

ΣΥΣΤΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΟΜΑΔΩΝ II, III και V

Η συστηματική ανάλυση διαλύματος που περιέχει κατιόντα των ομάδων II, III και V ολοκληρώνεται σε 3 στάδια:

ΣΤΑΔΙΟ 1: Ανιχνεύσεις κατιόντων στο αρχικό διάλυμα

ΣΤΑΔΙΟ 2: Συστηματική ανάλυση κατιόντων της IIης ομάδας

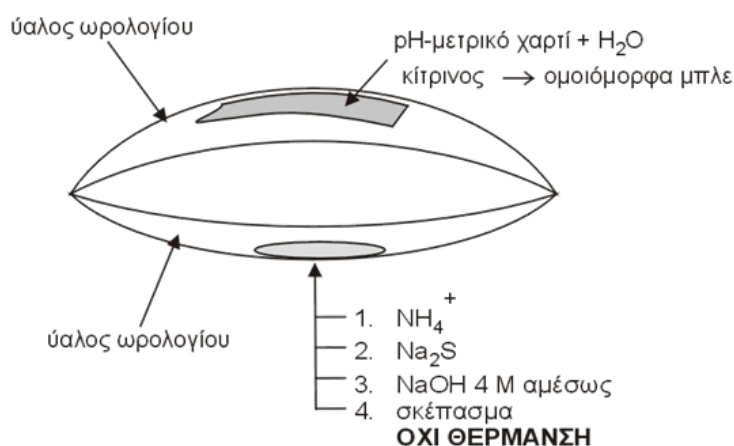
ΣΤΑΔΙΟ 3: Συστηματική ανάλυση κατιόντων της IIIης ομάδας

ΣΤΑΔΙΟ 1: ΑΝΙΧΝΕΥΣΕΙΣ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΣΤΟ ΑΡΧΙΚΟ ΔΙΑΛΥΜΑ

Στο αρχικό διάλυμα ανιχνεύονται υποχρεωτικά τα κατιόντα NH_4^+ και δυνητικά τα κατιόντα Mn^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} και Na^+ . **Συστήνεται η ανίχνευσή τους στο αρχικό διάλυμα (μεγαλύτερη συγκέντρωση ιόντων).**

Ανίχνευση NH_4^+ :

3-4 σταγόνες του υπό εξέταση αρχικού διαλύματος φέρονται σε ύαλο ωρολογίου και προστίθενται 2-3 σταγόνες Na_2S 0,1 M και 3-4 σταγόνες διαλύματος NaOH 4 M. Η ύαλος καλύπτεται **ΑΜΕΣΩΣ** με άλλη ύαλο ωρολογίου στην οποία έχει επικολληθεί με H_2O μικρή λωρίδα pH-μετρικού χαρτιού. Εάν υπάρχουν ιόντα NH_4^+ το χαρτί χρωματίζεται αμέσως κυανό.



Ανίχνευση ιόντων αμμωνίου με έκλυση αμμωνίας

Ανίχνευση Mn^{2+} :

Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 3 σταγόνες αρχικού διαλύματος, 10 σταγόνες HNO_3 4 M και στερεό NaBiO_3 σε ποσότητα ίση με κεφαλή σπέρτου. Εάν υπάρχουν ιόντα Mn^{2+} το διάλυμα χρωματίζεται ερυθροϊώδες*.

* Ισχύουν οι οδηγίες που έχουν δοθεί για την αντίδραση ανιχνεύσεως στις αντιδράσεις ιόντων Mn^{2+} στην III ομάδα κατιόντων.

Ανίχνευση Fe^{3+} :

Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 5 σταγόνες αρχικού διαλύματος και κρύσταλλοι στερεού NH_4SCN (λαμβάνονται με γυάλινη ράβδο). Εάν υπάρχουν ιόντα Fe^{3+} παρατηρείται αιματέρυθρη χροιά.

Ανίχνευση Co^{2+} :

Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 5 σταγόνες αρχικού διαλύματος, κρύσταλλοι στερεού NH_4SCN και 10 σταγόνες αμυλικής αλκοόλης. Αν στο διάλυμα έχουν ανιχνευθεί ιόντα Fe^{3+} , τότε πριν την προσθήκη στερεού NH_4SCN , πρέπει να προστεθεί στερεό NaF ή KF . Κυανός χρωματισμός της οργανικής στιβάδας δηλώνει την παρουσία ιόντων Co^{2+} .

Ανίχνευση Na^+ :

Σε ειδικό διηθητικό χαρτί (Whatman 42) τοποθετούνται με σταγονόμετρα και σε απόσταση η μία από την άλλη ανά 1 σταγόνα από τα εξής διαλύματα: α) πρότυπο διάλυμα NaNO_3 0,1 M, β) αρχικό διάλυμα του αγνώστου III – V κατιόντων, γ) απιοντισμένο H_2O . Το χαρτί στεγνώνεται και σε κάθε μία από τις 3 κηλίδες τοποθετείται ανά 1 σταγόνα διαλύματος οξικού ουρανιοιουρεδαργύρου. Το χαρτί στεγνώνεται ξανά και εξετάζεται κάτω από λάμπα υπεριώδους ακτινοβολίας. Συγκρίνεται ο φθορισμός της κηλίδας του προτύπου διαλύματος Na^+ προς τον πιθανό φθορισμό των κηλίδων αγνώστου διαλύματος και απιοντισμένου H_2O .

Για όλη τη διεργασία χρησιμοποιείται μεταλλική λαβίδα και αποφεύγεται κάθε επαφή με τα δάκτυλα.

ΣΤΑΔΙΟ 2: ΣΥΣΤΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΤΗΣ Πης ΟΜΑΔΑΣ

Σε περίπτωση που το άγνωστό μας έχει γαλάζιο-μπλε χρώμα τότε έχουμε ΠΑ υποομάδα και ψάχνουμε για Cu^{2+} και Bi^{3+} . Σε οποιαδήποτε άλλη περίπτωση από τη Πη ομάδα κατιόντων ψάχνουμε για τη ΠΒ υποομάδα δηλαδή για τα κατιόντα Hg^{2+} και Sb^{3+} .

Η ανάλυση της Πης ομάδας κατιόντων ολοκληρώνεται σε 6 στάδια:

1. Ρύθμιση οξύτητας
2. Καταβύθιση θειούχων αλάτων
3. Διαχωρισμός υποομάδας ΠΑ από υποομάδα ΠΒ
4. Διαχωρισμός και ανίχνευση κατιόντων υποομάδας ΠΑ
5. Επανακαταβύθιση υποομάδας ΠΒ
6. Διαχωρισμός και ανίχνευση κατιόντων υποομάδας ΠΒ

ΣΤΑΔΙΟ 2.1: ΡΥΘΜΙΣΗ ΟΞΥΤΗΤΑΣ

Σε απιοειδή φιάλη προστίθενται 1,5 – 2 mL αγνώστου διαλύματος και 2 σταγόνες HCl 4 M. Το διάλυμα εξατμίζεται στον **ΑΠΑΓΩΓΟ** σχεδόν μέχρι ξηρού (να μείνει 1 σταγόνα*). Όταν το διάλυμα αποκτήσει θερμοκρασία περιβάλλοντος (μετά από 5

* Πριν από την έναρξη του ΣΤΑΔΙΟΥ 1, προστίθεται 1 σταγόνα H_2O στην απιοειδή φιάλη ώστε να εκτιμηθεί ο όγκος διαλύματος που πρέπει να παραμείνει μετά την εξάτμιση. Η εξάτμιση πρέπει να διακοπεί όταν ο όγκος του διαλύματος είναι λίγο μεγαλύτερος από 1 σταγόνα ώστε μετά την ψύξη ο όγκος να είναι ίσος με 1 σταγόνα.

περίπου λεπτά) προστίθενται στην απιοειδή φιάλη 6 σταγόνες HCl 1 M και 13 σταγόνες H₂O, το διάλυμα αναδεύεται και μεταφέρεται σε καθαρό δοκιμαστικό σωλήνα.

ΣΤΑΔΙΟ 2.2: ΚΑΤΑΒΥΘΙΣΗ ΘΕΙΟΥΧΩΝ ΑΛΑΤΩΝ

Στο δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 10 σταγόνες CH₃CSNH₂ 1 M, ο δοκιμαστικός σωλήνας πωματίζεται με βαμβάκι και τίθεται σε ζέον υδρόλουτρο. Μετά από θέρμανση επί 10 περίπου λεπτά, προστίθενται στο διάλυμα 2 mL H₂O, ο σωλήνας πωματίζεται ξανά και η θέρμανση συνεχίζεται επί 5 ακόμη λεπτά. Το ίζημα διηθείται από σκληρό (συμπαγή) ηθμό.

Στο διήθημα ελέγχεται η ποσοτική καταβύθιση (ΕΠΚ) ως εξής:

α) Εάν το διάλυμα περιέχει μόνο κατιόντα II ομάδας, με προσθήκη σταγόνων CH₃CSNH₂ και θέρμανση.

β) Εάν το διάλυμα περιέχει κατιόντα όλων των ομάδων απαιτείται προηγουμένως ρύθμιση οξύτητας, όπως αναφέρεται στην αρχή και μετά προσθήκη CH₃CSNH₂ και θέρμανση.

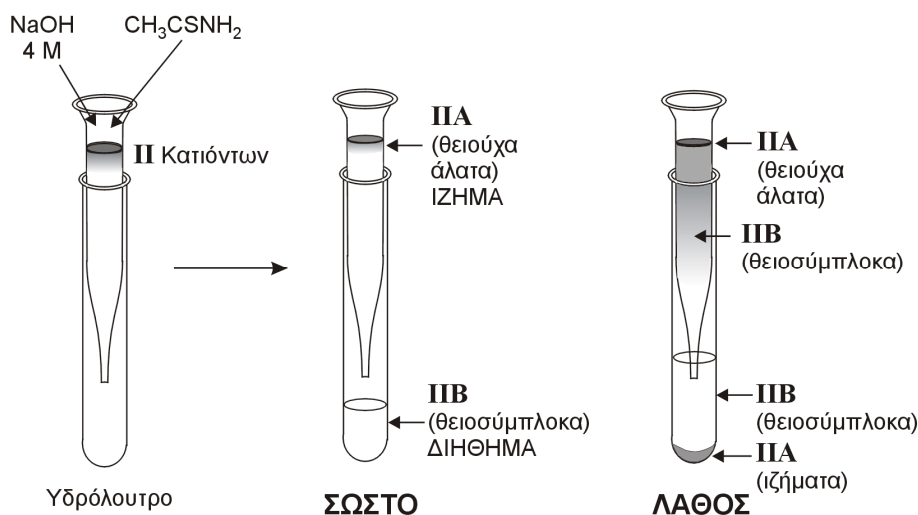
Εάν κατά τον ΕΠΚ σχηματισθεί ίζημα, αυτό διηθείται από τον ίδιο ηθμό.

Το ίζημα εκπλύνεται με 1 mL H₂O που περιέχει 1 σταγόνα HCl 1 M. Το διήθημα απορρίπτεται εφόσον δεν περιέχει κατιόντα ομάδων III – V.

ΣΤΑΔΙΟ 2.3: ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΥΠΟΟΜΑΔΑΣ ΠΑ ΑΠΟ ΥΠΟΟΜΑΔΑ ΠΒ

Ίζημα CuS, Bi₂S₃, HgS, Sb₂S₃

Παρατηρείται το χρώμα του ιζήματος το οποίο μπορεί να αποτελείται από ένα ή περισσότερα από τα παραπάνω θειούχα άλατα. Ο ηθμός τοποθετείται σε καθαρό δοκιμαστικό σωλήνα και φέρεται στο υδρόλουτρο. Στο ίζημα προστίθενται 10 σταγόνες NaOH 4 M και 3-4 σταγόνες CH₃CSNH₂ 1 M, ακολουθεί ανάδευση του ιζήματος με γυάλινη ράβδο και συνεχίζεται η θέρμανση επί 10 περίπου λεπτά ώστε να διαλυθούν τα ευδιάλυτα στα θειούχα αλκάλια άλατα. Επαναλαμβάνεται η προσθήκη 10 σταγόνων NaOH 4 M και 3-4 σταγόνων CH₃CSNH₂ 1 M, η ανάδευση και η θέρμανση επί 10 ακόμη λεπτά. Το ίζημα διηθείται. Το διήθημα (που περιέχει την υποομάδα ΠΒ) πρέπει να είναι διαυγές, άχρωμο ή κίτρινο και φυλάσσεται για ανάλυση (ΣΤΑΔΙΟ 5).



Διαχωρισμός υποομάδας ΠΑ από υποομάδα ΠΒ*

Το ίζημα της υποομάδας ΠΑ που παραμένει στον ηθμό εκπλένεται με 1-2 mL H₂O που περιέχει 3-4 σταγόνες NH₄NO₃ (το έκπλυμα απορρίπτεται) και αναλύεται όπως αναφέρεται παρακάτω (ΣΤΑΔΙΟ 4).

ΣΤΑΔΙΟ 2.4: ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΥΠΟΟΜΑΔΑΣ ΠΑ

Στον ηθμό πιθανόν να υπάρχουν **CuS** (μαύρο ίζημα) ή/και **Bi₂S₃** (καστανόχρωμο ίζημα).

Αν στο προηγούμενο στάδιο το ίζημα διαλύθηκε πλήρως (λευκός ηθμός), τότε αποκλείεται η ύπαρξη αλάτων στον ηθμό, οπότε δεν εκτελείται το ΣΤΑΔΙΟ 4[†].

Αν υπάρχει ίζημα, τότε ο ηθμός με το ίζημα της ΠΑ τοποθετείται σε δοκιμαστικό σωλήνα και φέρεται στο υδρόλουτρο. Στον ηθμό προστίθεται 1 mL HNO₃ 4 M, το ίζημα αναδεύεται με γυάλινη ράβδο, αφήνεται να διαλυθεί και διηθείται αργά. Εάν το ίζημα δε διαλυθεί πλήρως προστίθεται ακόμη 1 mL HNO₃ 4 M. Μετά την **πλήρη** διαλυτοποίηση του ιζήματος, ακολουθεί πολύ καλή διήθηση.

Στο διήθημα, που μπορεί να περιέχει ιόντα Bi(III) και Cu²⁺, προστίθεται κατά σταγόνες πυκνό διάλυμα αμμωνίας (NH₃ 15 M, **ΑΠΑΓΩΓΟΣ**) μέχρις ισχυρώς αλκαλικής αντίδρασης (περίπου pH 12, έλεγχος με pH-μετρικό χαρτί).

A. Αν σχηματισθεί ίζημα **Bi(OH)₃** (λευκό ζελατινώδες), διηθείται από μαλακό ηθμό, εκπλένεται με 10 σταγόνες H₂O και το έκπλυμα συλλέγεται με το διήθημα (δοκιμαστικός σωλήνας A).

Ο ηθμός τοποθετείται σε καθαρό δοκιμαστικό σωλήνα και προστίθενται στο ίζημα 4-5 σταγόνες NaOH 4 M και 1 σταγόνα SnCl₂. Εάν υπάρχουν ιόντα Bi(III) σχηματίζεται μαύρο ίζημα **Bi**.

Αν το αμμωνιακό διάλυμα στο δοκιμαστικό σωλήνα A έχει έντονο μπλε χρώμα δηλώνεται η ύπαρξη του συμπλόκου [Cu(NH₃)₄]²⁺. Επιβεβαίωση της παρουσίας ιόντων Cu²⁺ επιτυγχάνεται με οξίνιση του διαλύματος με CH₃COOH 4 M (έλεγχος με pH-μετρικό χαρτί, pH 3-4) και προσθήκη 2 σταγόνων K₄[Fe(CN)₆] 0,1 M, οπότε σχηματίζεται ερυθροκαστανό ίζημα **Cu₂[Fe(CN)₆]**.

B. Αν δε σχηματισθεί ίζημα[‡], δε γίνεται διήθηση και η ανίχνευση ιόντων Cu²⁺ εκτελείται στο αμμωνιακό διάλυμα, όπως αναφέρθηκε προηγουμένως.

* Το στάδιο αυτό αποτελεί χαρακτηριστικό παράδειγμα διαλυτοποίησης ιζημάτων επί του ηθμού. Στην περίπτωση αυτή και αφού προστεθεί το κατάλληλο αντιδραστήριο επί του ηθμού, το ίζημα αναδεύεται με γυάλινη ράβδο και το αντιδραστήριο αφήνεται να διέλθει βραδέως από το μίγμα ιζημάτων. Αν η διαδικασία αυτή πρέπει να γίνει με θέρμανση, το υδρόλουτρο πρέπει να είναι γεμάτο με νερό.

[†] Γενική παρατήρηση: Αν σε κάποιο στάδιο της συστηματικής αναλύσεως οι οδηγίες αναφέρουν διήθηση αλλά δεν υπάρχει ίζημα, τότε ΔΕΝ ΕΚΤΕΛΕΙΤΑΙ ΔΙΗΘΗΣΗ και η ανάλυση συνεχίζεται στο επόμενο στάδιο.

[‡] Αν δεν σχηματισθεί ίζημα με την προσθήκη NH₃ 15 M, τότε δεν υπάρχουν ιόντα Bi(III).

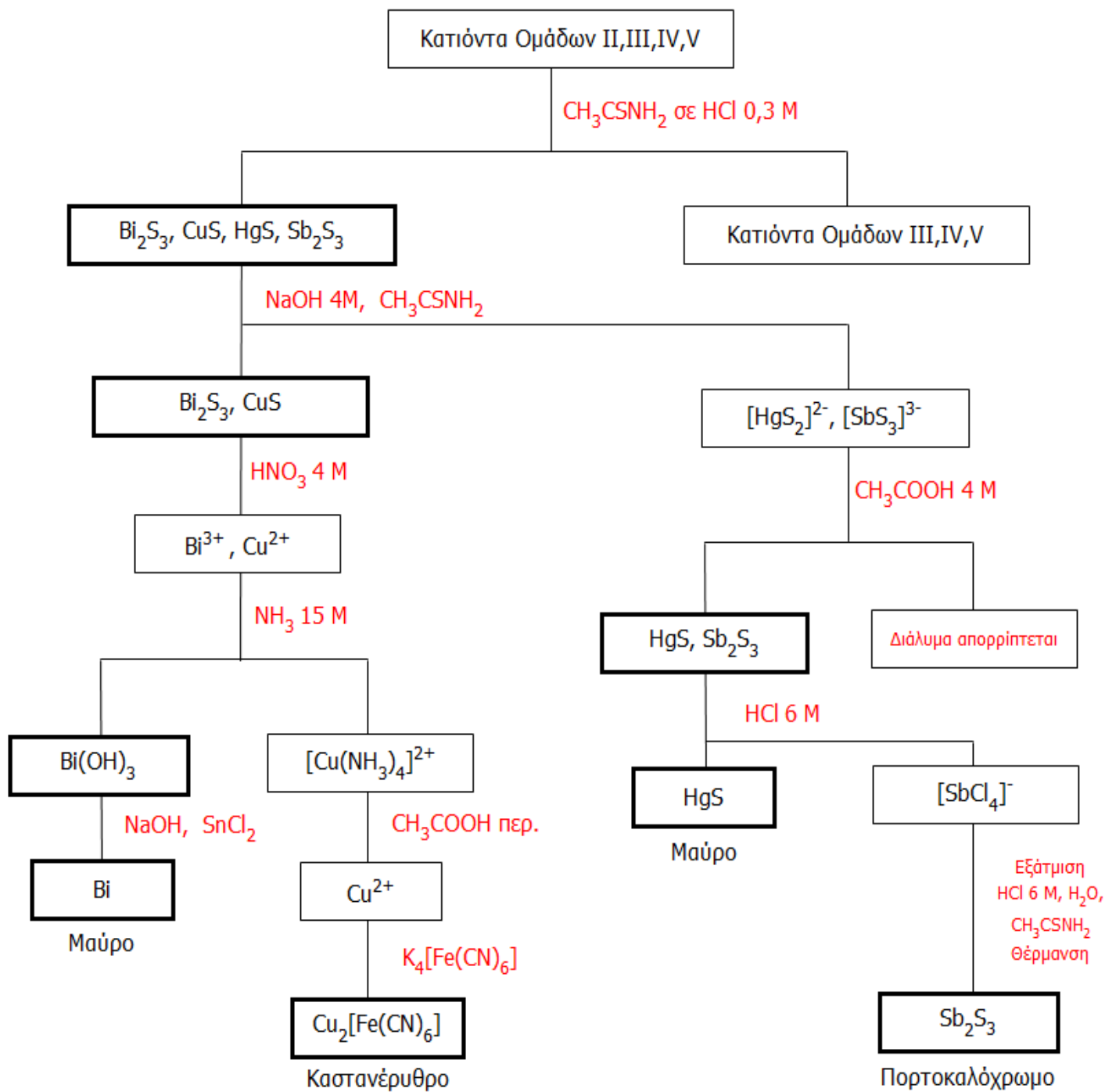
ΣΤΑΔΙΟ 2.5: ΕΠΑΝΑΚΑΤΑΒΥΘΙΣΗ ΥΠΟΟΜΑΔΑΣ ΠΒ

Στο διήθημα ΠΒ (από το στάδιο 3) προστίθεται κατά σταγόνες CH_3COOH 4 M με συνεχή ανάδευση μέχρις όξινης αντίδρασης (pH 4, έλεγχος με pH-μετρικό χαρτί) και 3-4 σταγόνες επιπλέον. Ο σωλήνας θερμαίνεται στο υδρόλουτρο επί 3 λεπτά. Εάν σχηματισθεί ίζημα, διηθείται από σκληρό ηθμό και εκπλένεται με 1 mL H_2O που περιέχει 1 σταγόνα HCl 1 M. Το διήθημα και το έκπλυμα απορρίπτονται. Ο ηθμός φυλάσσεται για ανάλυση (ΣΤΑΔΙΟ 6). Εάν κατά την οξίνιση δε σχηματισθεί ίζημα δηλώνεται απουσία ιόντων της υποομάδας ΠΒ και δεν εκτελείται το ΣΤΑΔΙΟ 6.

ΣΤΑΔΙΟ 2.6: ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΥΠΟΟΜΑΔΑΣ ΠΒ

Ο ηθμός με το ίζημα της υποομάδας ΠΒ (από το ΣΤΑΔΙΟ 5) τοποθετείται σε δοκιμαστικό σωλήνα στο υδρόλουτρο. Στο ίζημα προστίθεται 1 mL HCl 6 M, το ίζημα αναδεύεται με γυάλινη ράβδο και ακολουθεί βραδεία διήθηση. Προστίθεται εκ νέου 1 mL HCl 6 M και συνεχίζεται η βραδεία διήθηση. Παρουσία ιόντων Hg^{2+} ο ηθμός έχει μαύρο χρώμα λόγω του ιζήματος HgS , ενώ το διήθημα πιθανόν να περιέχει το σύμπλοκο $[\text{SbCl}_4]^-$.

Το διήθημα μεταφέρεται σε απιοειδή φιάλη και εξατμίζεται μέχρι 2-3 σταγόνων στον **ΑΠΑΓΩΓΟ**. Στην απιοειδή φιάλη προστίθενται 1 σταγόνα HCl 6 M, 1 mL H_2O και 2 σταγόνες CH_3CSNH_2 1 M, το διάλυμα μεταφέρεται σε καθαρό δοκιμαστικό σωλήνα και ακολουθεί θέρμανση στο υδρόλουτρο. Εάν υπάρχουν ιόντα Sb(III) , καταβυθίζεται πορτοκαλί ίζημα Sb_2S_3 .



ΣΤΑΔΙΟ 3. ΣΥΣΤΗΜΑΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΙΙης ΟΜΑΔΑΣ

ΣΤΑΔΙΟ 3α: ΚΑΤΑΒΥΘΙΣΗ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΙΙης ΟΜΑΔΑΣ ΜΕ ΤΗ ΜΟΡΦΗ ΘΕΙΟΥΧΩΝ ΑΛΑΤΩΝ ΚΑΙ ΥΔΡΟΞΕΙΔΙΩΝ

Σε 1-2 mL του υπό εξέταση αρχικού διαλύματος, προστίθεται 1 σταγόνα HCl 4 M και 4 σταγόνες CH₃CSNH₂ 1 M. Ο δοκιμαστικός σωλήνας τοποθετείται σε θερμό υδρόλουτρο για 1 λεπτό, και μετά προστίθενται στάγδην και με συνεχή ανάδευση 3-4 σταγόνες πυκνής NH₃ (ΑΠΑΓΩΓΟΣ). Ο δοκιμαστικός σωλήνας τοποθετείται στο υδρόλουτρο και θερμαίνεται 10 λεπτά. Το ίζημα διηθείται από μαλακό ηθμό. Στο διήθημα γίνεται έλεγχος ποσοτικής καταβύθισης (ΕΠΚ) με προσθήκη σταγόνων CH₃CSNH₂ και θέρμανση (pH 9-10). Αν σχηματισθεί ίζημα διηθείται από τον ίδιο ηθμό.

ΣΤΑΔΙΟ 3β: ΔΙΑΛΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΙΖΗΜΑΤΟΣ ΤΗΣ ΙΙης ΟΜΑΔΑΣ - ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΣ ΥΠΟΟΜΑΔΩΝ ΙΙΑ & ΙΙΒ

Ο ηθμός με το ίζημα (MnS, FeS, CoS, NiS, Al(OH)₃, Cr(OH)₃ και ZnS) τοποθετείται σε καθαρό δοκιμαστικό σωλήνα στο υδρόλουτρο, προστίθεται 1 mL HNO₃ 4 M, αναδεύεται με ράβδο ενώ διηθείται βραδέως μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης. Εάν το ίζημα δε διαλυθεί πλήρως διαβιβάζεται ξανά το διήθημα από τον ηθμό, εκπλένεται με λίγες σταγόνες H₂O που αναμειγνύονται με το διήθημα και ακολουθεί καλή διήθηση. Ο ηθμός απορρίπτεται.

Το διήθημα μεταφέρεται σε απιοειδή φιάλη και εξατμίζεται στον ΑΠΑΓΩΓΟ μέχρι 1-2 σταγόνες. Στο υπόλειμμα προστίθεται 1 mL H₂O και το διάλυμα μεταφέρεται σε δοκιμαστικό σωλήνα. Στο δοκιμαστικό σωλήνα προστίθεται 1 σταγόνα δείκτη θυμολοφθαλεΐνης* και μετά κατά σταγόνες NaOH 4 M μέχρι να παύσει να σχηματίζεται ίζημα ή μέχρι το διάλυμα να γίνει κυανό και έπειτα 7 σταγόνες επιπλέον.

Στο σωλήνα προστίθενται 4-5 σταγόνες H₂O₂ 3% και ακολουθεί θέρμανση στο υδρόλουτρο επί 5 λεπτά. Το ίζημα διηθείται από μαλακό ηθμό και εκπλένεται με διάλυμα που περιέχει 1 mL H₂O και 1 σταγόνα NaOH 4 M και κατόπιν με 1 mL H₂O. Οι πρώτες σταγόνες του υγρού έκπλυσης συλλέγονται με το διήθημα της ΙΙΒ και το υπόλοιπο απορρίπτεται.

Το διήθημα φυλάσσεται για την ανάλυση της υποομάδας ΙΙΒ (ΣΤΑΔΙΟ 2δ).

Ο ηθμός με το ίζημα (ΙΙΑ υποομάδα) κατεργάζεται όπως αναφέρεται στο ΣΤΑΔΙΟ 2γ.

ΣΤΑΔΙΟ 3γ: ΑΝΑΛΥΣΗ ΥΠΟΟΜΑΔΑΣ ΙΙΑ

Ο ηθμός με το ίζημα της υποομάδας ΙΙΑ (MnO₂, Fe(OH)₃, Co(OH)₃, Ni(OH)₂) τοποθετείται σε καθαρό δοκιμαστικό σωλήνα στο υδρόλουτρο. Στον ηθμό προστίθενται 1 mL HNO₃ 4 M και 3-4 σταγόνες H₂O₂ 3%, το ίζημα αναδεύεται με γυάλινη ράβδο μέχρι να διαλυθεί πλήρως, διηθείται και εκπλένεται με 2 mL H₂O που αναμειγνύονται με το διήθημα. Το διήθημα θερμαίνεται μέχρι βρασμού για να διασπασθεί η περίσσεια του H₂O₂ και χωρίζεται σε 4 ίσα μέρη, Ν, Ξ, Ο και Π[†].

* Περιοχή pH αλλαγής χρώματος δείκτη: 9,3 – 10,5 και αντίστοιχα χρώματα: άχρωμο – κυανό.

† Επειδή οι ανιχνεύσεις των κατιόντων Mn²⁺, Fe³⁺ και Co²⁺ έχουν γίνει στο αρχικό διάλυμα με τα ειδικά αντιδραστήρια για κάθε κατιόν, δεν επαναλαμβάνονται στο σταδιο ανάλυσης της υποομάδας ΙΙΑ. Στο συγκεκριμένο στάδιο, απαραίτητη είναι η ανίχνευση ιόντων Ni²⁺ (διάλυμα Π).

Στα διαλύματα Ν, Ξ και Ο εκτελούνται οι ανιχνεύσεις των ιόντων Mn^{2+} , Fe^{3+} και Co^{2+} , αντιστοίχως, όπως έχει περιγραφεί στο ΣΤΑΔΙΟ 1.

Διάλυμα Π: Στο διάλυμα Π προστίθεται 1 σταγόνα δείκτη κυανού της βρωμοθυμόλης και εάν υπάρχουν ιόντα Fe^{3+} , στερεό KF ή NaF. Ο σωλήνας ανακινείται και προστίθεται στάγδην NH_3 4 M μέχρι το διάλυμα να γίνει κυανό και μετά 5 σταγόνες διαλύματος διμεθυλογλυοξίμης 1%. Εάν υπάρχουν ιόντα Ni^{2+} σχηματίζεται ερυθρό ίζημα από νικελοδιμεθυλογλυοξίμη*.

ΣΤΑΔΙΟ 3δ: ΑΝΑΛΥΣΗ ΥΠΟΟΜΑΔΑΣ ΠΙΒ

Στο δοκιμαστικό σωλήνα που περιέχει το διήθημα της υποομάδας ΠΙΒ ($[Al(OH)_4]^-$, CrO_4^{2-} , $[Zn(OH)_4]^{2-}$) προστίθενται σταγόνες CH_3COOH 4 M μέχρι να αποχρωματισθεί το διάλυμα ή να αλλάξει το χρώμα από πράσινο σε κίτρινο και 2 σταγόνες επιπλέον. Το διήθημα χωρίζεται σε 3 ίσα μέρη Ρ, Σ και Τ.

Διάλυμα Ρ: Στο διάλυμα προστίθενται 2-3 σταγόνες $(NH_4)_2CO_3$ 0,1 M, ελέγχεται το pH (pH=5) και προστίθενται 2 σταγόνες αντιδραστηρίου αλούμινον. Ο δοκιμαστικός σωλήνας ανακινείται και ακολουθεί θέρμανση. Εάν υπάρχουν ιόντα Al^{3+} σχηματίζεται ερυθρό ίζημα.

Διάλυμα Σ: Στο διάλυμα προστίθενται 2-3 σταγόνες διαλύματος $(CH_3COO)_2Pb$ 0,1 M. Αν υπάρχουν ιόντα CrO_4^{2-} , σχηματίζεται κίτρινο ίζημα **PbCrO₄**.

Διάλυμα Τ: Στο διάλυμα προστίθεται 1 σταγόνα διαλύματος διαιθυλανιλίνης και 2 σταγόνες διαλύματος $K_3[Fe(CN)_6]$ 0,1 M (σιδηρικήκυανιούχα). Εάν υπάρχουν ιόντα Zn^{2+} σχηματίζεται καστανέρυθρο ίζημα μετά από 1-2 λεπτά[†].

* Επειδή το διάλυμα είναι έγχρωμο, το ερυθρό ίζημα μπορεί να παρατηρηθεί καλύτερα μετά από διήθηση από μαλακό ηθμό.

† Το διάλυμα δεν πρέπει να θερμανθεί.