi un sarežģījumi I grupā.

1. Ja analīzē ir daudz Bi vai Sb, tad no atšķaidītas HCl skābes, kas satur daudz ūdens, izceļas hidrolīze: izkrīt baltas nogulsnes BiOCl un SbOCl . Tādas pašas nogulsnes vēl lielākā daudzumā rodas, ja analīzei pielej ūdeni. Konc. HCl skābē nogulsnes izšķīst.

2. Ja analīzei ir stipri sārmaina reakcija, tad no paskābināšanas var izkrīst:

a) Baltas nogulsnes $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Zn}(\text{OH})_2$, $\text{Pb}(\text{OH})_2$, $\text{Sn}(\text{OH})_2$ no alumīnātiem, cinkātiem, plumbītiem, stannītiem; HNO_3 vai HCl pārākumā nogulsnes atkal izšķīst.

Baltas nogulsnes $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{Sb}(\text{OH})_3$, HSbO_3 un As_2O_3 no stannātiem, antimonītiem, antimonātiem un arsēnītiem. Nogulsnes neizšķīst HNO_3 pārākumā, bet izšķīst HCl skābē. Šķīdumu pievieno I grupas filtrātam.

Baltas nogulsnes $\text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ no ūdenī šķīstošiem alkaliju silikātiem. S nopolisulfīdiem, tad atdalās arī H_2S ; no tiosulfātiem, tad atdalās arī SO_2 . Nogulsnes skābēs nešķīst. Tās atstāj neievērotas.

I tabula.

Baltās nogulsnes **AgCl**, **PbCl₂** un **HgCl** ieskalo stobriņā, vāra ūdenī dažas minūtes: **PbCl₂** izšķīst; **AgCl** un **HgCl** nešķīst. Karstu filtrē. Nogulsnes izmazgā ar karstu ūdeni.

| Filtrāts | Nogulsnes | |
|---|---|---|
| <p>PbCl₂ šķīdumā. To sadala atsevišķās daļās un izdara pārlicināšanās reakcijas.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. K₂CrO₄ dod dzeltenu PbCrO₄. 2. H₂SO₄ dod baltu PbSO₄. 3. KJ dod dzeltenu PbJ₂. <p>Citas reakcijas sk. pie Pb (265).</p> | <p>HgCl, AgCl ieskalo ar Br₂-ūdeni kolbiņā, pieliek Br₂-ūdeni pārākumā (dzeltena nokrāsa), vāra līdz kamēr Br₂ pārākums izgaist un karstu filtrē.</p> | |
| | Filtrāts | Nogulsnes |
| | <p>HgBr₂ šķīdumā; ar to izdara pārlicināšanās reakcijas.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. SnCl₂ dod baltas nogulsnes HgCl, kas no SnCl₂ pārākuma kļūst melnas. 2. Notīrīta Al stiepule šķīdumā pārklājas ar Hg un pēc tam gaisā ar Al(OH)₃. <p>Citas reakcijas sk. pie Hg (269).</p> | <p>AgCl mazgā uz filtra ar karstu ūdeni, tad apļej vairāk reiz ar vienu un to pašu porciju NH₄OH, ko uztver stobriņā. Šķīdumu, kas satur [Ag(NH₃)₂]Cl, sadala vairākās daļās un izdara pārlicināšanās reakcijas.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Paskābinot ar HNO₃, dabū baltas nogulsnes AgCl. 2. KJ dod dzeltenu AgJ. 3. H₂S dod melnu Ag₂S. <p>Citas reakcijas sk. pie Ag (279).</p> |
| <p>Otrs AgCl un HgCl atdalīšanas paņēmieni.</p> <p>Nogulsnes pēc PbCl₂ atdalīšanas apļej ar siltu atšķ. NH₄OH, un ilgi skalo. Ja klāt ir HgCl, nogulsnes kļūst melnas; rodas HgNH₂Cl + Hg, bet AgCl izšķīst kā [Ag(NH₃)₂]Cl. Filtrē.</p> | | |
| Filtrāts | Nogulsnes | |
| <p>Satur [Ag(NH₃)₂]Cl; to apstrādā tāpat kā pirmajā atdalīšanas paņēmienā.</p> | <p>HgNH₂Cl + Hg izšķīdina karajūdenī, šķīdumu iztvaičē gandrīz sausu un atšķaida ar ūdeni. Ar šķīdumu, kas satur HgCl₂, izdara pārlicināšanās reakcijas kā pirmajā atdalīšanas paņēmienā.</p> | |

Piezīme. Ja analizē ir daudz **Hg'** un maz **Ag'**, tad ir ieteicams pirmais atdalīšanas paņēmieni; ja maz **Hg'** un daudz **Ag'**, tad otrais atdalīšanas paņēmieni.

b) **As-**, **Sb-** un **Sn-** sulfīdi dzeltenā vai iesarkanā krāsā no sulfosālīm; tad atdalās arī **H₂S**. Nogulsnes izšķīdina ammonija polisulfidā un izmeklē pēc tabulas II B.

c) No ammonjakāla šķīduma, ja to paskābina, var izkrist baltas nogulsnes **AgCl**, **AgBr**, **AgCN**, kas neizšķīst skābēs, bet izšķīst ammonjakā. Nogulsnes samaisa ar **Na₂CO₃** un reducē uz ogles: balts, spožs metalla grauds norāda uz **Ag**. To izšķīdina **HNO₃** skābē un izmeklē slapjā ceļā.

II grupa.

121. §. Grupas reaģents sērūdeņradis H_2S . (S'' iōns) s k ā b o s šķīdumos nogulsnē šās grupas katiōnus kā krāsainus sulfidus.

Priekšmēģinājums uz II grupu. Mazai daļai no I grupas filtrāta (vai arī ar HCl paskābinātas pirmanalizes, ja I grupas nav klāt) pie apm. 70° pielej dažus cm^3 H_2S ūdens, stobriņu aizbāž un liek stāvēt. Ja 10—15 minūtēs nerodas krāsainas nogulsnes, tad var domāt, ka II grupas nav klāt (bet As? sk. turpmāk). Tad pārējo filtrāta daļu tūlīņ izmeklē uz III grupu.

Bet ja rodas krāsainas nogulsnes vai mainās analizes nokrāsa, tad visu filtrātu sagatavo II grupas atdalīšanai.

Skābes daudzumam analizē vajaga būt piemērotam: ja skābes koncentrācija ir mazāka par 0,4 n brīvas HCl, tad nevietā var izkrist Zn; bet ja tā ir lielāka par 2 n, tad nepilnīgi izkrit Cd, Sn un Pb. Turpreti As izkrit pilnīgi tikai no stipri skābiem šķīdumiem (sk. turpmāk). Nogulsnēšanu izdara $60—70^\circ$ temperatūrā ar H_2S ūdeni vai H_2S gāzi. Ja neitrālai pirmanalizei pieliek $\frac{1}{4}$ tilpuma atšķ. HCl (tā ir 2 n), tad skābes koncentrācija ir pietiekoša nogulsnēšanai ar H_2S gāzi; bet ja lieto H_2S ūdeni, tad HCl daudzums jāpalielina attiecīgi tilpuma pieaugumam. Jāņem vērā arī tas skābes daudzums, kas analīzei ir pieliets, nogulsnējot I grupu. H_2S ūdeni pielej karstai analīzei mazām porcijām, to stipri saskalojot un sildot, līdz kamēr sulfīdu nogulsnēšana ir pilnīga un šķīdums virs nogulsnēm no H_2S pielikšanas vairs nesaduļķojas. H_2S gāzi ievada karstā analizē ar sevišķu caurulīti, kam galā ir šļūtene (112). Pēc izdarītas nogulsnēšanas analīzei liek 15—20 minūtes stāvēt un tad filtrē.

Ja analizē ir klāt As (tas jāizzina ar priekšmēģinājumiem), tad tai pielej līdzīgu tilpumu konc. HCl skābes, uzsilda līdz apm. 70° , piesātina ar H_2S gāzi, aiztaisa ar aizbāzni un liek 3 stundas stāvēt. Pēc tam analīzi pamazām atšķaida ar četrkārtīgu tilpumu H_2S ūdens, vēlreiz piesātina ar H_2S gāzi un pēc 15—20 minūtēm filtrē.

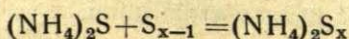
Nogulsnes uz filtra izmazgā ar siltu ūdeni, kas satur H_2S un apm. 1% NH_4NO_3 . Pirmo mazgājamo ūdeni pievieno filtrātam. Filtrātu uzglabā slēgtā traukā ar attiecīgu uzrakstu III grupas analīzei. Nogulsnes apstrādā ar amonija polisulfīdu (tabulas II A un II B), vai KOH sārmu (tabula II C).

| | | | | | | |
|--------------------------------------|--|--|---|-----------------------|--------------------------|---------------------------|
| Nogulsnes: | HgS, melnas | PbS, melnas | Bi₂S₃, tumšbrūnas | CuS, melnas | CdS, dzeltenas | SnS, tumšbrūnas |
| SnS₂, dzeltenas | Sb₂S₃ un Sb₂S₅, oranžsarkanas | As₂S₃ un As₂S₅. gaišdzeltenas | | | | |

Baltas nogulsnes var būt: S no H_2S , ja ir klāt oksidētāji (Fe^{+++} , $CrO_4^{''}$, MnO_4' u. c.) un **ZnS** (no III gr.), kas izkrīt **nevietā**, ja šķīdums nav diezgan skābs.

Pirmie 5 sulfīdi (HgS , PbS , Bi_2S_3 , CuS un CdS) ir ar b a z i s k u raksturu; tie nešķīst ammonija polisulfidā un kalija hidroksidā un sastāda apakšgrupu **II A**. Pēdējie 6 (SnS , SnS_2 , Sb_2S_3 , Sd_2S_5 , As_2S_3 un As_2S_5) ir ar s k ā b u raksturu (293); tie izšķīst ammonija polisulfidā un kalija hidroksidā un sastāda apakšgrupu **II B**.

Ammonija polisulfīdu taisa no ammonija sulfīda, izšķīdinot tani smalki saberztu sēru:



Tas darbojas kā oksidētājs: izšķīdinātais sērs pievienojas SnS , Sb_2S_3 un As_2S_3 un oksidē tos par SnS_2 , Sb_2S_5 un As_2S_5 .

Apakšgrupas II A atdalīšana no apakšgrupas II B ar ammonija polisulfīdu.

Ar H_2S dabūtās nogulsnes izmazgā, ievieto stobriņā, aplej ar siltu (bet ne karstu!) ammonija polisulfīdu un ilgi skalo. Apakšgrupa **II B** izšķīst (**SnS** šķīst ļoti lēni!). Filtrē.

Nogulsnes izmazgā un izmeklē pēc tabulas **II A**.

Filtrātu izmeklē pēc tabulas **II B**.

Otrs atdalīšanas paņēmieni ar KOH sārma.

122. §. II grupas sulfīdus izmazgā ar ūdeni, kas satur H_2S un $NaCl$ (ap 1%), ievieto porcelāna bļodiņā un aplej ar apm. $10-15\text{ cm}^3$ 2 n KOH sārma. Bļodiņas saturu pastāvīgi maisa ar stikla irbuli un silda uz krāsniņas, bet ne līdz viršanai. Šķīdumā pāriet arsēna, antimona un alvas sulfīdi kā sulfosāļi un oksosulfosāļi; mazā mērā var izšķīst arī HgS kā $K_2[HgS_4]$. Šķīdumu nolej caur filtru, un ja ir vajadzīgs, šķīdināšanu izdara vēlreiz ar jaunu porciju KOH. Neizšķīdušos sulfīdus, kas var būt HgS , PbS , Bi_2S_3 , CuS , CdS un mazā mērā arī SnS , uz filtra izmazgā ar ūdeni, kas satur ap 1% NH_4NO_3 , un tālāk apstrādā pēc tabulas **II A**. Šķīdumam KOH sārma pieliek NH_4Cl un labi saskalo; ja izkrīt melnas nogulsnes HgS , tad tās pievieno neizšķīdušajiem sulfīdiem. Filtrātu apstrādā pēc tabulas **II C**.

Tabula II A.

Sulfidus: **HgS, PbS, Bi₂S₃, CuS** un **CdS** pēc skalošanas ar $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$ izmazgā ar ūdeni, kas satur ap 1% NH_4NO_3 , un porcelāna bļodiņā vāra atšķ. HNO_3 skābē. Visi sulfidi, izņemot HgS, izšķīst; paliek pāri arī sērs kā netīri pelēka masa. Filtrē.

Nogulsnes.
HgS un sērs.
Izšķīdina 2—3 cm³ karalūdens (sērs nešķīst); iztvaiēcē gandrīz sausu, atšķaida ar ūdeni un atfiltrē no sēra. Ar šķīdumu izdara pārliecināšanās reakcijas.

1. SnCl_2 dod sākumā baltas nog., kas no pārākuma kļūst tumšas.

2. Notīrīta alumīnija stiepule šķīdumā pārklājas ar Hg, pēc tam gaisā ar $\text{Al}(\text{OH})_3$.

3. NH_4OH dod baltas nogulsnes. Citas reakcijas sk. pie

Hg (269).

Filtrāts.
Šķīdumā atrodas $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ un $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$. Lai atdalītu Pb'', kuŗa parasti ir ļoti maz (atliekas no I grupas), šķīdumam pielej atšķ. H_2SO_4 skābi*), labi saskalo un karsē lēzenā traukā, kamēr izgaist visa HNO_3 skābe un sāk parādīties balti H_2SO_4 garaiņi; tad atšķaida ar dažiem cm³ ūdens un filtrē.

Nogulsnes.
Balts PbSO₄.

Izmazgā un izšķīdina etiķskābā ammonijā. Šķīdumam pieliek

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, rodas dzeltenas nogulsnes. Otrai porcijai pieliek H_2S , rodas melnas nogulsnes vai brūna nokrāsa.

Citas reakcijas sk. pie

Pb (265).

Filtrāts.
Šķīdumā atrodas $\text{Bi}_2(\text{SO}_4)_3$, CuSO_4 un CdSO_4 . Pielej NH_4OH pārākumā. Izkrīt baltas, pārslains $\text{Bi}(\text{OH})\text{SO}_4$; var šo kādmijs paliek šķīdumā kā kompleksi $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$ un $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$. Filtrē.

Nogulsnes.
Bi(OH)SO₄.

Izmazgā un šķīdina atšķ. HCl skābē. Šķīdumu sadala vairākās daļās.

1. Dažus pilienus šķīduma pielej pie svaigi pagatavota Na_3SnO_2 , tūlīt rodas melnas nogulsnes Bi.

2. Stipri atšķaida ar ūdeni: notiek hidrolīze un izkrīt balts BiOCl .

3. Šķīdumam pielej Na_2HPO_4 : rodas baltas nogulsnes BiPO_4 . Reakcijas sk. pie Bi. (271).

Filtrāts.
Ja šķīdums nav zilā krāsā, tad Cu nav klāt un tad Cd meklē, pieliekot H_2S ūdeni. Ja šķīdums ir zilā krāsā, tad to dala divās daļās.

Vienu daļu paskābina ar atšķ. HCl skābi un pielej

$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$: sarkanbrūnas nogulsnes

$\text{Cu}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$ norāda uz Cu. Citas reakcijas sk. pie Cu (275).

Otrai daļai pa pilienam pieliek KCN , līdz kamēr zilā krāsā pazūd. Varš reducējas par vienvērtīgu un kā komplekss $\text{K}_3[\text{Cu}(\text{CN})_4]$ paliek šķīdumā. Šo kompleksu nesadala arī H_2S . Kadmījs ar KCN rada kompleksu $\text{K}_2[\text{Cd}(\text{CN})_4]$, ko H_2S sadala. Pieliek H_2S ūdeni. Izkrīt gaišdzeltens CdS . To izšķīdina dažos pilienos konc. HCl skābes, atšķaida ar ūdeni un ar šķīdumu izdara pārliecināšanās reakcijas. Sk. pie

Cd (277).

*) Te ir ieteicams šāds Pb atdalīšanas variants: nitrātu šķīdumu uzvāra, lai aizdzītu H_2S , un pamazām neitrālīzē ar KOH sārmu, pēc tam pielej 3—5 cm³ divnormāla KOH pārākuma (uz apm. 30 cm³ šķīduma) un uzvāra. Pb pāriet šķīdumā kā plumbīts, bet Bi, Cu un Cd paliek nogulsnēs kā oksīdi vai hidroksīdi. Pēc atdzišanas filtrē. Filtrātu paskābina ar etiķskābi un ar K_2CrO_4 meklē Pb. — Nogulsnes izmazgā un uz filtra izšķīdina siltā atšķ. HNO_3 skābē. Šo nitrātu šķīdumu tālāk apstrādā tāpat kā sulfātu šķīdumu tadulā pēc PbSO_4 atdalīšanas.

Tabula II B.

Ar sēna, antimona un alvas sulfīdu šķīdumam daudzsērainsajā amonijā, kurā atrodas sulfosālis $(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$ un $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_3$, pielej atšķ. HCl skābi līdz skābāi reakcijai. Ja šķīdums kļūst baltskābpiens (pelēks, ja analizē ir Cu), tad As, Sb un Sn nav klāt; pretējā gadījumā izkrīt krāsainas nogulsnes As_2S_5 , Sb_2S_5 un SnS_2 . Labi saskalo, sasilda un filtrē. Filtāts nav vajadzīgs! Nogulsnes izmazgā un vāra ar puskoncentrētu (1:1) HCl skābi, kamēr vairs neatdalās H_2S (pārlicināties ar svina acetāta papīri!). Filtrē.

| Nogulsnes. | Filtrāts. | |
|--|---|--|
| <p>As_2S_5 un sērs. Porcelāna bļodiņā nogulsnes oksidē ar konc. HNO_3 skābi, kamēr vairs neatdalās brūni garaiņi, tad iztvaicē gandrīz sausu, neitrālizē ar NH_4OH un izdara pārlicināšanās reakcijas.</p> | <p>Šķīdumā atrodas SbCl_3 un SnCl_4. Iztvaicē lieko skābi un 1 pilienu šķīduma uzliek uz alvas papīriša: tumšs plankums (metallisks Sb) norāda uz Sb. Stipri sakoncentrētu šķīdumu vāra ar dzelzs putekļiem 10—15 min. Dzelzs izspiež antimonu no šķīduma (melns nogulsnes) un reducē SnCl_4 par SnCl_2. Atšķaida ar ūdeni un filtrē.</p> | |
| <p>1. $\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ dod ar analīzi baltas nogulsnes.</p> | <p>Nogulsnes: Sb (+ grafitis no dzelzs).</p> | |
| <p>$\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$;</p> | <p>Izšķīdina dažos pilienu karalūdenis un pārlicinās;</p> | |
| <p>2. AgNO_3 neitrālā šķīdumā dod sarkanbrūnas nogulsnes</p> | <p>1. Atšķaidot ar ūdeni rodas baltas nogulsnes.</p> | |
| <p>Ag_3AsO_4;</p> | <p>SbOCl;</p> | |
| <p>3. $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 + \text{HNO}_3$ dod ar analīzi pie apm. 60° dzeltenas nogulsnes.</p> | <p>2. H_2S dod oranžsarkanās nogulsnes Sb_2S_3;</p> | |
| <p>$(\text{NH}_4)_3\text{AsO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$.</p> | <p>3. Uz alvas papīra piliens šķīduma rada melnu plankumu Sb.</p> | |
| <p>Reakcijas sk. pie As (294).</p> | <p>Reakcijas sk. pie Sb (288).</p> | |
| | <p>Filtrātam SnCl_2 pielej HgCl_2: rodas baltas nogulsnes, kas kļūst tumšas, ja Sn ir daudz;</p> | |
| | <p>$(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 + \text{NH}_4\text{CNS}$ skābā vidē dod ar 1 pilienu SnCl_2 sarkanu krāsojumu.</p> | |
| | <p>Reakcijas sk. pie Sn (283).</p> | |

Otrs atdalīšanas paņēmieni,

kad ir klāt daudz As.

Visus trīs sulfīdus As_2S_5 , Sb_2S_5 , un SnS_2 ilgi skalo ar siltu $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ šķīdumu*). As_2S_5 pāriet šķīdumā kā $(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$ un $(\text{NH}_4)_3\text{AsO}_3\text{S}$; Sb_2S_5 , SnS_2 un sērs nešķīst. Filtrē.

Filtrātu paskābina ar atšķ. HCl skābi: izkrīt dzeltens As_2S_5 . To oksidē ar konc. HNO_3 skābi un ar šķīdumu izdara pārlicināšanās reakcijas kā augstāk aizrādīts.

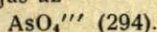
Nogulsnes Sb_2S_5 , SnS_2 un sērs. Izšķīdina puskoncentrētā HCl skābē; atdalās H_2S un paliek pāri sērs. Šķīdumu iztvaicē līdz mazam tilpumam, reducē ar dzelzs putekļiem un tālāk apstrādā kā augstāk aizrādīts.

*) Ammonija karbonāta vietā vēl labāk var lietot maisījumu: 1 tilp. 2 n NH_4OH , 2 tilpumi 2 n NH_4Cl un 1 tilpums ūdens.

Tabula II C.

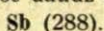
Arsēna, antimona un alvas sulfīdu šķīdumam KOH sārmā mazām porcijām pielej etiķskābi līdz skābai reakcijai: izkrit izšķīdušie sulfīdi: As_2S_5 , As_2S_3 , Sb_2S_5 , Sb_2S_3 , SnS_2 un SnS . Tos izmazgā ar ūdeni, kam pielikts NH_4Cl . Pēc tam sulfīdus 5 min. stipri skalo ar maisījumu, kas satur 1 tilp. 2 n NH_4OH , 2 tilp. 2 n NH_4Cl un 1 tilp. ūdens. Izšķīst tikai arsēna sulfīdi. Filtrē.

Filtrātu paskābina ar etiķskābi: ja As ir klāt, izkrit gaišdzeltens As_2S_5 , resp. As_2S_3 . Nogulsnes rūpīgi izmazgā ar ūdeni, kas satur ap 1 % NH_4NO_3 , un izšķīdina mazā daudzumā KOH un, pieliekot mazām porcijām H_2O_2 , oksidē par arsenātu un sulfātu. H_2O_2 pārākumu sadala ar vārīšanu. Šķīdumu neitrālīzē ar HNO_3 un izdara pārlicināšanās reakcijas uz

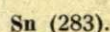


Nogulsnes Sb- un Sn- sulfīdus izmazgā ar ūdeni un izšķīdina pēc iespējas mazā tilpumā karsta KOH sārma un ar H_2O_2 oksidē, līdz kamēr sulfīdi pilnīgi pārvēršas par sulfātiem (mazu daļu paskābina ar etiķskābi: ja nerodas nogulsnes, oksidēšanās ir pilnīga). H_2O_2 pārākumu sadala ar vārīšanu. Šķīdumu paskābina ar HCl. Svarīgi ir, lai šķīduma tilpums būtu mazs.

Pilienu šķīduma uzliek uz spoža Pt vai Cu skārda un ieliek pilienā graudiņu Zn: Sb metāls kā melns plankums nogulsnes uz skārda. Ja šķīdumā būtu tikai Sn, tad plankums būtu pelēks un tas rastos daudz lēnāk.

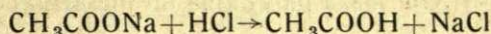


Šķīdumu vāra ar Fe pulveri. Sb izkrit kā melns metāla pulveris, bet Sn^{4+} reducējas par Sn^{2+} . Filtrē. Filtrātam pielej dažus pilienus $HgCl_2$: balta nogulsnes $HgCl$, kas kļūst tumšas, ja Sn^{2+} ir daudz, norāda uz



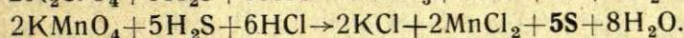
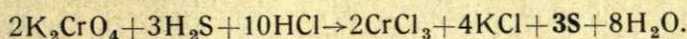
Traucējumi un sarežģījumi II grupā.

123. §. 1. Ja analizē ir klāt daudz acetātu vai citas kādas vielas vai vājas skābes sāls, tad, paskābinot ar HCl skābi, notiek apmaiņas reakcija:



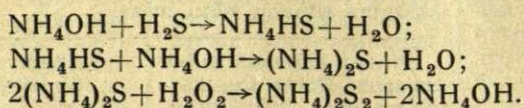
Stiprās HCl skābes vietā stājas vāja vai vidēja skābe un šķīdums vairs nav diezgan skābs, lai aizkavēta ZnS izkrišanu nevietā II grupā. Ja no priekšmēģinājumiem ir zināms, ka klāt ir acetāti, borāti, tartrāti u. c. vāju vai vidēju skābju sāļi, tad pirms II grupas nogulsnesšanas jāpieliek vairāk HCl skābes.

2. Ja analizē ir klāt hromāti un permangānāti, kas ar H_2S reducējas, tad nogulsnes rodas daudz sēra, kas nepatīkami apgrūtina sulfīdu nogulšņu tālāku apstrādāšanu. Reizē ar to analizē samazinās arī skābes koncentrācija.



Tādā gadījumā brīvās skābes analizē var pietrūkt; tad analīze dabū bazisku reakciju, un II grupā nevietā izkrīt arī citi III gr. katiōni. Lai no tā izvairītos, ieteicams chrōmātus un permangānātus reducēt pirms sulfīdu nogulsnēšanas, karsējot stipri paskābinātu analīzi ar metilalkoholu (113), tad to iztvaicēt gandrīz sausu un no jauna izšķīdināt ūdenī un paskābināt ar HCl skābi.

3. Vecā ammonija polisulfidā grūti šķīst SnS un Sb₂S₃. Tas ir tadēļ, ka sērammonijs viegli oksidējas no gaisa skābekļa un saskaldās par NH₄OH+S. Svaigā (NH₄)₂S_x, SnS un Sb₂S₃ šķīst labi. Mazā daudzumā svaigu (NH₄)₂S_x var pagatavot tā: 5 kub. cm puskoncentrēta (1:1) amonjaka piesātina ar H₂S, neļaujot tam sakarst, un iegūto ammonija hidro-sulfīdu neitrālīzē ar 5 kub. cm tāda paša amonjaka. Beidzot šķīdumam pieliek vēl 2—3 kub. cm 3% H₂O₂, kas to pa daļai oksidē par (NH₄)₂S_x.



III grupa.

124. §. Grupas reaģents ir (NH₄)₂S (S'' iōns); baziskā šķīdumā, kur S'' iōna koncentrācija ir liela, tas nogulsnē III grupas katiōnus kā h i d r o k s i d u s un s u l f i d u s. Nogulsnēšanu izdara NH₄Cl klātbūtē, jo citādi III grupā nevietā varētu izkrist Mg(OH)₂. Liela NH₄' iōna koncentrācija no stipri disociētā NH₄Cl tik lielā mērā pamazina OH' iōna koncentrāciju (sk. 71), ka tas nespēj nogulsnēt Mg'' iōnu. Grupas reaģents ammonija sulfīds (NH₄)₂S satur diezgan daudz brīva NH₄OH, kas rodas no hidrolīzes. Svaigs (NH₄)₂S ir bezkrāsas; ilgāku laiku stāvējis, tas oksidējas, pārvēršas pa daļai par (NH₄)₂S_x un kļūst dzeltens. (NH₄)₂S vietā analīzei var pielikt NH₄OH mazā pārkumā un piesātināt ar H₂S gāzi.

II grupas filtrāta sagatavošana III grupas katiōnu nogulsnēšanai.

II grupas filtrātu, kas pēc I un II grupas katiōnu nogulsnēšanas ir stipri atšķaidījies, ietvaicē līdz tilpumam, kāds analīzei bija sākumā. Ja rodas duļķes (S no H₂S oksidēšanas), nofiltrē. Ar mazu filtrāta daļu izmēģina uz PO₄''' un C₂O₄'' iōnu klātbūti. Arī C₄H₄O₆'' iōns traucē III grupas gaitu, bet to parasti atrod priekšmēģinājumos.

PO₄''' iōna (fosforskābes) uzmeklēšana. Mazu daļu no II grupas filtrāta, no kuŗa ar vārīšanu ir izdzīts viss H₂S, paskābina ar konc. HNO₃ skābi un sajauc ar vairākkārtēju (NH₄)₂MoO₄ šķīduma tilpumu: dzeltenas nogulsnes, kas rodas pamazām, norāda uz PO₄''' iōna klātbūti. Šo reakciju traucē dažas citas vielas, ja tās atrodas analizē. Sk. 213.

C_2O_4'' iõna (skābeņskābes) uzmeķlēšana. Mazu daļu no II grupas filtrāta pa pilienam pieliek verdošam Na_2CO_3 šķīdumam, vāra 5—10 minūtes un filtrē. Filtrātu paskābina ar etiķskābi un pielej tam $CaCl_2$: baltas sīkkristaliskas nogulsnes **CaC_2O_4** norāda uz C_2O_4'' iõnu. Tādu pašu reakciju dod arī F' iõns, ja tas jau pašā analīzes sākumā nav atdalīts. Reakcijas sk. 147.

Ja nav klāt vielu, kas traucē III grupas gaitu, tad skābo filtrātu neitrālizē (apmēram!) ar NH_4OH . No tam šķīdumā rodas ammonija sāļš; liet vēl klāt NH_4Cl tādā gadījumā nav vajadzīgs. Bet ja I un II grupas katiõnu nav klāt un pirmanalīzi izmēģina tieši uz III grupas katiõniem, tad dažu cm^3 NH_4Cl pielikšana ir nepieciešama. No NH_4OH pielikšanas pārākuma var izkrist **$Al(OH)_3$, $Fe(OH)_3$ un $Cr(OH)_3$** . Tādā gadījumā tūliņ pielej arī $(NH_4)_2S$.

Priekšmēģinājums. No pienācīgi sagatavota II grupas filtrāta ņem mazu daļiņu un sajauc ar $(NH_4)_2S$ un labi saskalo. Ja nogulsnes nerodas, tad tā ir zīme, ka III grupas katiõnu nav klāt; tad galveno filtrāta daļu tūliņ izmēģina uz IV grupu.

Ja ar NH_4OH vai $(NH_4)_2S$ rodas nogulsnes, tad visu filtrātu sasilda un, pastāvīgi skalojot, pa pilienam pieliek $(NH_4)_2S$, kamēr vēl rodas nogulsnes. Jāsargās pieliet lielu $(NH_4)_2S$ pārākumu, jo tad nogulsnes grūti filtrējas.

Nogulsnēs var būt:

hidroksīdi: **$Al(OH)_3$** želatīnveidīgs, caurspīdīgs; **$Cr(OH)_3$** zilganpelēks; dažreiz nevieta izkrit arī $Mg(OH)_2$, ja šķīdumā ir par maz NH_4' iõnu;

sulfīdi: **FeS , Fe_2S_3 , NiS , CoS** , visi melni; **ZnS** balts un **MnS** miesas krāsā.

Nofiltrē. Filtrātu sagatavo IV grupas analīzei. Nogulsnes apstrādā pēc tabulas III A.

Otrs III grupas atdalīšanas paņēmiens ir attēlots tabulā III B. To lieto tad, kad analīzē nav kobalta (II grupas filtrāts nav sarkans, pērle nav zila). Mazi kobalta daudzumi var būt. Šis paņēmiens paredz divus grupas reaģentus: NH_4OH nogulsnē tikai trīs vērtīgos katiõnus kā hidroksīdus **$Fe(OH)_3$, $Cr(OH)_3$ un $Al(OH)_3$** . Šai operācijā tiek līdzīgi rauti **$Co(OH)_3$ un $MnO(OH)_2$** tādā mērā, cik tie baziskā šķīdumā no gaisa skābekļa paspēj oksidēties. Pret $MnO(OH)_2$ ir labs līdzeklis hidroksilamīns, kas baziskā vidē oksidē dzelzi un reducē mangānu (160). — Otrs reaģents $(NH_4)_2S$ nogulsnē pārējos III grupas katiõnus kā sulfīdus: **CoS , NiS , ZnS un MnS** .

Tabula III A.

Ar $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ dabūtās nogulsnes izmazgā divreiz ar siltu $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ saturošu ūdeni un vienreiz ar tīru ūdeni. Nogulsnes ievieto bļodiņā, aplej ar 10 ccm aukstas atšķ. HCl skābes, maisa ar stikla irbuli apm. 10 minūtes un aukstu filtrē.

| | | | |
|---|--|--|---|
| <p>Nogulsnes: CoS, NiS. Nogulsnes ievieto bļodiņā, aplej ar 2--3 cm³ karaļūdens, iztvaicē gandrīz sausu, atšķaida ar ūdeni un šķīdumu dala divās daļās.</p> | | <p>Filtrāts: FeCl₂, AlCl₃, CrCl₃, MnCl₂, ZnCl₂, (un zīmes no Ni un Co.) Filtrātu bļodiņā vāra, līdz pazūd H₂S smaka, atdzesē, neitrālīzē ar NaOH un pēc tam pieliek vēl 20cm³ NaOH pārākumu; izkrit Fe(OH)₂, Mn(OH)₂; izšķīst Al, Cr (padaļai) un Zn kā NaAlO₂, NaCrO₂ un NaHZnO₂. Maisījumu oksidē ar H₂O₂ vai Br₂ ūdeni un viegli sasilida, kamēr zaļais NaCrO₂ oksidējas par dzelteno Na₂CrO₄, un filtrē.</p> | |
| <p>Vienai daļai pieliek Na₂CO₃, līdz parādās mazas nogulsnes, pēc tam daudz CH₃COOH un konc. KNO₂ šķīdumu; pamazām rodas dzeltenas nogulsnes. K₃[Co(NO₂)₆].</p> <p>Pēc divām stundām filtrē un filtrātā meklē niķeli.</p> <p>Nogulsnes pārbauda ar pērlis reakciju: zila pērle norāda uz Co (250).</p> | <p>Ja Co nav klāt, tad otrā daļā tūlīt meklē Ni; pretējā gadījumā ņem filtrātu no K₃[Co(NO₂)₆], neitrālīzē ar NH₄OH un vāra ar dažiem kristalliem dimetilglioksīma: g a i š s a r k a n a s nogulsnes norāda uz Ni (252).</p> | <p>Nogulsnes: Fe(OH)₂ un MnO(OH)₂ dala divās daļās.</p> <p>Vienu daļu izšķīdina atšķ. HCl skābē un izmēģina uz Fe⁺⁺⁺.</p> <p>1. K₄[Fe(CN)₆] dod tumšzilu Fe₄[Fe(CN)₆]₃.</p> <p>2. NH₄CNS dod asinssarkanu šķīdumu. Fe (248).</p> | <p>Otru daļu izmēģina uz Mn:</p> <p>1) vienu naža galu nogulšņu sakausē ar Na₂CO₃ + KNO₃: zaļš sakausējums Na₂MnO₄;</p> <p>2) mazu daudzumu nogulšņu izšķīdina konc. HNO₃ skābē (ja nešķīst. pieliek dažus pilienus H₂SO₄), pieber PbO₂ un vāra. Kad nogulsnes nostājas, redzams sārts šķīdums HMnO₄ Mn (259).</p> |
| | | <p>Filtrāts: Na₂CrO₄, NaAlO₂ un NaHZnO₂. Filtrātam pielej HCl, līdz kamēr izkritušās nogulsnes atkal izšķīst, tad pieliek daudz CH₃COONH₄ un BaCl₂, labi saskalo un filtrē vairāk reiz caur vienu un to pašu filtru, līdz kamēr noteiktais filtrāts ir pilnīgi dzidrs.</p> | |
| | | <p>Nogulsnes: BaCrO₄ Nogulsnes apstrādā ar aukstu atšķ. H₂SO₄ un reaģē ar H₂O₂ un ēteri: zila nokrāsa norāda uz Cr (244).</p> | <p>Filtrāts: AlCl₃, ZnCl₂, CH₃COONH₄ un BaCl₂ pārākums. Piesātināta ar H₂S un pēc brīža filtrē.</p> |
| | | <p>Nogulsnes: ZnS. Baltās nogulsnes izšķīdina atšķ. HCl skābē un šķīdumam pielej K₄[Fe(CN)₆]: izkrit baltas nogulsnes Zn₂[Fe(CN)₆]. Zn 261).</p> | <p>Filtrāts: AlCl₃ Filtrātam pieliek NH₄OH pārākumā un uzvāra; caurspīdīgas želatīnveidīgas nogulsnes Al(OH)₃. Tās pārbauda ar Te-nāra reakciju un alizarīna reakciju. Al (239).</p> |

Tabula III B.

(Kad Co ir klāt mazā daudzumā vai nemaz nav klāt).

Sagatavotam II grupas filtrātam pielej nelielā daudzumā konc. HNO_3 skābi un uzvāra, lai oksidētu Fe^{++} par Fe^{+++} , tad karsē vēl kādu brīdi, lai aizdzītu slāpēkļa oksidus. Pieliek vēl NH_4Cl (sausā veidā) un analīzi lēni neitrālizē ar NH_4OH , turot to visu laiku karstu. Kad sāk parādīties nogulsnes, tad ieteicams pielikt analīzei vienu naža galu hidroksilamīna hidrochlōrīda, $\text{NH}_2(\text{OH}) \cdot \text{HCl}$ (nepieciešams tas nav), un neitrālizēšanu turpina līdz vāji baziskai reakcijai. Karstu filtrē.

| | | | |
|---|---|--|---|
| <p>Nogulsnes: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ arī Co un Mn zīmes.</p> <p>Nogulsnes izšķīdina mazā daudzumā konc. HCl, atšķaida ar ūdeni, šķīdumu neitrālizē ar NaOH un pieliek vēl 5—10 cm^3 pārākumu, uzvāra un filtrē.</p> | | <p>Filtrāts: CoCl_2, NiCl_2, MnCl_2, ZnCl_2 un IV un V grupa.</p> <p>Filtrātam pieliek $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ mazā pārākumā, sasilda un filtrē.</p> | |
| <p>Nogulsnes: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$</p> <p>Nogulsnes daļa divās daļās.</p> | | <p>Filtrāts: NaAlO_2</p> <p>Paskābina ar HCl un ar NH_4OH neitrālizē; izkrist želatīnveidīgs $\text{Al}(\text{OH})_3$. To pārbauda ar Tenāra reakciju un alizarīnu.</p> <p>Al (239).</p> | |
| <p>Vienu daļu izšķīdina atšķ. HCl skābē un pārbauda uz Fe^{+++}:</p> <p>1. $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ dod tumšzilas nogulsnes.</p> <p>2. NH_4CNS dod sarkanu kā asins nokrāsu.</p> <p>Fe (248).</p> | <p>Otru daļu sakausē ar $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{KNO}_3$ un izvelk arsītu ūdeni: šķīdums dzeltenā krāsā; to pārbauda uz CrO_4^{--}.</p> <p>Paskābina ar etiķskābi:</p> <p>1) BaCl_2 dod dzeltenu BaCrO_4;</p> <p>2) $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ dod dzeltenu PbCrO_4;</p> <p>3) AgNO_3 dod sarkanbrūnu Ag_2CrO_4.</p> <p>Cr (244).</p> | <p>Nogulsnes: CoS, NiS.</p> <p>Apstrādā tālāk pēc tabulas III A.</p> | <p>Filtrāts: ZnCl_2, MnCl_2 un NiCl_2 zīmes.</p> <p>Šķīdumu vāra, kamēr pazūd H_2S smaka, tad neitrālizē ar NaOH un pieliek vēl lielu pārākumu un aukstu filtrē.</p> |
| | | <p>Nogulsnes: $\text{Mn}(\text{OH})_2$.</p> <p>1. Vienu daļu izšķīdina konc. HNO_3, pieliek vienu naža galu PbO_2, uzvāra un atšķaida ar ūdeni; kad nostājas, violeti sarkans šķīdums</p> <p>HMnO_4.</p> <p>2. Otru daļu sakausē ar</p> <p>$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{KNO}_3$ zaļš sakausējums</p> <p>Na_2MnO_4.</p> <p>Mn (259).</p> | <p>Filtrāts: NaHZnO_2.</p> <p>Neitrālizē ar etiķskābi un piesātina ar H_2S: baltas nogulsnes ZnS. Tās nofiltrē un izšķīdina atšķ. HCl skābē un šķīdumam pielej $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$: rodas baltas nogulsnes.</p> <p>$\text{Zn}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.</p> <p>Zn (261).</p> |
| | | | <p>Filtrāts: IV un V gr. kationi; to uzglabā.</p> |

Traucējumi III grupā.

125. §. Ja analizē ir klāt traucētājas vielas: fosfāti, oksalāti un tartrāti (fluorīdus, dzelzscianīdus un silikātus atdala no pirmanalizes, jo tie traucē jau iepriekšējās grupās), tad III grupas analīze nav iespējama parastā kārtā (110).

Oksalātus un tartrātus sadala, II grupas filtrātu iztvaicējot sausu un atlikumu, gaisam piekļūstot, karsējot līdz sarkanai kvēlei. Oksalāti un tartrāti tad oksidējas par karbonātiem. Pēc izkarsēšanas atlikumu izšķīdina konc. HCl skābē. Nevēlama parādība var būt tā, ka izkarsētie Al un Cr oksīdi vairs neizšķīst. Oksalātu un tartrātu sadalīšanu var panākt arī, karsējot analīzi ar konc. sērskābi. Bet tad IV grupas katiōni pārvēršas par sulfātiem, kas arī nešķīst. Priekšmēģinājumi te var dot norādījumu, kuŗu paņēmienu lietot.

PO₄''' iōnu atdala kā BiPO₄ vai FePO₄. Vispirms izzina, vai analizē ir klāt dzelzs. Šim nolūkam dažus pilienus no skābā II grupas filtrāta sajauc ar K₃[Fe(CN)₆] resp. K₄[Fe(CN)₆]: tumšzilas nogulsnes vai nokrāsa norāda uz dzelzs klātbūti.

Ja PO₄''' iōnu atdala kā BiPO₄, tad jāņem vērā, ka atdalīšanu traucē Cl' SO₄'' un Fe''' iōni, ja tie ir klāt lielā daudzumā. BiPO₄ šķīst HCl un H₂SO₄ skābēs, bet no Fe''' atdalīšana neizdodas. No šiem iōniem var atbrīvoties šādā kārtā.

Sagatavotam II grupas filtrātam pieliek NH₄OH līdz baziskai reakcijai, tad (NH₄)₂S un (NH₄)₂CO₃, lai nogulsnētu visus III un IV grupas katiōnus. Ja PO₄''' analizē ir daudz, tad izkrīt arī Mg'' kā MgNH₄PO₄. Nogulsnes izmazgā uz filtra ar siltu ūdeni, kam ir pielikts ap 1% NH₄NO₃ (ne NH₄Cl)! Filtrātā paliek K', Na' un varbūt arī Mg''; to pēc attiecīgas sagatavošanas izmeklē uz V grupas katiōniem. Nogulsnes, kas satur III un IV grupas katiōnus, izšķīdina 15 ccm aukstas atšķ. HNO₃ skābes*). Ja analizē ir klāt Fe, tad HNO₃ skābi iepriekš piesātina ar H₂S, pretējā gadījumā tas nav vajadzīgs. Šķīdumā tagad atrodas visi III un IV grupas katiōni, bet nav Cl' un SO₄'' iōnu, un dzelzs ir reducēta par Fe''. Aukstam šķīdumam pieber 1—2 g sausa BiONO₃ un stipri skalo, pēc tam lēni silda. BiONO₃ izšķīst un tūlī nogulsnē PO₄''' kā BiPO₄. Daļa Bi''' izkrīt arī kā Bi₂S₃; tas sarga Fe'' no oksidēšanās par trīsvērtīgu Fe''' Analīzi lēni sildot, pamazām to atšķaida ar karstu trīskārtīgu ūdens daudzumu, un beidzot uzkaršē gandrīz līdz viršanai. Ja analizē ir Fe, tad laiku pa laikam jāpieliek arī pa ccm H₂S ūdens, lai līdz beigām nogulsnēs būtu Bi₂S₃. Filtrē. Nogulsnes nav vajadzīgas. No filtrāta atdala Bi''' pārākumu ar H₂S un tālāk no-

*) Te varētu neizšķīst NiS un CoS melnā krāsā. Šos sulfīdus tieši izmeklē uz Ni un Co.

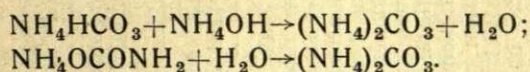
gulsnē III grupu normālā gaitā. Bez III un IV grupas katiņoniem filtrātā jāmeklē arī Mg^{++} , ja tas nav jau atrasts pirmajā filtrātā, kur paliek K^+ un Na^+ .

Ja analizē būtu bijis $C_2O_4^{--}$ iōns kopā ar PO_4^{---} iōnu, tad atdalot PO_4^{---} iōnu ar $BiONO_3$, kopā izkrīt arī $C_2O_4^{--}$ iōns kā $Bi(OH)C_2O_4$. Sevišķa operācija $C_2O_4^{--}$ iōna sadalīšanai tad nav vajadzīga. T a r t r ā t iōns, turpreti, pirms PO_4^{---} atdalīšanas būtu jasadala, karsējot analīzi ar konc. H_2SO_4 skābi vai iztvaicējot sausu un karsējot atlikumu līdz sarkanai kvēlei.

PO_4^{---} iōna atdalīšana $FePO_4$ veidā. Sagatavotā II grupas filtrātā Fe^{+++} iepriekš oksidē par Fe^{+++} (ja Fe ir klāt) ar Br_2 ūdeni, vāra, lai aizdzītu Br_2 pārākumu tad neitrālīzē ar $(NH_4)_2CO_3$, pieliekot to pa pilienam, kamēr parādās mazas nogulsnes, kas pēc saskalošanas vairs neizšķīst. Nogulsnes atkal izšķīdina, pieliekot dažus pilienus atšķ. HCl skābes. Šo operāciju izdara ar nolūku neitrālīzēt lieko skābi. Tad pielej analīzei 5—10 cm $FeCl_3$ šķīduma, arī tad, ja analizē dzelzs jau ir, un daudz CH_3COONH_4 šķīduma. Lielākā daļa PO_4^{---} tūlī izkrīt kā bāli dzeltens **$FePO_4$** . Tagad analīzi stipri atšķaida ar ūdeni un vāra 5—10 minūtes: **d z e l z s, a l u m i n i j s** un **c h r ō m s** izkrīt kā **oksiacetāti**. Nogulsnēm vajaga būt sarkanbrūnā krāsā; pretējā gadījumā vēl jāpieliek $FeCl_3$. Analīzi k a r s t u filtrē un apstrādā pēc tabulas III C. Nogulsnēs meklē Al un Cr , filtrātā pārējos III grupas katiņonus un visu IV un V grupu. To apstrādā tālāk normālā gaitā.

IV grupa.

126. §. Grupas reaģents $(NH_4)_2CO_3$ (CO_3^{--} iōns) baziskos šķīdumos chlōrammonija klātbūtē nogulsnē šās grupas katiņonus Ba^{++} , Sr^{++} un Ca^{++} kā k a r b o n ā t u s. Grupas reaģents ammonija karbonāts dažreiz satur daudz bikarbonāta un karbaminskābā ammonija (tie rodas tehniski iegūstot ammonija karbonātu no NH_3 un CO_2), kas Ba^{++} , Sr^{++} un Ca^{++} nenogulsnē. No šiem piemaisījumiem var atsvabināties, ja tehniskajam ammonija karbonātam pieliek NH_4OH un mazliet pasilda.



Abi piemaisījumi tad pārvēršas par ammonija karbonātu.

III grupas filtrāta sagatavošana IV grupas analīzei.

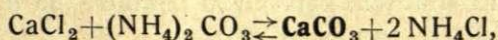
III grupas filtrātu, kurā ir sērāmmunija pārpalikums, tūlī pēc nofiltrēšanas paskābina ar CH_3COOH vai HCl un liek iztvaicēties uz ūdens vannas vai Ostvalda krāsniņas. Kad šķīduma tilpums jau stipri samazinājies, ir

Tabula III C.

II grupas filtrātu, kurā Fe^{2+} ir oksidēta par Fe^{3+} , neitralizē ar $(NH_4)_2CO_3$, tad samaisa ar $FeCl_3$ un CH_3COONH_4 , atšķaida ar ūdeni un vāra 5—10 minūtes. Karstu filtrē.

| Nogulsnes: | Filtrāts. |
|--|--|
| <p>$FePO_4$, $Fe(OH)_2OOCCH_3$, $Al(OH)_3OOCCH_3$ un $Cr(OH)_3OOCCH_3$.</p> <p>Izmazgā ar karstu ūdeni un dala divās daļās.</p> <p>Vienu daļu vāra ar NaOH sārmu un filtrē. Filtrātā atrodas $AlOONa$, Na_3PO_4 un daudz CH_3COONa; tam pieliek daudz sausa NH_4Cl un vāra, līdz pazūd NH_3 smaka: izkrīt balts</p> <p style="text-align: center;">$AlPO_4$,</p> <p>kas nešķīst etiķskābē, bet viegli šķīst minerāl-skābēs.</p> <p style="text-align: center;">Al (239).</p> | <p>Neitrālizē ar NH_4OH, tad ar $(NH_4)_2S$ nogulsnē pārējos III grupas kationus, sasilda un filtrē. Filtrātu uzglabā IV grupas analīzei.</p> <p>Nogulsnes: CoS, NiS, ZnS un MnS. Nogulsnes labi izmazgā, ievieto stobriņā, aplej ar etiķskābi, kas iepriekš ir piesātināta ar H_2S, labi saskalo un filtrē.</p> |
| <p>Otrai daļai piemaisa PbO_2, aplej ar NaOH pārākumā, ilgi skalo, tad uzvāra un filtrē. Filtrātu paskābina ar etiķskābi: izkrīt dzeltens.</p> <p style="text-align: center;">$PbCrO_4$.</p> <p style="text-align: center;">Cr (244).</p> | <p style="text-align: center;">Filtrāts:</p> <p>$Mn(OOCCH_3)_2$. To iztvaicē gandrīz sausu, un vienu daļu vāra ar konc. HNO_3 un PbO_2: violet-sarkans šķīdums</p> <p style="text-align: center;">$HMnO_4$.</p> <p>Otru daļu sakausē ar $Na_2CO_3 + KNO_3$: tumšzaļš Na_2MnO_4.</p> <p style="text-align: center;">Mn (259).</p> |
| | <p style="text-align: center;">Nogulsnes: CoS, NiS un ZnS skalo ar aukstu atšķ. HCl skābi un aukstu filtrē.</p> |
| | <p style="text-align: center;">Filtrāts satur $ZnCl_2$ un $CoCl_2$ un $NiCl_2$ zīmes. To uzvāra, lai aizdzītu H_2S smaku, tad neitrālīzē ar NaOH un pieliek vēl pārākumu, kamēr izkritušās nogulsnes gandrīz izšķīst, un filtrē, lai atsavinātos no piemaisījumiem. Filtrātu paskābina ar etiķskābi un ar H_2S nogulsnē baltu ZnS. To pārbauda ar pārliecināšanās reakcijām.</p> <p style="text-align: center;">Zn (261).</p> |
| | <p style="text-align: center;">Nogulsnes: CoS un NiS.</p> <p>Tos apstrādā pēc tabulas III A.</p> |

ieteicams to vēlreiz nofiltrēt, lai atsvabinātos no sēra daļiņām, kas rodas no H_2S oksidēšanās. Ja no iepriekšējām operācijām analizē ir sakrājies daudz ammonija sāļu, kas redzams no tam, ka sāk kristalizēties NH_4Cl , tad jāatsvabinās arī no tām. Tas jādara tādēļ, ka IV grupas nogulsnešanas reakcija



ja analizē ir daudz NH_4Cl , mazā mērā ir apgrīzeniska. Mazi IV grupas katiōnu daudzumi tad var arī neizkrist.

Lai aizdzītu ammonija sālis, vislabākais līdzeklis ir analīzes iztvaicēšana un sausā atlikuma karsēšana, kamēr tas vairs nekūp. Tad atlikumu izšķīdina ūdenī, kam pielikti dažī pilieni atšķ. HCl skābes, un filtrē; tas vajadzīgs tādēļ, ka ammonija sālis dažreiz satur aminbāzes, kas no izkarsēšanas pārogļojas.

Šo garlaicīgo ammonija sāļu izkūpināšanas operāciju var apiet tādā kārtā, ka III grupas filtrātu ietvaicē līdz pusei no tā tilpuma, kāds bija pirmanalīzei, tad atdzesē un ļauj ammonija chlōrīdam izkristalizēties, filtrē un filtrātu izmēģina uz IV grupa. Ja ammonija chlōrīds nekristalizējas, tad tā nav par daudz.

Priekšmēģinājums. Nelielu daļu no skābā III grupas filtrāta sajauc ar līdzīgu tilpumu ģipsūdens (piesātinātu $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ šķīdumu): ja tūlīņ rodas baltas duļķes, tad ir klāt Ba^{++} iōns un varbūt arī Sr^{++} un Ca^{++} iōns. Ja duļķes rodas tikai pēc kāda laika, tad Ba^{++} iōna nav klāt, bet ir klāt Sr^{++} iōns un varbūt arī Ca^{++} iōns. Ja ar ģipsūdeni vispār duļķes nerodas, tad jādomā, ka arī Sr^{++} iōna nav klāt, lai gan pilnīgi droši uz to nevar paļauties. Tādā gadījumā ar citu mazu filtrāta daļu izmēģina uz Ca^{++} iōnu, to sajaucot ar NH_4OH līdz b a z i s k a i reakcijai un pieliekot $(NH_4)_2C_2O_4$: baltas sikkristaliskas nogulsnes CaC_2O_4 norāda uz Ca^{++} iōnu, bet var būt klāt mazā daudzumā arī Sr^{++} iōns.

Ja ģipsūdens un ammonija oksalāts nogulsnes nedod, tad IV grupas nav klāt; tādā gadījumā galvenā filtrāta daļā tūlīņ meklē magnēziju.

Ja IV grupa ir klāt, tad pienācīgi sagatavotam III grupas filtrātam pieliek NH_4OH līdz stipri baziskai reakcijai. Ja no NH_4OH izkrit nogulsnes, tās varētu būt $Mg(OH)_2$, bet tikai tādā gadījumā, ja analizē ir par maz NH_4Cl . No ammonija chlōrīda pielikšanas tad nogulsnes atkal izšķīst. Analīzi sasilda līdz 60 vai 70°, mazām porcijām pieliek $(NH_4)_2CO_3$, kamēr visa IV grupa ir nogulsnēta, liek brītiņu stāvēt un filtrē. Karbonātu nogulsnes, kas dažreiz sākumā izskatās ļoti lielas, it kā saplok un nokrīt trauka dibenā: tās pārvēršas kristaliskā veidā. Nogulsnes apstrādā pēc IV tabulas.

Tabula IV.

NH_4Cl klātbūtē ar $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dabūtās nogulsnes BaCO_3 , SrCO_3 un CaCO_3 labi izmazgā ar siltu ūdeni, kas satur $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, un uz filtra aplej vairāk reizi ar vienu un to pašu daudzumu siltas etiķskābes (3—5 ccm), uztverot to zem filtra stobriņa, kamēr viss izšķīdis. Ja ir klāt Ba^{++} , tad šķīdumam pieliek K_2CrO_4 , sasilda un filtrē.

| Nogulsnes: | Filtrāts. | |
|--|--|--|
| dzeltens BaCrO_4 . Izmazgā un izšķīdina siltā atšķ. HCl skābē un ar šķīdumu izdara pārlicināšanās reakcijas. | Filtrātam pieliek NH_4OH pārākumā un ar $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ atkal nogulsnē Sr^{++} un Ca^{++} kā karbonātus. Filtrē. Filtrāts nav vajadzīgs. Nogulsnes uz filtra izšķīdina siltā atšķ. etiķskābē. Mazai filtrāta daļai pieliek CaSO_4 ūdeni un uzvāra. Ja Sr ir klāt, pēc dažām minūtēm rodas dulķes. Tādā gadījumā visam filtrātam pieliek atšķ. H_2SO_4 skābi, uzvāra un tur karstu 10—15 min., pēc tam filtrē. Ja Sr^{++} nav klāt, tad šķīdumā tūlī meklē Ca^{++} . | |
| 1. CaSO_4 ūdens dod baltas dulķes; | | |
| 2. H_2SO_4 nogulsnē baltu | | |
| BaSO_4 ; | | |
| 3. Liesma dzeltenzāla | Nogulsnes: SrSO_4 . (Var būt arī CaSO_4). Pārlicinās ar liesmas reakciju: k a r m i n s a r k a n a liesma. Sr (235). | Filtrāts. Pieliek NH_4OH līdz baziskai reakcijai, tad $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, uzvāra: Baltas nogulsnes CaC_2O_4 . Pārlicinās ar liesmas reakciju: liesma ķieģeļa sarkanaumā. Ca (234). |
| Ba (237). | | |

V grupa.

127. §. Pie šās grupas pieder katiōni Mg^{++} , K^+ , Na^+ un NH_4^+ , kas nogulsnējas ar iepriekšējo grupu reaģentiem. Viena visiem tiem kopējā grupas reaģenta nav.

IV grupas filtrāta sagatavošana V grupas analīzei.

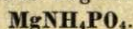
IV grupas filtrātā paliek mazi daudzumi Ba^{++} , Sr^{++} un Ca^{++} , kas V grupā varētu nogulsnēties Mg^{++} vietā. No Ba^{++} un Sr^{++} paliekām var atsvabināties, pieliekot filtrātam H_2SO_4 skābi, no Ca^{++} , pieliekot $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Abus reaģentus pieliek reizē un ja šķīdums ir palicis skābs, tad arī vēl NH_4OH līdz baziskai reakcijai, uzvāra un liek stāvēt 20 min. Filtrē, arī tad, ja nav radušās saredzamas nogulsnes. Tā sagatavotu filtrātu apstrādā pēc tabulas V.

Analizējot V grupu, jāņem vērā, ka PO_4''' iōns, ko lieto Mg'' nogulsnešanai, nogulsnē arī gandrīz visus iepriekšējo grupu katiōnus; tādēļ ja tie būtu nonākuši līdz V grupai, kaut arī mazā daudzumā, tos varētu noturēt par Mg'' . Tādēļ katrreiz jāpārliedz par Mg'' klātbūti arī ar citām reakcijām. Visvienkāršākais līdzeklis ir MgNH_4PO_4 nogulšņu apskatīšana mikroskopā.

Tabula V.

Pienācīgi sagatavotu IV grupas filtrātu daļa divās daļās.

Vienai daļai pieliek NH_4OH lielā pārākumā, tad $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ vai Na_2HPO_4 un labi saskalo: baltas kristalliskas nogulsnes



Pārliedzšanās dēļ nogulsnes apskata mikroskopā.

Mg (232).

Otru daļu iztvaicē sausu un mazā bļodiņā vai tīģelītī izkarsē, kamēr vairs nekūp, lai aizdzītu ammonija sāļi. Jāzkarsē līdz sarkanai kvēlei arī bļodiņas augšējās malas, kur pa izkūpināšanas laiku uzodrējas ammonija sāļi. Sauso atlikumu izšķīdina ūdenī un izmēģina liesmas reakcijā.

K dod violetu liesmu, kas caur diviem kobaltstikliem izskatās sārta (229).

Na dod spilgtu dzeltenu liesmu, kurās gaismā $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ kristalli šķietas bāli un cilvēka miesa zila kā mironim. Caur diviem kobaltstikliem natrija liesma nav redzama (227).

Nogulsnešanas reakcijas:

K etiķskābā šķīdumā ar $\text{Na}_2[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ dod dzeltenas nogulsnes $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$; Mg'' to netraucē.

Na etiķskābā šķīdumā ar magnēzija uranilacetātu dod dzeltenas kristalliskas nogulsnes (227).

Ammonija iōns meklējams tieši no pirmanalīzes, to vārot ar NaOH : atdalās NH_3 , kas krāso mitru lakmusa papīrīti zilu, filtrpapīra sloksnīti, kas samērcēta HgNO_3 šķīdumā, melnu. Ja NH_4' iōns ir analizē klāt lielākā daudzumā, tad pēc NaOH pielikšanas to var atrast pēc NH_3 smakas.

V. Aniōnu analīze

128. §. Aniōnu uzmeklēšanu parasti izdara pēc pabeigtas katiōnu analīzes slapjā ceļā. Pēc atrastiem katiōniem dažreiz var spriest, kādi aniōni nevar būt klāt. Ja kādā ūdenī vai skābēs izšķīdinātā vielā ir atrasti Pb'' , Ba'' vai Sr'' iōni, tad tai pašā vielā nevar būt SO_4'' iōns; tāpat, ja ir atrasts Ag' , tad nevar būt: Cl' , Br' , J' , CN' , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]'''$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]'''$. Citos gadījumos var spriest, kādi aniōni ir klāt. Ja katiōnu analīzē ir atrasts As, tad arī aniōnu sastāvā būs AsO_3''' vai AsO_4''' . Tomēr nav nekādu šķēršļu tam, ka aniōnu analīzi izdara pirms katiōnu analīzes.

Aniōnu analīzei ņem sevišķu daļu no analizējamās vielas. Tā kā katiōnu klātbūte, izņemot tikai Na^+ , K^+ un NH_4^+ ; dažkārt traucē aniōnu atrašanu, tad katiōnus nogulsnē ar Na_2CO_3 . Šo operāciju var neizdarīt tikai tad, ja analizējamā viela ar Na_2CO_3 nedod nogulsnes.

Novārijuma pagatavošana ar Na_2CO_3 .

Cietu vai šķidrū analizējamo viela aplej ar Na_2CO_3 šķīdumu, pieliekot pēdējo tādā daudzumā, lai maisījuma reakcija ar lakmusa papīri būtu stipri sārma. Maisījumu vāra 5—10 minūtes un filtrē. Nogulsnes vienreiz izmazgā un mazgājamo ūdeni pievieno filtrātam. Filtrātā atrodas aniōni, vismaz pa daļai, kā natrija sāļi. Nogulsnēs ir visi katiōni, izņemot Na^+ , K^+ un NH_4^+ . Nogulsnes nav vajadzīgas, tās met prom.

Ja analizē ir klāt vai šķīdru vai sūdras kopā ar amonija sālim, tad tie pa daļai pāriet filtrātā kā kompleksu savienojumi. Tos var nogulsnēt ar H_2S , filtrātu iepriekš paskābinot ar etiķskābi. Bet tādā gadījumā pēc sulfīdu nofiltrēšanas no filtrāta ar vārišanu jāizdzen arī H_2S . Arī amfotērie elektrolīti ($\text{Zn}(\text{OH})_2$, $\text{Sn}(\text{OH})_2$, $\text{Sb}(\text{OH})_3$ u. c.), ja tos vāra ar Na_2CO_3 , nelielā daudzumā pāriet novārijumā; bet filtrātu neitrālējot tie atkal izkrit un tos nofiltrē.

Analīzes novārijumu ar Na_2CO_3 rūpīgi neitrālīzē. To izdara tādā kārtā, ka novārijumu pēc filtrēšanas vispirms viegli paskābina ar atšķ. HNO_3 vai CH_3COOH skābi, lai sadalītos Na_2CO_3 pārākums, tad ar sildīšanu aizdzen CO_2 ; pēc tam neitrālīzē ar ļoti atšķaidītu NaOH sārmu. Ar neitrālīzētu šķīdumu, lietojot to pa daļām, vispirms izzina, kādas aniōnu grupas ir klāt, pēc tam uzmeklē atsevišķus aniōnus.

Aniōnu iedalīšana grupās.

129. §. Aniōnu uzmeklēšana nav izdarāma tik sistematiski kā katiōnu analīze. Aniōnu uzmeklēšanai gandrīz katram aniōnam ņem atsevišķu novārijuma daļu. Iedalīšanai grupās ir tā nozīme, ka ar vienu vai diviem grupas reaģentiem var izzināt, ka veselas grupas nav klāt. Turpretī, ja grupas reakcijas rāda, ka meklētā grupa ir klāt, tad jāizdara visu grupā ietilpstošo aniōnu meklēšana, ņemot katram atsevišķu novārijuma daļu. Sk. tabulu.

Dažas aniōnu atdalīšanas schēmas.

130. §. 1) SO_4^{2-} un SiF_6^{2-} . Abi šie aniōni Na_2CO_3 novārijumā kopā nevar būt, jo baziskā vidē SiF_6^{2-} sadalās (219); bet tie var būt kopā neitrālā vai skābā pirmanalizē. Pirmanalīzi paskābina ar HCl , uzsilda un ar BaCl_2 nogulsnē sulfātu un fluorsilikātu. Nogulsnes izmazgā un izžāvē. Mazu

Aniōnu iedalīšana grupās.

No analizējamās vielas pagatavo novārījumu ar Na_2CO_3 . Filtrātu rūpīgi neitrālīzē (128) ar atšķ. HNO_3 skābi.

Grupu raksturojums attiecībā pret BaCl_2 un AgNO_3 šķīdumu.

| I | II | | III* | IV |
|--|--|---|---|---|
| <p>Mazu novārījuma daļu paskābina ar atšķ. HNO_3 skābi.</p> <p>AgNO₃ nedod nogulsnes. BaCl₂ dod nogulsnes, kas nešķīst aukstā atšķ. HNO₃ skābē.</p> | <p>Mazu novārījuma daļu, ja I grupas nav klāt, paskābina ar CH₃COOH skābi. BaCl₂ un AgNO₃ abi dod nogulsnes. Abējas nogulsnes šķīst aukstā atšķ. HNO₃ skābē, bet nešķīst CH₃COOH skābē.</p> | | <p>Neitrālīzēts novārījums, ja I un II grupas nav klāt, dod nogulsnes ar BaCl₂ un AgNO₃. Abējas nogulsnes šķīst CH₃COOH skābē.</p> | <p>Mazu novārījuma daļu paskābina ar HNO₃ skābi. BaCl₂ nedod nogulsnes. AgNO₃ dod nogulsnes kas nešķīst aukstā atšķ. HNO₃ skābē.</p> |
| <p>BaSO₄, baltas. § 181</p> <p>BaSiF₆, baltas. 220</p> | <p>BaC₂O₄, baltas. § 147</p> <p>BaF₂, baltas. 186</p> <p>BaCrO₄, dzeltenas. 244</p> <p>BaSO₃, baltas. 178</p> <p>BaS₂O₃, baltas. 182</p> | <p>Ag₂C₂O₄, baltas. §</p> <p>Nogulsņu nav.</p> <p>Ag₂CrO₄, sarkanbrūnas.</p> <p>Ag₂SO₃, baltas.</p> <p>Ag₂S₂O₃, baltas, kļūst dzeltenas, pēc tam melnas</p> | <p>BaHPO₄, baltas. § 213</p> <p>BaHAsO₄, baltas. 294</p> <p>BaHAsO₃, baltas, tikai no konc. šķīdumiem. 294</p> <p>Ba(BO)₂, baltas, kļūst lielākas no NH₄OH piliena. 216</p> <p>BaC₄H₄O₆, baltas 148</p> | <p>Ag₃PO₄, dzeltenas. §</p> <p>Ag₃AsO₄, sarkanbrūnas. 189</p> <p>Ag₃AsO₃, dzeltenas, kļūst lielākas no NaOH piliena. 200</p> <p>AgBO₂, baltas, kļūst lielākas no NH₄OH piliena. 204</p> <p>Ag₂C₄H₄O₆, baltas. 153</p> <p>AgBrO₃, baltas. 156</p> <p>Ag₂CO₃, baltas. 157</p> <p>AgSCN, baltas. 192</p> <p>AgBrO₃, baltas. 154</p> <p>AgJO₃, baltas. 202</p> <p>Ag₂S, melnas. 207</p> <p>Ag₂S, melnas. 176</p> |
| <p>Ja I grupa ir klāt, tad pielej reagentu pārākumā, pēc brīža filtrē un filtrātā tam pieliek</p> <p>CH₃COONa:</p> <p>ja rodas nogulsnes, tad ir klāt arī II grupa.</p> | <p>Ja II grupa ir klāt, tad Ba- un arī Ag-nogulsnes (reagēnts pārākumā) nofiltrē, rūpīgi neitrālīzē abus filtrātus ar atšķ. NH₄OH, to pieliekot pa pilienam. Ja rodas nogulsnes, tad arī III grupa ir klāt.</p> | | <p>* Šai grupā ietilpst vēl CO₃" (145) un SiO₃" (222); tie meklējami ar priekšmēģinājumiem.</p> | |

V grupa: NO₃' (174), NO₂' (168), CH₃COO' (146), ClO₃' (195), ClO₄' (198) un MnO₄' (258).

Šie aniōni nedod nogulsnes: tie meklējami ar speciālām reakcijām.

nogulšņu daļu uz ogles reducē un ar heparreakciju pierāda SO_4'' (96). Otru nogulšņu daļu svina tiģelī saslapina ar konc. H_2SO_4 un uzsilda: no BaSiF_6 sadalīšanās rodas gāze, kas saduļķo ūdens pilienu stikla irbuļa galā (220).

2) $\text{C}_2\text{O}_4''$, F' un $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6''$. Oksalātu un fluorīdu nogulsnē ar ģipšūdeni etiķskābā vidē karstumā. Ja klāt būtu arī SO_3'' , tad tas iepriekš ir jāoksidē ar J_2 . Šo abu aniõnu nogulsnēšanai vajaga būt pilnīgi. Ja analizē ir maz oksalāta vai fluorīda, tad nogulsnēšanu ar ģipšūdeni izdara bazi-skā vidē un tad nogulsnes apstrādā ar siltu etiķskābi. Etiķskābē neizšķīdušos kalcija oksalātu un fluorīdu labi izmazgā ar ūdeni un vienu daļu izšķīdina karstā atšķ. HCl skābē. Šis šķīdums atkrāso permanganātu, ja klāt ir oksalāts (147). Otru nogulšņu daļu izžāvē, samaisa ar smalku SiO_2 , saslapina ar konc. H_2SO_4 un izmēģina uz F' iõnu (186). Filtrātu, no kuŗa ir atdalīts oksalāts un fluorīds, neitrālīzē un ar CaCl_2 nogulsnē tartrātu. Ar dabūtām nogulsnēm izdara pārliecināšanās reakcijas (148).

3) SO_4'' , SO_3'' , $\text{S}_2\text{O}_3''$ un S'' . Neitrālam vai vāji baziskam aniõnu novārijumam pieliek konc. ZnCl_2 vai $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ šķīdumu: nogulsnējas ZnS . No nogulsnēm atrod S'' parastā kārtā (176). Filtrātam pieliek SrCl_2 un uzvāra: izkrit SrSO_4 un SrSO_3 . Nogulsnes izmazgā un apstrādā ar karstu atšķ. HCl skābi: izšķīst SrSO_3 , un pēc smakas atrod SO_2 (178). Neizšķīdušais atlikums ir SrSO_4 . Filtrātā pēc SrSO_4 un SrSO_3 atdališanas meklē $\text{S}_2\text{O}_3''$ (182).

4) Cl' , Br' un J' . J' atrod ar Cl_2 -ūdeni un CS_2 pilienu. Ja pieliek Cl_2 -ūdeni lielā pārkumā, J_2 oksidējas par JO_3' , un CS_2 pilienā parādās Br_2 , ja ir klāt bromiõns. Lai atrastu Cl' , jaunu novārijuma daļu etiķskābā vidē karstumā oksidē ar KMnO_4 , līdz kamēr vairs nav dabūjama Br' reakcija. J_2 un Br_2 pa oksidēšanas laiku izgaist no verdoša šķīduma. Tad KMnO_4 pārākumu sadala ar dažiem pilieniem metilalkohola, filtrē un filtrātā meklē Cl' parastā kārtā.

Cl' var atrast arī tieši no sausas analizes, iepriekš neatdalot Br' un J' . Analizi sajauc ar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ pulveri, saslapina ar konc. H_2SO_4 un mazā destillācijas aparātā pārdestillē CrO_2Cl_2 , ko uztver NaOH šķīdumā. CrO_4'' iõns, kas rodas no chrõmilchlõrīda sadalīšanās, ir pierādījums, ka analizē ir klāt Cl' iõns.

5) NO_3' un NO_2' . Sk. 168.

6) Cl' un SCN' . Rodānu nogulsnē ar CuSO_4 un H_2S kā $\text{Cu}_2(\text{SCN})_2$ (154). Filtrātā meklē Cl' iõnu.

7) Br' un SCN' . Rodāniõnu oksidē ar Cl_2 -ūdeni, bet ja tā analizē ir daudz, tad ar KMnO_4 skābā vidē. Kad viss rodāniõns jau ir oksidēts, oksidējas arī Br' par Br_2 , kas pierādāms ar CS_2 pilienu. Var arī rodānu nogulsnēt ar $\text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{S}$, kā pie atdališanas no Cl' , un Br' meklēt filtrātā.

8) J' , JO_3' , NO_3' un CO_3'' Šāda aniōnu kombinācija var būt tikai baziskā vai neitrālā vidē. Ja to paskābina, tad no J' un JO_3' rodas J_2 . Analīzi (vai aniōnu novārījumu) nepaskābinot, vispirms nogulsnē karbonātu ar Ca-acetātu, tad jōdīdu un jōdātu ar Ag-acetātu. Dabūtās Ag-nogulsnes izmazgā un šķīdina ammonjakā: izšķīst tikai jōdāts. Šķīdumā pierāda jōdātu ar H_2SO_3 (207). Ammonjakā neizšķīdušo daļu sadala ar Zn putekļiem un atšķ. H_2SO_4 , filtrē un filtrātā atrod J' iōnu. Pirmajā filtrātā pēc AgJ un $AgJO_3$ nogulsnēšanas vēl paliek jōdāta zīmes; tās nogulsnē, pieliekot filtrātā dažu pilienus H_2SO_3 . Tad ar H_2S atdala Ag pārākumu, filtrātu koncentrē un parastā kārtā pierāda NO_3' iōnu.

9) $[Fe(CN)_6]'''$ un $[Fe(CN)_6]'''$ atdalīšana no **halogeniōniem**. Paskābinātā aniōnu novārījumā ar H_2SO_3 reducē ferricaniōnu par ferrocianiōnu un ar $ZnSO_4$ nogulsnē abus kā $Zn_2[Fe(CN)_6]$.

10) CO_3'' , SO_3'' un CN' . Cianiōnu un sulfitiōnu atrod parastā kārtā. Grūtības rodas pie karbonātiōna, jo abi iepriekšējie arī saduļķo $Ba(OH)_2$ šķīdumu. Tādā gadījumā CN' iōnu saista ar $HgCl_2$ par nedisociētu $Hg(CN)_2$, bet SO_3'' iōnu oksidē ar J_2 par SO_4'' . Karbonātu sadalīšanu ir ieteicams izdarīt ar atšķ. etiķskābi.

VI. Mikroķīmiskās reakcijas

Liels atbalsts kvalitatīvā analizē ir mikroķīmiskās reakcijas. Kad analizējamās vielas ir maz, tad vispār dodama priekšroka mikroreakcijām; bet tās ir ļoti noderīgas arī tad, kad vielas ir papildnam, sevišķi šaubu gadījumos. Mikroreakcijas prasa maz laika, izdarāmas viegli un ērti; par reaģentiem var lietot visdārgākās vielas — zelta, platīna, rubīdija un cezija sāļi, jo reaģenta patēriņš ir niecīgs, parasti miligramu daļas vienā reakcijā. Nav vajadzīgi arī dārgie platīna trauki; visas sakausēšanas un uzslēgšanas mikroreakcijās izdara Pt stiepuļes cilpiņā. Bet ir gan vajadzīgs vidēja labuma mikroskops, ar lielu gaismas spēju pie 100 līdz 200 × palielinājuma.

131. §. Mikroķīmisko reakciju tipi. 1) Kristallu reakcijas. Lai pierādītu kādu iōnu, analīzes pilienu novieto uz priekšmeta stikliņa, ievada tanī reaģentu, kas ar meklējamo iōnu rada pārsātinātu šķīdumu: rodas kristalliskas nogulsnes, ko novēro mikroskopā, parasti 50—100 × palielinājumā, nepārklājot pilienu ar segstikliņu. Te svarīgi ir izvēlēties tadas nogulsnēšanas reakcijas, kas dod labi veidotus kristallus. Kristallus mikroskopā pazīst pēc ārējā izskata, dažreiz arī pēc sagrupējuma. Skatoties mikroskopā nebūt nav jānoteic, pie kādas singōnijas kristalli pieder; pietiek, ja acs saskata pazīstamu ainu, kas raksturo

meklējamo iōnu. Labi veidoti kristalli rodas tad, kad tie rodas lēni no šķīdumiem ar mazu pārsātinājumu. Tādēļ tādās nogulsnēšanas reakcijas, kur nogulsnēm ir maza šķīdība un tās ātri rodas, mikroanalizē ir maz noderīgas, jo kristalli nepaspēj izveidoties. Piem., SO_4'' iōnu mikroanalizē nogulsnē nevis BaSO_4 (šķīdība 1:400000), bet $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (šķīdība 1:500) veidā. BaSO_4 izkrīt acumirkli un tā nogulsnēs mikroskopā nekā raksturīga nevar saskatīt; turpretī $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ rodas lēnām, kad pilienu koncentrē: tā kristalli ir skaistu, garu adatu veidā un raksturīgā sagrupējumā gar piliena malām. Reakcijas jūtība no tā daudz necieš, jo pilienu viegli var sakoncentrēt, līdz tas kļūst pārsātināts.

2) Pilienu reakcijas. Mikroskops te nav vajadzīgs. Reakcijas izdara uz filtrpapīra strēmeles, porcelāna vai arī stikla plates, paliekot zem tās, pēc vajadzības, baltu vai melnu papīru. Pilienu reakcijas izvēlas tādās, kur rodas labi saskatāma nokrāsa vai krāsainas nogulsnes. Piemērs: Bi''' iōna nogulsnēšana ar KJ un cinchonīnu. Uz filtrpapīra uzliek analīzes pilienu un tam virsū reaģenta pilienu: rodas sarkans plankums.

3) Luminiscences jeb spīguļošana reakcijas. Tās ir ļoti retas. Attiecīgi sagatavotu preparātu, kas satur analīzi, tuvina liesmai; pieskaršanās momentā parādās spilgta liesmiņa. Sk. pie Bi''' (271).

4) Liesmas nokrāsošana reakcijas, ko jau lieto makroanalīzē, pēc būtības arī ir mikroreakcijas.

132. §. Mikroreakciju jūtību apzīmē divējādi. 1) Apzīmē to vismazāko vielas daudzumu, kas ar kādu reakciju vismazākā analīzes pilienā (1 mm^3) konstatējams (tveramais daudzums). Par svara vienību parasti lieto mikrogramu, μg jeb γ ($=0,000001 \text{ g}$). b) Apzīmē to vismazāko šķīduma koncentrāciju (robežkoncentrāciju), kurā kāda mikroreakcija ir iespējama. Piem. SO_4'' iōnu var noteikt $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ veidā, ja šā iōna daudzums analīzes pilienā (1 mm^3) ir vismaz $0,6 \mu\text{g}$ SO_4'' . Šādam tveramam daudzumam atbilst robežkoncentrācija 1:1660.

133. §. Mikroķīmiskās operācijas. Analīzes pilienu novieto uz priekšmeta stikliņa dažādi: ar stikla irbuli, Pt stiepules cilpiņu vai ar kapillāro pipeti. Stikla irbuli iemērc analizē un daļu no pieķērušos šķidrums mēģina pārnest uz stikliņa, pieskaroties tam ar irbuļa galu. Tāpat rīkojas arī ar Pt stiepuļi, kam galā maza cilpiņa: to iemērc analizē un cilpiņā ietvertu pilienu pārnes uz stikliņa. Visērtāk tomēr ir darboties ar mikropipeti. To pagatavo no stikla caurulītes (5—7 mm caurmērā), izvelkot tai vienu galu par kapillāri. Kapillārē iesūc analīzi, tad, turot to gaisā, izpūš no kapillāres analīzes šķīdumu mazas bumbiņas veidā un pieskaņas tai ar priekšmeta stikliņu. Tāpat pārvieto arī šķidru reaģentu. Kā likums jāievēro noteikums, ka kristallu reakcijās analīzes pilienu nedrīkst sa-

m a i s i t a r r e a ģ e n t a p i l i e n u (gluži pretēji tam, kā to dara makroanalizē!), bet tos novieto uz stikliņa vienu otram blakus tā, ka tie tikai saskaņas. Tad analīze un reaģents difundē viens otram pretī un izveido koncentrācijas joslas, starp kuŗām vienmēr var atrast joslu ar labi veidotiem nogulšņu kristalliēm. Ja reakcijas noteikumi prasa, ka analīzei pie šķidra reaģenta vajaga būt cietai vielai, tad analīzes pilienu uz priekšmeta stikliņa iztvaicē sausu un sausam atlikumam uzliek šķidru reaģentu, atkal rīkojoties tā, lai reaģents aplāj ne visu sauso atlikumu, bet tikai daļu no tā, un mikroskopā novēro robežu, kur sastopas sausā analīze ar šķidro reaģentu. Ja reaģents ir sausa viela, tad to uzliek uz stikliņa, ar spiedienu sasmalcina un ar saslapinātu Pt stiepuļi izņem vienu kādu kristalliņu un to ievieto analīzes piliena malā. Tad ap cieto reaģentu izveidojas koncentrācijas joslas, kuŗās veidojas nogulšņu kristalli: pie paša reaģenta tie rodas tūliņ, bet mazi un nepilnīgi izveidoti; tālāk no reaģenta tie rodas vēlāk, ir lielāki un labāk izveidoti.

Analīzes šķīduma sildīšanu un koncentrēšanu izdara uz priekšmeta stikliņa. Uzlikto pilienu sasilda uz mikrodegļa, stikliņu kustinot virs liesmas, lai tas vienmērīgi sasiltu un neplīstu. Pilienu nedrīkst karsēt līdz viršanai, jo tad tas acumirkli izgaist. Temperātūru nedrīkst celt pāri tai, kādu var paciest plānā āda rokas virspusē, kuŗai laiku pa laikam ar stikliņu pieskaņas. Visa koncentrēšana norit apmēram minūtes laikā. Mikrodegli izveido no taupības degļa, aizgriežot degļa galveno gāzes pievadu, vai arī no parastā Bunzena degļa, noskrūvējot tam stobru un samazinot liesmu pie caurumiņa degļa pamatā līdz 5—7 mm augstumam.

No šķīdināšanas, oksidēšanas, reducēšanas, nogulšņu atdalīšanas un citām operācijām, kas ērtāk izdarāmas makroanalīzē, mikroanalīzē, cik tālu to uzskata par palīglīdzekli, parasti izvairās, lai gan arī te ir izveidoti asprātīgi paņēmiēni. Tikai sakausēšanas reakcijas, kas makroanalīzē prasa platīna traukus, mikroanalīzē izdara Pt stiepuļes cilpiņā.

Šai kursā esmu uzņēmis tikai vienkāršākās mikroreakcijas biežāk sastopamo iōnu raksturošanai un pierādīšanai.