

۴-۱- مقدمه: همانگونه که در جدول ۱-۱- مشاهده شد، کاتیون‌های گروه III به دو دسته فرعی IIIa و IIIb تقسیم می‌شوند. رسوب‌گیری کاتیون‌های گروه III در محلولی که دارای آمونیاک، آمونیوم کلرید و آمونیم سولفید است، انجام می‌شود. لذا رسوب حاصل مخلوطی از سولفیدها و هیدروکسیدهای عناصر این گروه می‌باشد. در این مخلوط پنج کاتیون به صورت سولفید رسوب می‌کنند و دو کاتیون دیگر به صورت هیدروکسید رسوب می‌کنند. غلظت زیاد یون سولفید که برای رسوب‌گیری کاتیون‌های گروه III لازم است، در محیط آمونیاکی به دست می‌آید. این محلول قلیایی قادر است که کاتیون‌های Cr^{3+} و Al^{3+} را به شکل هیدروکسید رسوب دهد. کاتیون‌های گروه III را با اثر دادن مقادیر اضافی یک باز قوی به دو دسته فرعی تقسیم می‌کنند. هیدروکسیدهای Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} در KOH حل شده و به صورت محلول در می‌آیند، در حالی که هیدروکسیدهای Co^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} در Ni^{2+} در پتاس حل نشده و نامحلول باقی می‌مانند. در واقع معیار طبقه‌بندی کاتیون‌های گروه III به دو گروه فرعی هم همین واقعیت است.

گروه IIIa شامل کاتیون‌های Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} می‌باشد. تجزیه این گروه شامل مراحل زیر می‌باشد:

۴-۱-۱- ابتدا محیط توسط KOH، ۳ مولار بازی می‌شود تا کاتیون‌های گروه به صورت هیدروکسید در آیند.

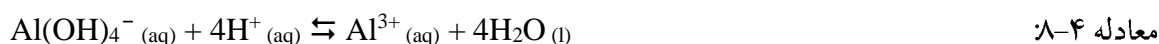


۴-۱-۲- با اثر دادن پتاس اضافی و سدیم پروکسید، این هیدروکسیدها به صورت محلول پایدار یون‌های آلومینات، زنکات و کرومات در می‌آیند.

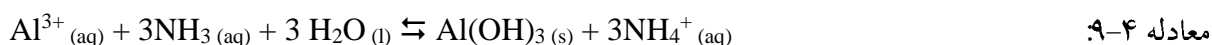




۴-۱-۳- به منظور جداسازی و شناسایی کاتیون آلومینیم، محیط بوسیله HCl اسیدی می‌شود تا خاصیت آنیونی گونه حاوی آلومینیم از بین برود و کاتیون آلومینیم تشکیل شود.



افزایش تامپون آمونیاک و آمونیوم کلرید موجب تشکیل مجدد رسوب آلومینیم هیدروکسید می‌شود.



رسوب ژلاتینی و بی‌رنگ آلومینیم هیدروکسید در مقابل رنگ‌های آلی خاصی مثل آلیزارین خاصیت جذب سطحی دارد. این خاصیت معرف ویژه آلومینیم است و رنگ قرمز جذب شده بر روی سطح رسوب آلومینیم هیدروکسید پس از اضافه کردن آلیزارین، تایید بر وجود یون آلومینیم در نمونه اولیه است.

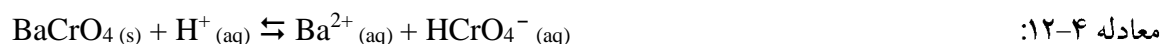
۴-۱-۴- به منظور جداسازی و شناسایی یون کرومات، از باریم استات استفاده می‌شود. این ترکیب یون کرومات را به صورت باریم کرومات زرد رنگ رسوب می‌دهد.



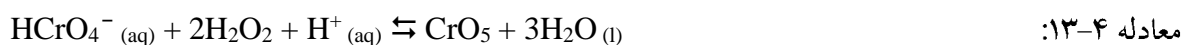
اگر در محیط واکنش یون سولفات هم وجود داشته باشد، در اثر اضافه کردن باریم استات، رسوب سفید باریم سولفات نیز تشکیل می‌شود که می‌تواند در شناسایی یون کرومات مزاحمت ایجاد کند.



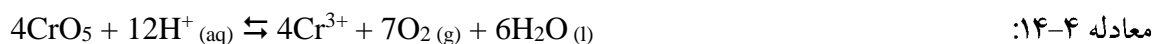
برای جدا کردن باریم سولفات و شناسایی یون کروم، به رسوب بدست آمده در این مرحله، HCl، ۳ مولار اضافه می‌شود. باریم کرومات در کلریدریک اسید حل می‌شود ولی باریم سولفات در این اسید حل نمی‌شود.



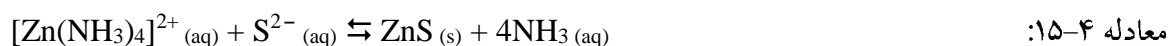
محلول اسیدی کرومات با هیدروژن پروکسید تولید کروم پنتاکسید آبی رنگ می‌کند.



کروم پنتاکسید ناپایدار بوده و در محیط آبی شکسته شده و اکسیژن آزاد می‌کند.



۴-۱-۵- بعد از جداسازی باریم کرومات، یون روی به صورت کاتیون کمپلکس $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ در محلول آمونیاکی باقی می‌ماند. اگر بر روی این یون کمپلکس محلول تیواستامید یا آمونیم سولفید اثر داده شود، یون سولفید این معرف‌ها موجب تشکیل رسوب سفید رنگ روی سولفید می‌شود.





۲-۴- مراحل آزمایش تجزیه کاتیون‌های گروه III_a:

نمودار کلی شناسایی کاتیون‌های گروه III_a در شکل ۴-۱ آورده شده است. برای شناسایی این کاتیون‌ها مراحل زیر به ترتیب و با دقت انجام شود:

۱- سه میلی‌لیتر از محلول حاوی یک یا تعدادی از کاتیون‌های این گروه (نمونه معلوم یا مجهول) را در یک لوله آزمایش مخصوص سانتریفوژ بریزید. محلول را با KOH، ۳ مولار قلیایی کنید (تشخیص با استفاده از کاغذ pH) و به تدریج و با به هم زدن حدود ۰/۲ گرم سدیم پروکسید به آن افزوده و مدت زمان کوتاهی به ملایمت حرارت دهید.

۲- به این محلول همراه با به هم زدن قطره قطره HCl غلیظ اضافه نموده تا محیط اسیدی شود (تشخیص با استفاده از کاغذ pH). پس از آن ۲۰ قطره محلول NH₄Cl اشباع به این نمونه اضافه کرده و قطره قطره آمونیاک غلیظ اضافه نموده تا محیط آزمایش بازی شود (تشخیص با استفاده از کاغذ pH). ۴ قطره آمونیاک دیگر به نمونه اضافه نموده و برای ۳ دقیقه به ملایمت حرارت دهید و مخلوط را سانتریفوژ نمایید.

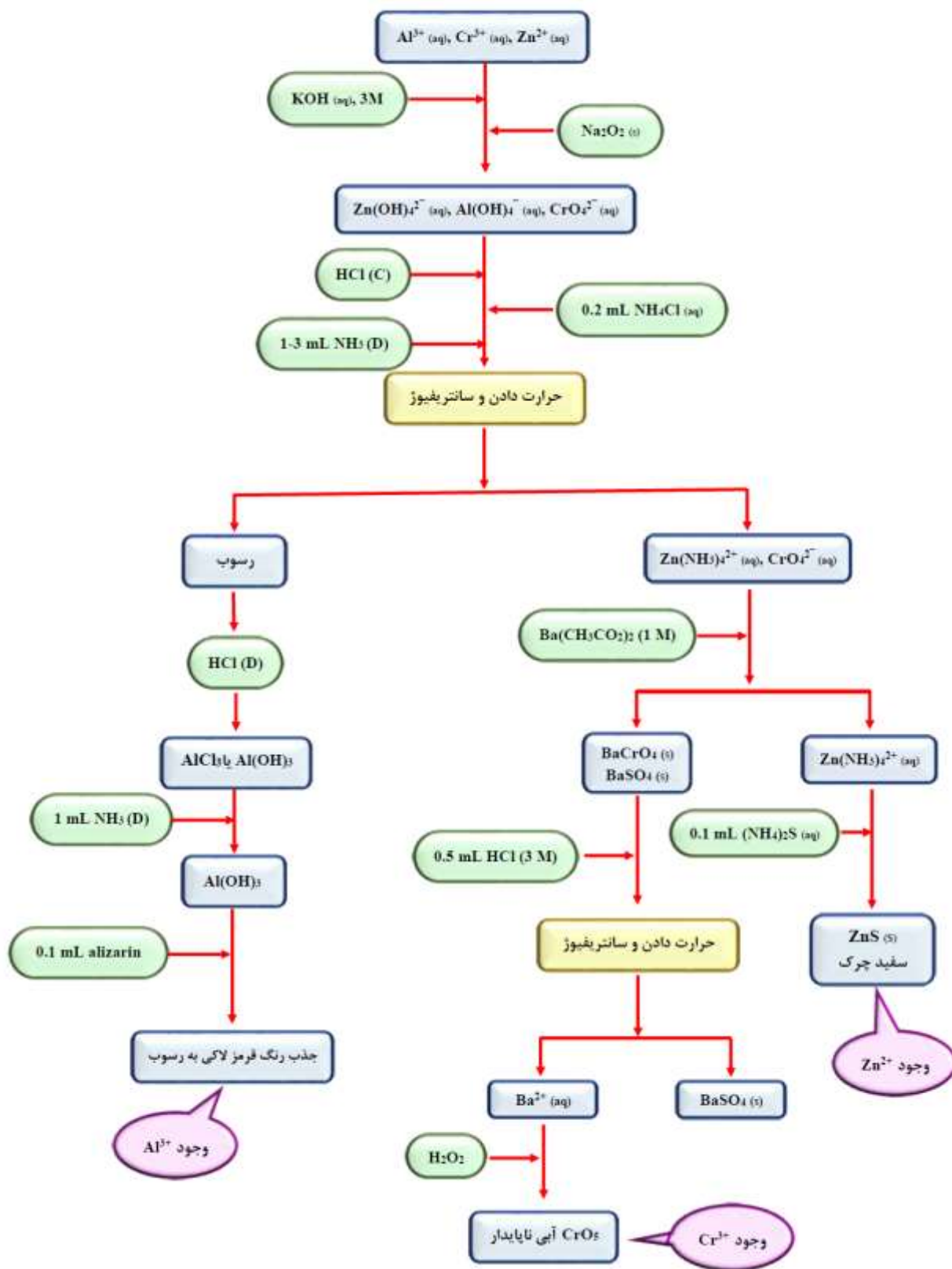
۳- رسوب را با ۱۰ قطره آب مقطر شستشو داده، سانتریفوژ نمایید و محلول روی رسوب را دور بریزید. ۱۰ قطره HCl، ۳ مولار به رسوب اضافه نموده و برای ۳ دقیقه به ملایمت حرارت دهید. اگر رسوبی مشاهده شد، سانتریفوژ نموده و رسوب را دور بریزید. به محلول شفاف قطره قطره آمونیاک رقیق اضافه نموده تا محیط آزمایش بازی شود (تشخیص با استفاده از کاغذ pH) ۱۰ قطره آمونیاک دیگر به نمونه اضافه نموده و آن را به هم زنید و سپس ۲-۳ قطره آلزارین به نمونه اضافه نمایید. ایجاد رنگ قرمز لاکه بر روی رسوب سفید آلومینیم هیدروکسید نشانگر وجود کاتیون Al³⁺ در نمونه اولیه است.

۴- محلول روی رسوب احتمالاً حاوی یون‌های CrO₄²⁻ و Zn(OH)₄²⁻ است. به این محلول قطره قطره باریم استات ۱ مولار اضافه نمایید تا رسوب تشکیل شود (تست رسوب‌گیری فراموش نشود) و مخلوط را سانتریفوژ نمایید.

۵- رسوب ممکن است باریم کربنات و یا باریم سولفات باشد. به آن ۱۰ قطره HCl، ۳ مولار اضافه نموده و برای یک دقیقه به ملایمت حرارت دهید. اگر رسوبی مشاهده شد، آن را سانتریفوژ نموده و رسوب را دور بریزید. دو قطره از محلول را بر روی یک قطعه کاغذ صافی ریخته و روی آن دو قطره هیدروژن پروکسید اضافه نمایید. تشکیل رنگ آبی که به سرعت از بین می‌رود نشانگر وجود یون Cr³⁺ در نمونه اولیه است.

۶- ۵ قطره محلول تیواستامید یا آمونیم سولفید به محلول روی رسوب اضافه نموده و آن را به مدت ۵ دقیقه به ملایمت حرارت دهید. تشکیل رسوب سفید نشانگر وجود یون Zn²⁺ در نمونه اولیه است.

آزمایش شناسایی کاتیون‌های گروه III_a



شکل ۴-۱: نمودار تجزیه کاتیون‌های گروه III_a