



II. GRUP KATYONLARININ SİSTEMATİK ANALİZİ

II. Grup katyonların Çöktürülmesi: I. Gruptan alınan çözelti, II-V. grup katyonlarından bazılarını ya da tümünü içerebilir. Bu çözeltinin üzerine 3 M HNO_3 den 2 damla eklendikten sonra su banyosunda 3 dakika ısıtılır. Çözelti hafif bazik oluncaya kadar 3 M NH_3 den tam asit dönüşümüne kadar 3 M HCl den damla damla eklenir (1). Çözelti hacmi 1 mL oluncaya kadar buharlaştırıldıktan sonra 2 damla derişik HCl ve 7 damla tiyoasetamid çözeltisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtılır (2). 10 damla damıtık su ve 2-3 damla daha tiyoasetamid ekleyip su banyosunda 5 dakika daha ısıtılır (3) ve santrifüjlenerek çökelek ve çözelti ayrılır.

Çökelek 1: II. Grup katyonlarının sülfürlerini içerebilir. Bunlar As_2S_3 (sarı), As_2S_5 (sarı), Sb_2S_3 (portakal kırmızısı), Sb_2S_5 (portakal rengi), SnS_2 (sarı), HgS (siyah), PbS (siyah), CuS (siyah), Bi_2S_5 (kahverengi-siyah) ve CdS (sarı) dır.

Çözelti 1: III., IV. ve V. grup katyonlarını içerebilir. H_2S kaynatılarak uçurulduktan sonra (4) çözelti diğer grupların aranması için saklanır.

Grup II-A ile II-B'nin ayrılması: Elde edilen II. Grubun sülfür çökelekleri 1 damla doymuş NH_4Cl ve 1 damla tiyoasetamid içeren 10 damla su ile yıkanıp, yıkama suyu atılır. 10 damla 3 M KOH eklendikten sonra su banyosunda 3 dakika karıştırılarak ısıtılır. Santrifüjlenerek çökelek 1 (grup II-A) ile çözelti 1 (grup II-B) ayrılır.

Çökelek 2: II-A grup katyonlarının sülfürleri (HgS , CuS , CdS , PbS , Bi_2S_3) ve az miktarda S içerebilir. Çökelek 10 damla 3 M KOH ile yıkanır ve çözelti atılır.

Çözelti 2: II-B grup katyonlarının çözülebilen kompleks iyonlarını (AsO_3^{3-} , AsS_3^{3-} , SbO_2^- , SbS_2^- , SnO_2^{2-}) içerebilir.



II-A GRUP KATYONLARININ SİSTEMATİK ANALİZİ

Çökelek A: Çökelek ortamdaki fazla KOH i uzaklaştırmak için 10 damla damıtık suyla yıkandıktan sonra santrifüjlenip yıkama suyu atılır. Çökelek üzerine 12 damla 6 M HNO₃ eklenir (5) ve su banyosunda karıştırılarak 5 dakika iyice ısıtıldıktan sonra santrifüjlenir. Çökelek B ile çözelti B ayrılır. Çözelti üzerine çıkan serbest kükürt baget ile alınıp atılır.

Çökelek 3: Hg(NO₃)₂·2H₂S (beyaz), HgS (siyah) veya S olabilir. Çökelek üzerine 15 damla kral suyu eklenir. Su banyosunda 2-3 dakika ısıtılıp çökelek çözülür (6). Çözelti kapsüle alınır ve kurutulur. Soğuduktan sonra üzerine biraz su eklenir ve çözelti ikiye ayrılır.
a) Birinci kısmına 1 damla SnCl₂ eklenir. Oluşan beyaz ya da gri çökelek Hg²⁺ nu gösterir.
b) İkinci kısmı temiz bir bakır yüzeye damlatılır ve 5-10 dakika beklenir. oluşan gri kaplama Hg²⁺ nu gösterir.

Çözelti 3: Pb²⁺, Bi³⁺, Cu²⁺ ve Cd²⁺ iyonlarını içerebilir. Çözelti üzerine 3 damla derişik H₂SO₄ eklenip beyaz dumanlar görülünceye kadar kapsülde ısıtılır (7). Bu işleme 2-3 damla madde kalıncaya kadar devam edilir. İyice soğuduktan sonra üzerine dikkatlice 1 mL su eklenip baget ile karıştırılır ve santrifüjlenir (8). Çökelek 4 ile Çözelti 4 ayrılır.

Çökelek 4: PbSO₄ olabilir. Çökelek 4 damla suyla yıkanıp yıkama suyunu attıktan sonra 10 damla doymuş NH₄CH₃COO eklenir ve karıştırılarak su banyosunda 5 dakika ısıtılır. Berrak değilse santrifüjlenir ve çökelek atılır. Çözeltiye 1 damla derişik CH₃COOH (9) ve 2 damla 1 M K₂CrO₄ eklenir. Sarı çökelek Pb²⁺ nu gösterir. Çökelek 6 M NaOH de çözünürse Pb²⁺ nun varlığını kanıtlar.

Çözelti 4: Bi³⁺, Cu²⁺ ve Cd²⁺ iyonlarını içerebilir. Çözelti üzerine 1 damla Al³⁺ çözeltisi eklenir (10). Çözelti bazik oluncaya kadar baget ile sürekli karıştırılarak damla damla derişik NH₃ eklenir. Daha sonra 3 damla da fazladan derişik NH₃ eklenip santrifüjlenir ve Çökelek 5 ile Çözelti 5 ayrılır.

Çökelek 5: Bi(OH)₃ ve Al(OH)₃ olabilir. Çökelek üzerine 5 damla damıtık su eklenerek çökelek yıkanır ve yıkama suyu atılır. Daha sonra çökelek üzerine 10-12 damla yeni hazırlanmış potasyum stannit çözeltisi eklenir. çökelekteki ani siyahlaşma Bi³⁺ nun varlığını gösterir.

Çözelti 5: Cu(NH₃)₄²⁺ ve Cd(NH₃)₄²⁺ içerebilir. Çözeltideki mavi renk Cu²⁺ iyonunu gösterir. Çözelti ikiye ayrılır.
a) Çözeltinin bu kısmına 6 M CH₃COOH ve 1 damla K₄Fe(CN)₆ eklendiğinde oluşan kırmızı çökelek Cu²⁺ nun varlığını gösterir.
b) Çözelti 4'de mavi renk varsa (Cu²⁺ dan dolayı mavi renk gözlenir) mavi rengi gidermek için çözeltiye damla damla renk kayboluncaya kadar 1 M KCN eklenir. (mavi renk yoksa KCN çözeltisi eklenmez) (11). Daha sonra 3 damla da fazladan 1 M KCN ve 2-3 damla tiyoasetamid çözeltisi eklenip 5 dakika su banyosunda ısıtıldığında oluşan sarı çökelek Cd²⁺ nun varlığını gösterir (12).



II-B GRUP KATYONLARININ SİSTEMATİK ANALİZİ

Çözelti A: Çözeltiye hafif asidik oluncaya kadar 3 M HCl eklenir (13). Santrifüjlenerek çözelti atılır. Çökelek üzerine 10 damla derişik HCl (14) eklenip su banyosunda 4-5 dakika karıştırılarak ısıtılır (15), santrifüjlenir ve Çökelek 6 ile Çözelti 6 ayrılır.

Çökelek 6: As_2S_3 , As_2S_5 ve S içerebilir. Çökelek su ile 3 kez yıkanır (16) ve yıkama suları atılır. Çökelek üzerine 10 damla derişik HNO_3 eklenerek su banyosunda 5 dakika karıştırılır. Bunun üzerine 5 damla 0,5 M $AgNO_3$ eklenip karıştırılır (Eğer beyaz çökelek oluşursa santrifüjlenip çökelek atılmalıdır. Bu çökelek ortamdan uzaklaştırılamayan Cl^- ile Ag^+ nun $AgCl$ oluşturmasından olabilir). Berrak çözelti ikiye ayrılır. Çözeltinin,
a) Birinci kısmına 5 damla 2,5 M $NaCH_3COO$ eklendiğinde oluşan kırmızımsı kahverengi çökelek (Ag_3AsO_4) As^{3+} varlığını gösterir
b) İkinci kısmına 3 damla su ile 10 damla amonyum molibdat çözeltisi eklenip su banyosunda 10–15 dakika ısıtıldığında oluşan sarı çökelek As^{3+} varlığını gösterir (17).

Çözelti 6: Sn^{4+} ve Sb^{3+} iyonlarını içerebilir. Çözelti 2 kısma ayrılır.

Sb^{3+} aranması: Çözelti iki kısma ayrılır.
a) İki saat camına konulan birer spatül ucu $NaNO_2$ kristalleri üzerine 4-5 damla 3 M HCl ekleyip NO_2 gazının çıkışı sağlanır. Her ikisinin üstüne rodamin B eklendikten sonra birine bir damla su, diğerine ise bilinmeyen örnek çözeltisinden damlatılır. Rodamin B nin renginin kırmızıdan mora dönmesi Sb^{3+} varlığını gösterir (18).
b) Çözelti 6'nın bir kısmına 1 damla tiyoasetamid eklenip ısıtıldığında oluşan portakal renkli çökelek Sb^{3+} varlığını gösterir.

Sn^{2+} aranması: Çözelti 6'nın üzerine 5 damla 3 M HCl ve bir parça Mg şerit eklenerek karıştırılır (19). Üstteki berrak çözelti iki kısma ayrılır.
a) Çözeltinin birinci kısmına 4 damla doymuş $HgCl_2$ çözeltisi eklendiğinde oluşan beyaz veya gri çökelek Sn^{2+} varlığını gösterir.
b) Çözeltinin ikinci kısmı NaOH ile bazikleştirilir ve üzerine NaOH ile bazikleştirilmiş Bi^{3+} çözeltisi eklenir. Oluşan siyah çökelek Sn^{2+} varlığını gösterir.



II. GRUP KATYONLARININ ANALİZ NOTLARI

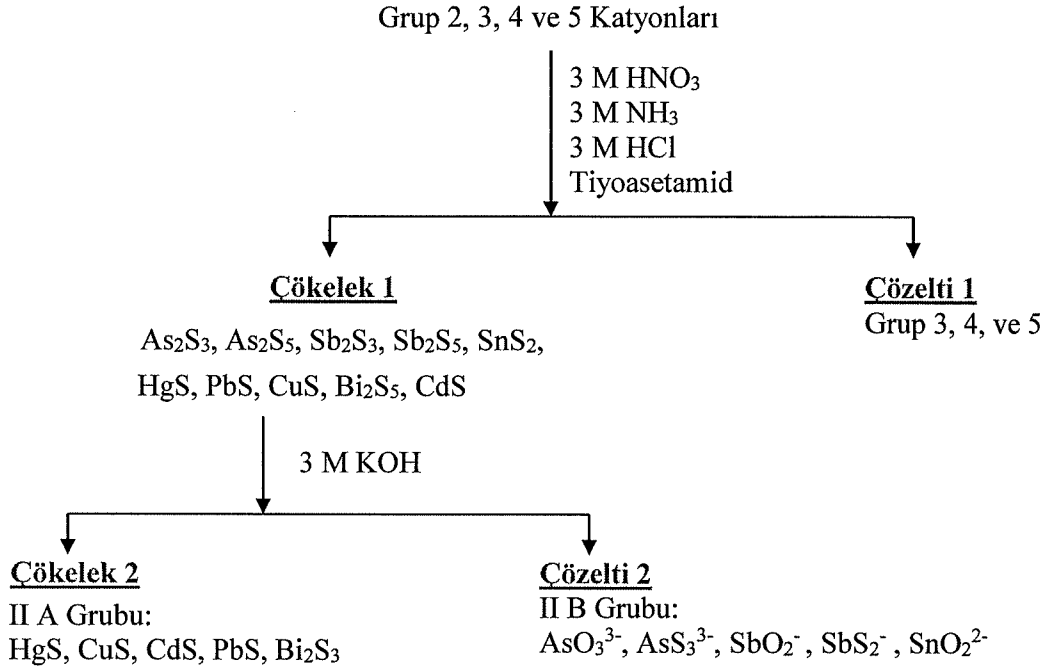
1. Çözelti bazik duruma getirilirken çökme olabilirse de HCl eklenmesi ile bir kısım çökelek yeniden çözünür. Tiyoasetamid eklendiğinde çözünmenin tam olması gerekmediğinden fazla HCl eklenmemelidir.
2. Arseniğin H₂S ile çökmesi için ortam sıcak ve asidik olmalıdır.
3. İşlemler sonucu oluşan çözelti hidronyum iyonu yönünden 0.3 M olmalıdır. Bu asitlik II, ve III. grup katyonlarının birbirlerinden ayrılması için uygundur. Çözelti fazla asidik olduğunda bazı II. grup katyonları tam çökmez ve çözeltide kalır. Bu özellikle kalay, kurşun ve kadmiyum iyonları için geçerlidir. Çözelti yeterince asidik olmadığına ise III. gruptan bazı katyonlar II. grup katyonlarının sülfürleri ile birlikte çökerler. Bu durum da özellikle çinko, nikel ve kobalt iyonları için geçerlidir.
4. Pb(CH₃COO)₂ damlatılmış süzgeç kağıdı tüpün ağzına kapatılır. Kararmanın olması H₂S varlığını gösterir. Çözeltideki H₂S 'in uçurulmadığı durumda açık havanın etkisiyle S²⁻, SO₄²⁻ iyonlarına yükseltgenir. Ortamdaki sülfat iyonları ile de IV. grup katyonları, özellikle baryum, sülfat halinde çöker. Çözeltide II. gruptan başka bir katyon grubu yoksa bu işlem yapılmaz.
5. Bakır, bizmut, kadmiyum ve kurşun sülfürleri, sülfür iyonunun nitrat iyonu tarafından serbest kükürde yükseltgenmesiyle çözünürler.
6. Kral suyu HgS'ü iki tür tepkime sonucunda çözer, Sülfür iyonu, nitrat iyonu tarafından serbest kükürde yükseltgenir ve Cl⁻ iyonu HgCl₄²⁻ kompleksini oluşturur. Çözünmeden kalan kısım ise serbest kükürttür. .
7. Kurşun iyonu PbSO₄ şeklinde çöker. Bu çökelek HNO₃'li ortamda Pb(HSO₄)₂ oluşumuyla çözünür. Beyaz SO₃ dumanlarının görülmesi HNO₃ 'in uzaklaştığını gösterir.
8. Bu karışım seyreltildikten sonra iki dakikadan fazla kalmamalıdır. Bu süre içinde kullanıldığında bazik beyaz bizmut sülfat çökeleği oluşur. Santrifüj işleminden sonra elde edilen çökelek kurşun İyonu İçin yapılan tüm denemelerde olumlu sonuç verir. Ancak kromatla oluşan bizmut çökeleği NaOH içinde çözünmez.
9. Kurşunu, PbCrO₄ şeklinde çöktürmeden önce çözelti asetik asit ile asitlendirilmelidir. Bu yapılmadığı durumda ortamda bulunabilecek olan bizmut, kromat halinde çöker.
10. Bizmut hidroksit jelimsi bir katı olduğundan gözlemek güçtür. Al³⁺ eklenerek Al(OH)₃ ve Bi(OH)₃ çökeleklerinin karışımı elde edilir ve çökelek gözlenebilir duruma getirilir.



11. KCN çok zehirli bir madde olduğundan dikkatli çalışmak gerekir. Eklenen KCN ile $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2^{2+}$ ayrılarak $\text{Cu}(\text{CN})_4^{2-}$ kompleksi oluşur. Cu^{2+} yoksa çözeltinin rengi mavi olmayacağı için KCN eklemeye gerek yoktur ve doğrudan Cd^{2+} analizine geçilir. Cu^{2+} ve Cd^{2+} iyonlarının beraber bulunduğu bir çözeltide bakır iyonları KCN çözeltisi ile tutulur. $\text{Cu}(\text{CN})_4^{2-}$ kompleksi H_2S ile tepkime vermez ve Cd^{2+} bu ortamda H_2S ile belirlenir.
12. Bu aşamada siyah çökelek elde edildiyse çözelti kısmı atılır ve çökelek 5 damla suyla yıkanıp yıkama suyu da atılır. Çökelek üzerine 10 damla 1 M H_2SO_4 eklenip su banyosunda 4 dakika karıştırılır, santrifüjlenerek çözünmeyen kısım atılır. Çözelti derişik NH_3 ile nötrleştirilip 3 M asetik asitle hafif asidik yapılır. Daha sonra 1-2 damla tiyoasetamid eklenir. Sarı çökelek oluşumu Cd^{2+} iyonunun varlığını gösterir.
13. Bazik çözelti II-B grubu katyonlarının çözünmüş tiyo veya oksitiyo komplekslerini içerir. Bu çözelti asitlendirildiğinde kompleks iyonlar bozunduğundan II-B grubu katyonları sülfürler şeklinde çöker.
14. Derişik HCl ortamında As_2S_3 çözünmez, Sb_2S_3 ve SnS çözünür. Bu işlem dikkatli yapılmadığı takdirde Çözelti E'de Sb^{3+} ve Sn^{2+} iyonları gözlenmez.
15. Çözeltideki H_2S ü ortamdan uzaklaştırmak için karışım ısıtılır. H_2S uzaklaştırılmazsa antimon ve kalay HCl çözeltisi ile seyreltiğinden yeniden çöker. Çökelek oluşuncaya kadar ısıtılmalıdır.
16. Yıkama işlemi klor iyonunu ortamdan uzaklaştırmayı amaçlar. Bu işlem yapılmadığında As^{3+} gözlenemez.
17. Amonyum molibdat istenilenden 1-2 damla daha çok kullanılmalıdır. Bu ekleme yapılmadığında oluşan çökelek HNO_3 çözeltisinde çözünür. As^{3+} 'ün bulunmadığı ortamda kirli beyaz renkli H_2MoO_4 oluşur.
18. Sodyum nitrit, Sb^{3+} 'ü Sb^{5+} 'e yükseltger. Sb^{5+} ise Rodamin-B yi yükseltgeyip renk değişimini sağlar. Çok miktarda NaNO_2 kullanıldığında renk değişimi gözlenemez.
19. Bu durumda eklenen metalik Mg, Sb^{3+} 'ü metalik antimona ve Sn^{4+} 'ü Sn^{2+} ' ye indirger.

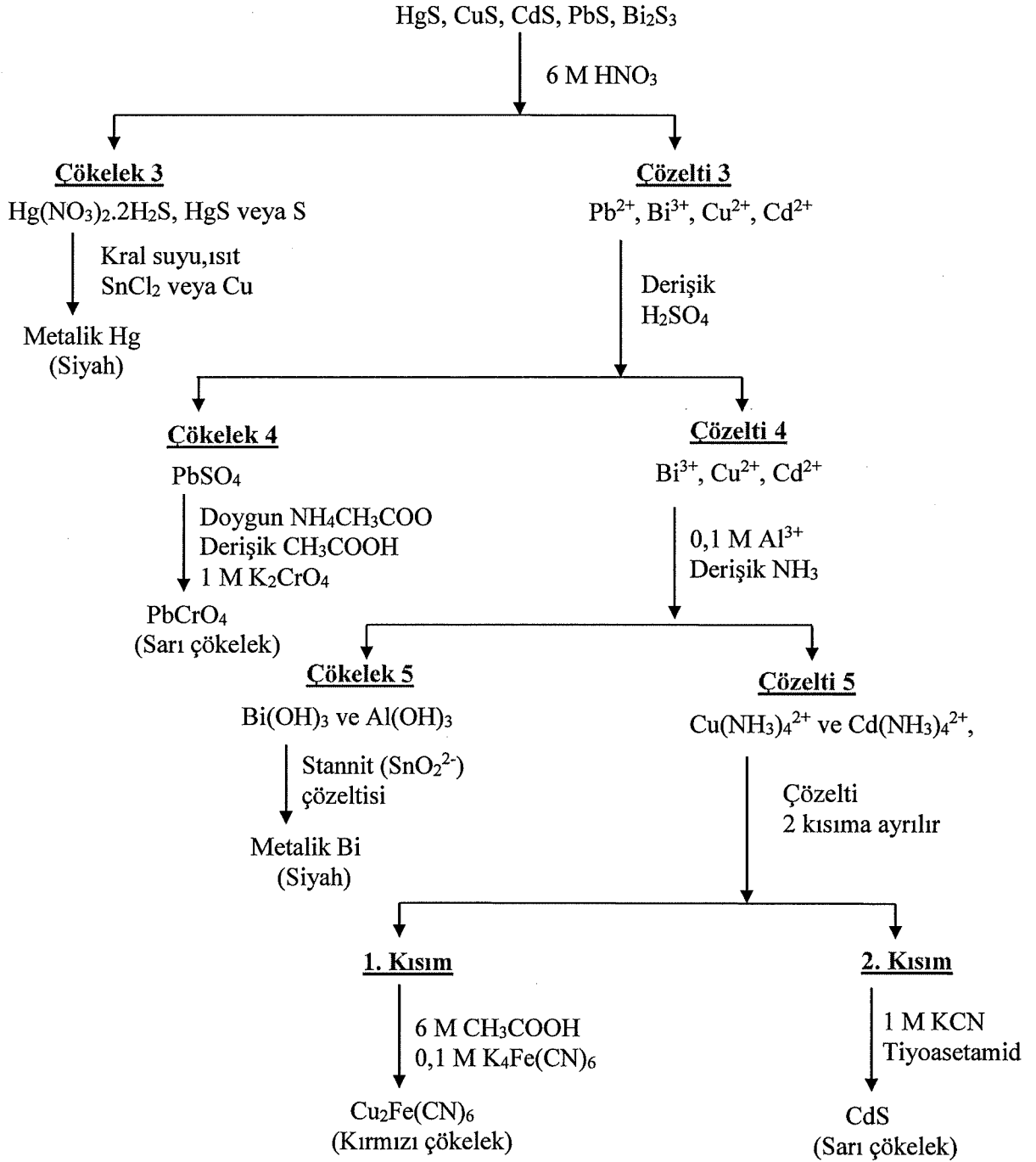


II. GRUP KATYONLARIN SİSTEMATİK ANALİZ ŞEMASI



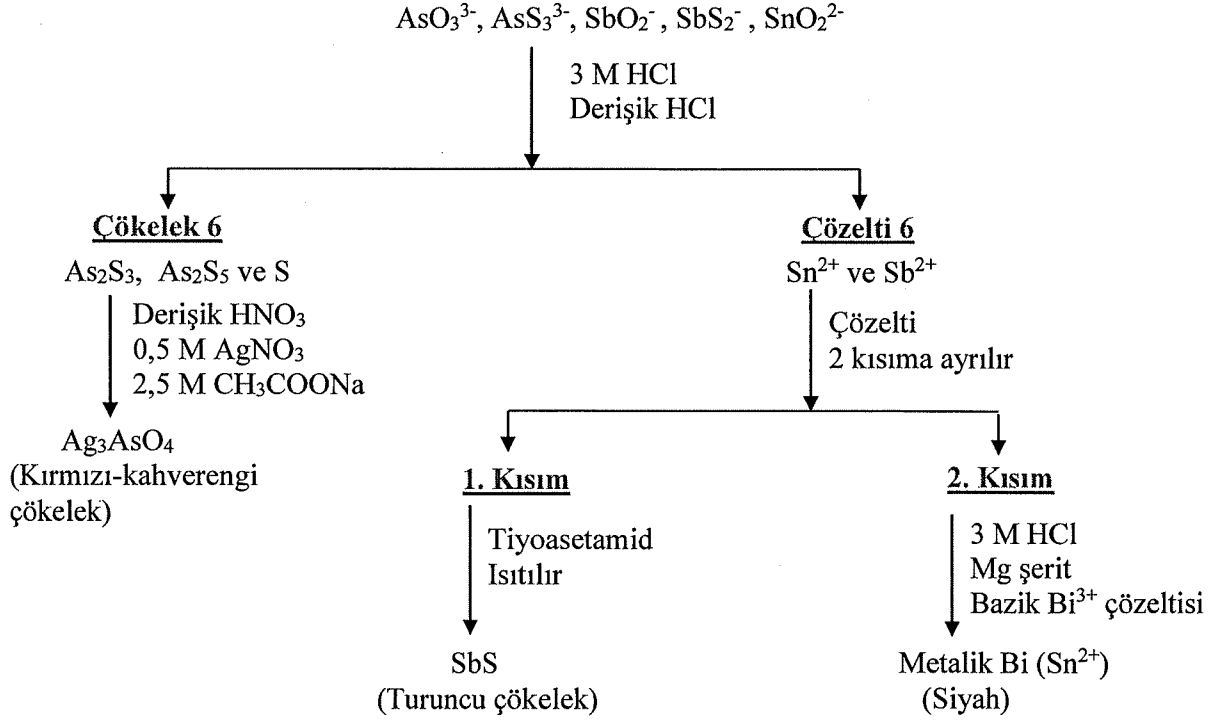


II A GRUP KATYONLAR SİSTEMATİK ANALİZ ŞEMASI





II B GRUP KATYONLAR SİSTEMATİK ANALİZ ŞEMASI





SORULAR

1. II. grup katyonları nelerdir? İsimleri, formülleri ve değerlikleri ile yazınız.
2. II. grupta bulunan metal katyonlarının tiyoasetamid ile çöktürülen tuzlarının formüllerini ve çökelek renklerini yazınız.
3. IIA ve IIB gruplarının birbirlerinden ayrılması için deneyde kullanılan kimyasallar ve uygulanan işlemler nelerdir, kısaca açıklayınız.
4. II. Grup katyonları çöktürülmeden önce ortamın pH'ının ayarlanması neden çok önemlidir?
5. II. grup katyonların tanınması deneyleri sonucunda bu katyonların oluşturdukları çökelekleri ve bu çökeleklerin renklerini yazınız.
6. Grup II katyonlarının analiz şemasını çıkarınız.
7. Bakır iyonunun; amonyak, potasyum ferrosiyaniür ve iyodür çözeltileri ile olan tepkimelerini yazınız. Ürünlerin renklerini belirtiniz.
8. Kadmiyum iyonunun; sülfür ve amonyak ile verdiği tepkimeleri yazınız. Ürünlerin renklerini belirtiniz.
9. HgS seyreltik asitlerde çözünmez, derişik nitrik asit ve kral suyunda çözünür. İlgili denklemleri yazınız.
10. Bizmut iyonunun, stannit ile olan tepkimesini yazınız. Bu tepkime nerede kullanılır? Rengi nedir?
11. Kalay iyonunun şematik analizde yer alan tanınma tepkimesini yazınız.
12. TRUNBUL mavisi nedir? İlgili tepkimeyi yazınız. Hangi elementin tanınmasında kullanılır?
13. Arsenit iyonunun; sülfür, gümüş ve bakır(II) iyonları ile verdiği tepkimeleri yazınız.
14. Antimon(III) iyonunun; sülfür ve hidroksit iyonu ile verdiği tepkimeleri yazınız. Renklerini belirtiniz.