

DENEY 7 : KATYONLARIN NİTEL ANALİZİ

Genel Bilgiler

Kimyasal maddelerde bileşenleri tanımak ve miktarlarını belirlemek için kuramsal ve uygulamalı çözümsel yöntemler kullanan ve bu yöntemleri inceleyen bilim dalına analitik kimya denir. İnorganik ve organik analitik kimya olmak üzere ikiye ayrılır. İnorganik analitik kimya da iki büyük kısımda incelenir:

1. **Nitel analiz:** Bir maddede hangi elementlerin veya element gruplarının var olduğunu ortaya çıkaran analiz yöntemidir.

2. **Nicel analiz:** Bir maddede bulunan elementlerin veya element gruplarının miktarlarını genellikle yüzde (%) miktarlar olarak belirleyen analiz yöntemidir.

İyonların analizinde her iki yol kullanılır. Biz bu laboratuvar çalışmasında nitel analizin nasıl yapılacağını açıklayacağız

Bir bileşikteki yüklü atomlara veya gruplara **iyon**, elektron vermiş *pozitif yüklü* atom veya atom gruplarına **katyon**, elektron almış *negatif yüklü* atom veya atom gruplarına da **anyon** denir. Aşağıdaki tabloda bazı iyonlar örnek olarak verilmiştir.

Katyonlar		Anyonlar	
<i>formülü</i>	<i>okunuşu</i>	<i>formülü</i>	<i>okunuşu</i>
Ag ⁺	gümüş +1	CO ₃ ²⁻	karbonat
Al ³⁺	alüminyum +3	CN ⁻	siyanür
Cu ²⁺	bakır +2	SiO ₄ ²⁻	silikat
Fe ²⁺	demir +3	SO ₄ ²⁻	sulfat
Hg ₂ ²⁺	civa +1	S ²⁻	sülfür
Co ²⁺	kobalt +2	PO ₄ ³⁻	fosfat
Pb ²⁺	kurşun +2	NO ₃ ⁻	nitrat
Cr ³⁺	krom +3	Cl ⁻	klorür
Sn ⁴⁺	kalay +4	MnO ₄ ⁻	permanganat
		OH ⁻	hidroksil

Katyon ve anyon analizlerinde, aranan iyonlara özgü kimyasal tepkimelerden yararlanır. Bir tepkimenin nitel veya nicel analizde kullanılabilmesi için:

a) Tepkime karakteristik olmalıdır. Yani; farklı bir renk meydana gelmeli veya kaybolmalı, bir çökelek oluşmalı veya kaybolmalı veya bir gaz çıkışı olmalı ya da ısı alışverişi meydana gelmelidir.

b) Mümkün olduğu kadar tepkime özgün (spesifik) olmalıdır. Yani; sadece bir iyon için olmalıdır

c) Tepkime, aranan madde çok az miktarda olsa bile varlığını ortaya çıkaracak duyarlılıkta olmalıdır.

Bu sayılan gereklere karşın tek bir iyonun has ayırıcı bir tepkimenin bulunması az raslanan bir durumdur. Bu nedenle önce bazı iyonlar için genel bir ayırıcı kullanılarak gruplandırma yapılır. Yöntemin temeli iyonların tuzlarının çözünürlük farkına dayanır. Bu şekilde ayırma ile çözeltide kalan iyon sayısı azaltılır. Böylece karışıklık önlenir. Grup içinde bulunan iyonlara özgün tepkimelerin ayırıcı olma olasılığı artırılmış olur.

KATYONLARIN SİSTEMATİK NİTEL ANALİZİ

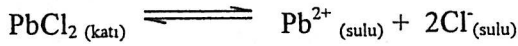
1 TEORİK BÖLÜM:

1.1. Giriş

Pozitif yüklü iyon olan katyonların analizi, uygun ortamlarda seçilen bir çöktürücü anyon ile oluşacak tuzların çözünürlük farkından yararlanılarak gruplara ayırma esasına dayanır. Bu şekildeki ayırmaya katyonların sistematik nitel analizi denir.

Analiz yöntemine geçmeden çöktürme ve çözünürlük hakkındaki kuramsal bilgilere göz atmak kavrama açısından yararlı olacaktır.

Çökeltme: Bileşiklerin çözelti ortamında çökmesi çözünürlük çarpımı $K_{çç}$ değeri ile ilgilidir. Her bileşiğin çözünürlük çarpımı değeri ve çökeltme şartları farklıdır. İyonik bir bileşiğin doymuş sulu çözeltisi hazırlandığı zaman aşağıdaki örnek tepkimede görüldüğü gibi denge kurulur:



Burada K denge sabiti aşağıdaki gibidir

$$K = \frac{[\text{Pb}^{2+}][\text{Cl}^-]^2}{[\text{PbCl}_2]}$$

Denge ifadesinde katı derişimi kullanılmaz ve $K_{çç} = \text{iyonlar derişimi çarpımı}$ olur. İyonların önündeki katsayılar derişimlere üs olarak yazılır.

$$K_{çç} = [\text{Pb}^{2+}][\text{Cl}^-]^2$$

Her bileşik için bu değer belirlenmiştir ve tablolar halinde bulunabilir. Bir tür bileşikte çözeltideki katyon ve anyon derişimleri çarpımı bilinen $K_{çç}$ değerinden büyükse o bileşik ortamda çöker.

$$[\text{Pb}^{2+}][\text{Cl}^-]^2 > K_{çç} \quad \text{çökeltme şartıdır}$$

Ortama ortak iyon katılırsa; örneğin burada Cl^- eklenirse PbCl_2 nin çözünürlüğü azalır. Bunun nedeni Cl^- derişiminin artarak iyonlar çarpımının değerini büyütmesidir. Yani; tepkime geriye dönebilir. olduğundan denge, PbCl_2 katı tuzunun bulunduğu yöne kayar. Bazı hallerde ortamdaki H^+ derişimi çökmede etkili olur. Katyonların sistematik analizi bu özelliklere göre düzenlenmiştir.

Çözünürlük; bir tuzun doymuş çözeltisindeki bileşik derişimidir.

Çözünürlüğün sınırı, çözeltide bileşiğin doymuş halidir. Örnek bileşikte çözünürlük şöyledir:



Yukarıdaki tepkime dengesinde x çözünmüş maddenin molaritesini gösterir. PbCl_2 oluşturmak için 1 mol Pb^{2+} 2 mol Cl^- iyonuna gereksinim vardır. Yani iyonlar çarpımı:

$$K_{\text{çf}}=(x).(2x)^2 \text{ olur.}$$

x değeri aynı zamanda litrede mol cinsinden çözünen madde miktarını verir. Buna maddenin çözünürlüğü denir. Çözünürlük kimi zaman gram/100mL olarak da verilir.

Sistematik analizde klorür, sülfür, hidroksit, karbonat veya fosfat tuzları haline getirilen katyonlar bu yöntemle 4 'ü çöktürücülerle ayrılan bir tanesi çözünmüş halde ortamda kalan 5 ana gruba ayrılır. Bunlar aşağıda topluca verilmiştir.

Grup	Çöktürme yöntemi	Katyonların formülü	Oluşan çökeleklerin formülü
1	0.1M HCl ile klorürleri çöker	Ag ⁺ Pb ²⁺ Hg ₂ ²⁺ Tl ⁺	AgCl (beyaz) PbCl ₂ (beyaz) Hg ₂ Cl ₂ (beyaz) TlCl (beyaz)
2	0.3M HCl li ortamda H ₂ S ile sülfürleri halinde çöker	Hg ²⁺ Cu ²⁺ Bi ³⁺ Pb ²⁺ Cd ⁴⁺ Amonyum polisülfürde çözünmeyenler	HgS (siyah) CuS (siyah) Bi ₂ S ₃ (kahve-siyah) PbS (siyah) CdS (sarı)
		As ³⁺ , As ⁵⁺ Sb ³⁺ , Sb ⁵⁺ Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺ Amonyum polisülfürde çözünenler	As ₂ S ₃ (sarı) As ₂ S ₅ (sarı) Sb ₂ S ₃ (turuncu-kırmızı) Sb ₂ S ₅ (turuncu) SnS (kahverengi) SnS ₂ (sarı)
3	NH ₄ Cl'li ortamda seyreltik NH ₃ ile hidroksitleri halinde çöker	Al ³⁺ Cr ³⁺ Fe ³⁺	Al(OH) (beyaz) Cr(OH) (yeşil) Fe(OH) ₃ (kahverengi)
	Bazik ortamda H ₂ S ile sülfürleri halinde çöker	Mn ²⁺ Ni ²⁺ Co ²⁺ Zn ²⁺	MnS (açık pembe) NiS (siyah) CoS (siyah) ZnS (beyaz)
4	NH ₃ ve NH ₄ Cl li ortamda (NH ₄)CO ₃ ile karbonatları halinde çöker.	Ba ²⁺ Sr ²⁺ Ca ²⁺ Mg ²⁺	BaCO ₃ (beyaz) Sr CO ₃ (beyaz) Ca CO ₃ (beyaz) MgCO ₃ (NH ₄) ₂ CO ₃ .4H ₂ O (beyaz)
	derişik NH ₃ li ortamda (NH ₄) ₂ PO ₄ çözeltisi ile fosfatları çöker	Ba ²⁺ Sr ²⁺ Ca ²⁺ Mg ²⁺	Ba ₃ (PO ₄) ₂ (beyaz) Sr ₃ (PO ₄) ₂ (beyaz) Ca ₃ (PO ₄) ₂ (beyaz) MgNH ₄ PO ₄ .6H ₂ O (beyaz)
5	Belirli çöktürücü yok	NH ₄ ⁺ , Na ⁺ , K ⁺	-----

Çizelge 1. Katyonların sistematik gruplandırma şeması

1 2. Katyonların Sistematk Nitel Analizleri

1.2.1. I.Grup Katyonların Nitel Analizi

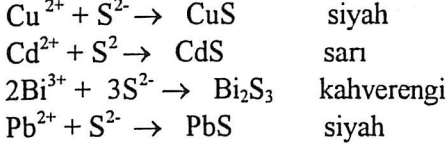
Bu grupta soğuk seyreltik HCl li ortamda çözünmeyen klorürleri halinde çöken Ag^+ , Hg_2^{2+} ve Pb^{2+} katyonları bulunur.

<p>İlk işlem Çözeltiden 1mL santrifüj tübüne alınır. Üzerine 3M HCl çözeltisinden 2-3 damla eklenir. İyice karıştırılır ve santrifüjlenir. Tübün dibinde beyaz katı çökelek toplanır. Çözelti başka bir tübe aktarılır. Çözeltiye 1 damla HCl eklenir. Çökelek oluşursa tekrar santrifüjlenir. Çökelekler birleştirilir, çözeltiler II. Ve V. grup katyonlarını içermektedir. ve o grupları analizi için bir tüpte toplanır.</p> <p>$Ag^+ + Cl^- \leftrightarrow AgCl_{(k)}$ beyaz $Pb^{2+} + 2Cl^- \leftrightarrow PbCl_{2(k)}$ beyaz $Hg_2^{2+} + Cl^- \leftrightarrow Hg_2Cl_{2(k)}$ beyaz</p> <p><u>AgCl</u>, <u>Hg₂Cl₂</u> ve <u>PbCl₂</u>, den oluşan çökelek üzerine 5mL kadar saf su konur. Sıcak su banyosunda 4-5 dakika ısıtılıp hemen santrifüjlenir. Sıcakta PbCl₂ nin çözünürlüğü çok olduğundan çözeltiye geçer. Çökelek ve çözelti hemen birbirinden ayrılmalıdır.</p> <p style="text-align: center;">↙ ↘</p>	
<p>ÇÖKELEK: <u>AgCl</u>, <u>Hg₂Cl₂</u>, vardır. Pb^{2+} nun iyice uzaklaşması için çökelek sıcak su ile birkaç defa yıkanır. Çökeleğe 0.5 mL 3 M NH_3 eklenir. İyice karıştırılır. Santrifüjlenir.</p> <p>$Hg_2Cl_{2(k)} + 2NH_3 \leftrightarrow Hg_{(s)} + HgNH_2Cl_{(k)} + NH_4^+ + Cl^-$ siyah beyaz</p> <p>$Ag^+ + 2NH_3 \rightarrow Ag(NH_3)_2^+$</p> <p style="text-align: center;">↙ ↘</p>	<p>ÇÖZELTİ: çözelti <u>PbCl₂</u> varsa çözelti soğuyunca beyaz kristal halinde <u>PbCl₂</u> çöker. Çökelek üzerine bir kaç damla derişik sülfirik asit konur. Pb^{2+} varsa beyaz renkli <u>PbSO₄</u> çöker.</p>
<p>ÇÖKELEK: Siyah çökelek <u>Hg</u> varlığını gösterir.</p>	<p>ÇÖZELTİ: <u>Ag(NH₃)₂⁺</u> olabilir. Bir damla <u>KI</u> konur. Santrifüjlenir. Sarı çökelek <u>Ag</u> olduğunu gösterir.</p> <p>$AgNO_3 + KI \rightarrow AgI + KNO_3$ sarı</p>

Tablo 1. I.Grup Katyonlarının analiz şeması

1.2.2 II.Grup Katyonların Nitel Analizi

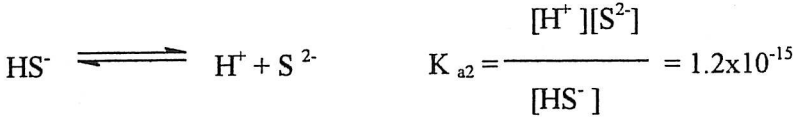
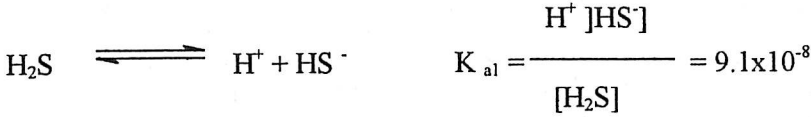
Bu grupta bulunan katyonlar, 0.3 N HCl li ortamda H₂S ile çözünmeyen renkli sülfürler halinde çökerek ayrılırlar.



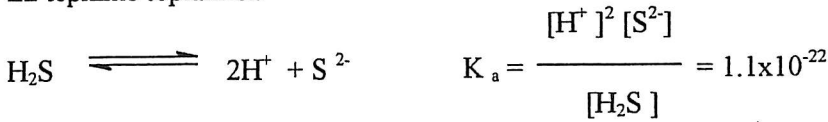
Ağır metallerin çoğu sülfürleri halinde çökertilir Bu yüzden II.grup katyonlarla birlikte bazen III. Grup katyonlarının çökmemesi için S²⁻ derişiminin dikkatle ayarlanması gerekir. Aşağıda verilen tablodaki çözünürlük çarpımlarından yararlanarak çöktürmenin şartları ayarlanmıştır.

II A GRUBU		II B GRUBU		III GRUP	
Sülfür	K _ç	Sülfür	K _ç	Sülfür	K _ç
HgS	3.0x10 ⁻⁵³	As ₂ S ₃	4.4x10 ⁻²⁷	ZnS	1.2x10 ⁻²³
CuS	8.5x10 ⁻⁴⁵	Sb ₂ S ₃	1.0x10 ⁻³⁰	CoS	7.0x10 ⁻²³
Bi ₂ S ₃	1.6x10 ⁻⁷²	SnS	1.8x10 ⁻²⁸	NiS	1.4x10 ⁻²⁴
PbS	3.4x10 ⁻²⁸			FeS	3.7x10 ⁻¹⁹
CdS	3.6x10 ⁻²⁹			MnS	1.4x10 ⁻¹⁵

tablodaki bazı III.grup sülfürlerinin çözünürlük çarpımları II.grup sülfürlerinkine yakın değerlerdedir. S²⁻ derişimi kuramsal olarak H₂S (hidrojen sülfür) gazının sudaki ayrışma dengesinden hesaplanır. H₂S zayıf bir asit olup iki basamaklı ayrışma tepkimesi vermektedir.



İki tepkime toplanırsa



$$K_a = K_{a1} \times K_{a2} \text{ elde edilir.}$$

H₂S ün doygun sulu çözeltisindeki derişimi 0.1 M dir. Bu değer yerine konulursa çöktürmede gereken S²⁻ anyon derişimi aşağıdaki eşitlikten ortamın asitliğine bağlı olarak hesaplanabilir

$$[\text{S}^{2-}] = \frac{1.1 \times 10^{-22} \times 0.1}{[\text{H}^+]^2}$$

Bu eşitlikten; çözeltinin H^+ derişimi 0.3 mol/L ye ayarlandığında, S^{2-} derişimi 1.2×10^{-23} olarak hesaplanır. Bu deęer sadece II.grup katyonlarını çöktürecek büyüklüktedir. III.grup katyonları çözeltide kalır. Analizde verilen örnek çözeltiler oldukça seyreltiktir ve katyon derişimleri yaklaşık 0.01 M veya daha azdır. Buna göre örnek bir sülfürün çökebilmesi için $K_{\text{çf}}$ deęeri yaklaşık

$$[M^{2+}][S^{2-}] = K_{\text{çf(MS)}}$$

$$0.1 \times 1.2 \times 10^{-22} = 1.2 \times 10^{-24}$$

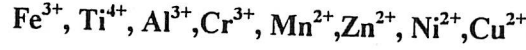
deęerinden daha küçük olmalıdır.

<p>İlk işlem: 1. gruptan ayrılan ve bir tübe konan çözeltiye 5 damla tiyoasetamid çözeltisi eklenerek su banyosunda 5 dakika ısıtılır. 0.5 mL saf su ve fazladan 2-3 damla tiyoasetamid çözeltisi eklenir. 5 dakika daha ısıtılır. Santrifüjlenir. Çözelti ve çökelek ayrılır.</p> <p>$Cu^{2+} + S^{1-} \rightarrow CuS$ $Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow CdS$ $Bi^{3+} + S^{2-} \rightarrow Bi_2S_3$ $Hg^{2+} + S^{2-} \rightarrow HgS$ $Pb^{2+} + S^{2-} \rightarrow PbS$</p>		
<p>ÇÖKELEK: $CuS, HgS, CdS, PbS, Bi_2S_3$ olabilir. II A grubu 10 damla damıtık su ile yıkanır. Yıkama suyu atılır. Çökelek üzerine 10 damla $3M HNO_3$ eklenir. Su banyosunda 3 dakika karıştırarak ısıtıldıktan sonra santrifüjlenir. Aynı işlemi tekrarlanır. Çözeltiler birleştirilerek başka tübe alınır. Çözelti üzerine çıkan serbest kükürt cam çubuk yardımıyla alınır.</p>		<p>ÇÖZELTİ: III-V. grup katyonları analizi için ayrı bir tübe alınıp muhafaza edilir.</p>
<p>ÇÖKELEK: HgS veya $Hg(NO_3)_2 \cdot 2HgS$ olabilir. 3 damla der. HNO_3 ile 9 damla der. HCl (kral suyu) eklenir 10 damla saf su ilave edilir. Su banyosunda 2-3 dakika çökelek çözünene dek kaynatılır. Soğutulur. Sonra 2-3 damla $SnCl_2$ çözeltisi eklenir. Beyaz (Hg_2Cl_2) yada gri (Hg ve Hg_2Cl_2) çökelek Hg^{2+} nin varlığını gösterir</p> <p>$SnCl_2 + 2Hg(NO_3)_2 \rightarrow Sn(NO_3)_4 + Hg_2Cl_2$ beyaz</p> <p>$Hg_2Cl_2 + SnCl_2 \rightarrow 2Hg + SnCl_2$ gri-siyah</p>	<p>ÇÖZELTİ: Çözeltinin rengi açık mavi ise Cu^{2+} bulunduğuna işaret eder. Çözeltiye bazik oluncaya kadar NH_3 ilâve edilir. Renk NH_3 ilâvesinde koyulaşıyorsa bundan emin olunabilir $Bi(OH)_3$ ve $Pb(OH)_2$ çöker. Santrifüjlenir. Çözelti ve çökelek ayrılır</p>	
<p>ÇÖKELEK: Çökeleğe seyreltik (0.3 M) $NaOH$ eklenir $Bi(OH)_3$ çözünmez $Pb(OH)_2$ çözünür. Çökelek üzerine 10-12 damla yeni hazırlanmış potasyum stannit çözeltisi eklenir. Ani siyahlaşma Bi^{3+} nin varlığını gösterir.</p> <p>$2Bi(OH)_3 + 3SnO_2^{2-} \rightarrow 2Bi + 3SnO_3^{2-} + 3H_2O$ siyah</p> <p>çözelti kısmına H_2SO_4 ilâve edilip ısıtılırsa $PbSO_4$ çöker. Beyaz çökelek Pb^{2+} iyonunun varlığını gösterir</p> <p>$Pb^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow PbSO_4$ beyaz</p>	<p>Çözelti rengi mavi ise Cu^{2+} iyonu var demektir. 1 damla çözeltiye 1 damla <i>asetik asit</i> ve 1 damla 0.05 M $K_4Fe(CN)_6$ eklenir. Kırmızı çökelek Cu^{2+} yi gösterir</p> <p>$2Cu^{2+} + [Fe(CN)_6]^{4-} \rightarrow Cu_2Fe(CN)_6$ kırmızı-kahve</p> <p>Çözelti mavi ise $1M KCN$ çözeltisi renk kayboluncaya dek 1-2 damla fazlası eklenir. Cu^{2+} yoksa KCN eklemeye gerek yoktur. 2-3 damla <i>tiyoasetamid</i> çözeltisi eklenip su banyosunda 5 dakika ısıtılır. Oluşan sarı çökelek Cd^{2+} yi gösterir</p> <p>$Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow CdS$ sarı</p>	

Tablo2 . II.Grup Katyonlarının sistematik analiz şeması

1.2.3. III.Grup katyonlarının nitel analizi:

I ve II.grup katyonlarının çözünmeyen tuzlar verdikleri şartlarda çözünen tuzlar veren



gibi katyonlara III.grup katyonları denir. Bunlardan ilk dördü, amonyak- amonyum klorür tampon çözeltisinde hidroksitleri halinde, son dördü de bu çözeltiye amonyum sülfür veya tiyoasetamit ilavesinde sülfürleri halinde çökerler.

<p>II.grup katyon analizinde ilk çöktürmeyle ayrılan çözelti kaynatılır. 2-3 damla derişik nitrik asit eklenir. Bir süre su banyosunda ısıtılır (demiri yükseltgemek için). Soğutulan çözeltiye nötral olana dek <i>derişik amonyak</i> (NH_3) konur. 0.2-0.3g katı <i>amonyum klorür</i> (NH_4Cl) ve tekrar derişik amonyak ilave edilir. Su banyosunda karıştırarak 80°C de 3-4 dakika ısıtılır. Santrifüjlenir. Çökelek ve çözelti ayrılır.</p> $\text{Al}^{3+} + 3\text{NH}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Al}(\text{OH})_{3(\text{s})} + 3\text{NH}_4^+$ $\text{Fe}^{3+} + 3\text{NH}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_{3(\text{s})} + 3\text{NH}_4^+$ $\text{Cr}^{3+} + 3\text{NH}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Cr}(\text{OH})_{3(\text{s})} + 3\text{NH}_4^+$	
<p>ÇÖKELEK: çökeleğin üzerine 2 mL kadar 3M NaOH ve 1mL % 6 lık H_2O_2 konur. Karıştırılıp su banyosunda 5-10 dakika ısıtılır ve santrifüjlenir. Çökelek %1 lik <i>amonyum nitrat</i> çözeltisiyle yıkanır. Yükseltgen çözelti reaksiyonları:</p> $2\text{Cr}(\text{OH})_4^- + 3\text{O}_2^{2-} \rightleftharpoons 2\text{CrO}_4^{2-} + 4\text{OH}^- + 2\text{H}_2\text{O} \quad \text{çözelti}$	<p>ÇÖZELTİ: III B grubu bulunur</p>
<p>ÇÖKELEK: TiO_2, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ çökelek seyreltik <i>hidroklorik asit</i> (HCl) te ısıtılarak çözülür. Çözelti iki kısma ayrılır. Birinci kısmın üzerine 3-4 damla 0.1 M <i>amonyum tiyosiyanat</i> konur. Kırmızı renk Fe^{3+} ü gösterir. $\text{Fe}^{3+} + \text{SCN}^- \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_2^-$ kırmızı</p> <p>İkinci kısım çözeltiye demir varsa 2-3 damla derişik fosforik asit, onun üzerine de % 3 lük 2-3 damla H_2O_2 konur. Turuncu renk meydana gelmesi ve <i>amonyum florür</i> ilavesinde kaybolması Ti^{4+} olduğunu gösterir.</p>	<p>ÇÖZELTİ: CrO_4^{2-}, AlO_2^- çözelti 1M nitrik asit ile asitlendirilir. Üzerine 2-3 damla % 15'lik <i>kurşun asetat</i> ve onun üzerine de 0.1 g kadar katı amonyum asetat konur. Meydana gelen çökelek santrifüjlenerek ayrılır.</p> $\text{Pb}^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{PbCrO}_{4(\text{s})}$ <p style="text-align: center;">sarı</p>
<p>ÇÖKELEK: Sarı çökelek Cr^{3+} katyonun varlığını gösterir. 3M nitrik asitte çözülür, 2-3 damla <i>amil alkol</i> 2-3 damla da % 3 lük H_2O_2 konur ve çalkalanır. Amilalkol fazının maviye boyanması Cr^{3+} ün varlığını gösterir</p>	<p>ÇÖZELTİ: Çöztiden H_2S geçirilip PbS çöktürülür. çözelti ayrı tübe alınıp ısıtılır. Çözeltiye damla damla 0.1 M amonyak ilave edilir. Beyaz çökelek Al^{3+} katyonunu gösterir. Süzgeç kâğıdına konan çökelek üzerine 1-2 damla 0.1 M $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ konarak karıştırılır. Yavaşça ısıtılan süzgeç kâğıdında görünen mavi renk Al^{3+} olduğunu kanıtlar. (<i>thenard mavisi deneyi</i>).</p> $2\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \rightarrow \text{Co}(\text{AlO}_2)_2 + 4\text{NO}_2 + \text{O}_2$

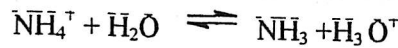
Tablo 3. III.grup katyonların sistematik analiz şeması

1.2.4. IV. Grup Katyonların Nitel Analizi

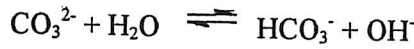
IV üncü grup katyonları Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarından oluşur, Bunlar aynı zamanda toprak alkali metal katyonlarıdır Bu katyonlar $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ lü çözeltide yani bazik ortamda amonyum karbonatla az çözünen karbonatları veya çifte karbonatları halinde çökerler.

Bu katyonları, karbonatları halinde çöktürme işi sadece CO_3^{2-} iyonları kullanılarak yapılırsa ortamın bazlığı artar ve Mg^{2+} iyonlarının $\text{Mg}(\text{OH})_2$ halinde çökmesine neden olur. Çözeltiye NH_4^+ iyonları ilâve edilir. Bu yolla bazlığın artmasına engel olunarak uygun çökme pH aralığı elde edilir.

Tuz iyonlarının su ile verdikleri tepkimelere hidroliz tepkimeleri denir. Kuvvetli bir asit ile zayıf bir bazdan oluşan asit katyonlu bir tuzun hidrolizinde H_3O^+ (hidroksonyum) iyonu ile bu tuzu oluşturan zayıf baz meydana gelir.



Kuvvetli bir baz ile zayıf asitten oluşan baz anyonlu bir tuzun hidrolizinden ise OH^- iyonu ile bu tuzu oluşturan zayıf asit meydana gelir



Verilen CO_3^{2-} ve NH_4^+ iyonlarının hidroliz dengeleri çözelti pH ını etkiler. Yukardaki dengelerden görüldüğü gibi CO_3^{2-} iyonlarının varlığı pH değerini arttıracak (daha bazik çözelti); NH_4^+ iyonlarının varlığı azaltacaktır (daha asidik çözelti). Böylece IV. Grup katyonlarının çökebileceği uygun pH aralığına ulaşılır. Çözeltinin pH değeri ~ 9 civarındadır. Bu ortamda $\text{Mg}(\text{OH})_2$ çökmez

IV üncü grup katyonları periyodik cetvelde aynı grupta yer aldığı için, özellikleri birbirine benzer. Bunlardan Ca^{2+} , Sr^{2+} ve Ba^{2+} nin değişik anyonlarla meydana getirdikleri tuzların çözünürlük çarpımları birbirine yakın olduğundan bu katyonları ayrılmasında ve tanınmasında tek başına yeterli olmaz. Bundan dolayı sıcakta uçucu olan klorür tuzları haline getirilir ve aleve verdikleri özgün renklerle tanınırlar. Ca^{2+} ve Sr^{2+} nin aleve verdikleri renkler çok benzer olduğundan bu iyonların bilinen çözeltileri ile önceden denenerek renk tonunun farkedilmesi sağlanabilir. Kullanılan en yaygın yöntem baryumu, kromatı; stronsiyumu, sülfatı ve kalsiyumu , oksalatı halinde ayrı ayrı çöktürmek ve daha sonra çökelekleri çözerek alev deneyini uygulamaktır.

Alev deneyi, ısı enerjisiyle uyarılan atomlarda elektronların uyrılmış halden temel hale dönerken ışımaya yapmaları kuralına dayanır. Yayınlanan bu ışımam enerjisi veya dalga boyu elektromagnetik spektrumda görünür bölgeye düşüyorsa, bu elementlerin alev deneyi yapılabilir. Bazı katyonların alev renkleri aşağıdaki listede verilmiştir.

Element	alevin rengi	Dalga boyu Å
Ca	Tuğla kırmızısı	6182-6203
Ba	Parlak yeşil	5536, 5347, 5243, 5137
Sr	Koyu kırmızı	6744, 6628
Na	parlak sarı	5890, 5896
K	soluk menekşe	7665, 7699

katyonların sistematik analiz şeması aşağıda verilmiştir.

<p>IV ve V. grup katyonlarını içeren çözelti artık beyaz dumanlar çıkmayınca kadar buharlaştırılır. Amonyum tuzlarının uzaklaştırılması için kalıntıya su ve 6M HCl konup ısıtılır. 6M NH₃ ile bazik yapılır. 2 mL etilalkol ve 3 M amonyum karbonat eklenerek, çökmenin tamamlanması için beklenir.</p> $\text{Ba}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{BaCO}_3(\text{k})$ $\text{Sr}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{SrCO}_3(\text{k})$ $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{CaCO}_3(\text{k})$ $\text{Mg}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} + 2\text{NH}_4^+ + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{MgCO}_3(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}(\text{k})$ <p>Çökelek santrifüjlenerek ayrılır.</p>		
<p>ÇÖKELEK: 1-2 mL CH₃COOH (asetik asit) ile asidik çözelti yapılır. 1 mL 3 M NH₄CH₃COO (amonyum asetat) çözeltisi ve onu takiben çözeltinin rengi sarı oluncaya kadar Na₂CrO₄ çözeltisi ilave edilir. Meydana gelen sarı çökelek santrifüjlenerek ayrılır.</p> $\text{Ba}^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightleftharpoons \text{BaCrO}_4(\text{k})$ <p style="text-align: center;">sarı</p>		<p>V. grup katyonları için saklanır.</p>
<p>ÇÖKELEK: Üzerine Derişik HCl konarak çözülür. Platin tel bu çözeltiye daldırıldıktan sonra bek alevine tutulur parlak yeşil renk Ba²⁺ nin varlığını gösterir.</p>	<p>ÇÖZELTİ: Çözeltiye önce 0.3 g katı NH₄Cl, bazik oluncaya kadar 6 M NH₃ ve sonra 3 M NH₄CO₃ ilâve edilir. Çökelek santrifüjlenerek ayrılır.</p> $\text{Sr}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{SrCO}_3(\text{k})$ $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{CaCO}_3(\text{k})$	
	<p>ÇÖKELEK: Yarıyarıya sulandırılmış asetik asitte (CH₃COOH) çözülür. 1M (NH₄)₂SO₄ ile çöktürme yapılır. Çökelek ayrılır.</p> $\text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightleftharpoons \text{SrSO}_4(\text{k})$	<p>ÇÖZELTİ: Mg²⁺ içeren çözelti CH₃COOH ile asitlendirilir. Etil alkol ve bazik oluncaya kadar 6 M NH₃ ilâve edilir. Damla damla 0.1M Na₂HPO₄ eklenir. Altıgen yapraklar halinde kristal şeklinde çökelek Mg²⁺ olduğunu gösterir.</p>
	<p>ÇÖKELEK: Derişik HCl de çözülür. Platin telle alev deneyi yapılır. Koyu kırmızı renk Sr²⁺ varlığını gösterir.</p>	<p>ÇÖZELTİ: 0.3M (NH₄)₂C₂O₄ ilâve edilip 60-70°C ye ısıtılır. Beyaz çökelek ayrılır.</p> $\text{Ca}^{2+} + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightleftharpoons \text{CaC}_2\text{O}_4$ <p>çökelek Der.HCl de çözülür. Platin telle alev deneyi yapılır. Tuğla kırmızısı renk Ca²⁺ olduğunu gösterir.</p>

Tablo 4.. IV. Grup katyonlarının sistematik analiz şeması

1.2.5. V.Grup Katyonlarının Nitel analizi

Bu grupta, Na⁺, K⁺ ve NH₄⁺ bulunur. İlk dört grup katyonlarının çöktüğü ortamlarda çökmezler ve ortak çöktürücüler yoktur. Sodyum ve potasyumun özellikle klorürleri uçucu olduğundan alev deneyi ile tanınmaları mümkündür. Na⁺ alev sarı renk, K⁺ ise soluk viyole (açık menekşe) renk verir

NH₄⁺ katyonu, grupların analizi yapılmadan önce orijinal örnek üzerinde aranmalıdır. Sodyum ve potasyum iyonları aynı çözeltide bulunduğu anda, sodyum; çinko uranil asetat ile, potasyum; kobalt III sodyum hekzanitrit ile çöktürülebilir

<p>IV.grup katyonların analizinden ayrılan çözelti 1-2 mL kalıncaya kadar buharlaştırılır.</p> <p>SODYUM:</p> <p>a) Bir saat camına alınan 1-2 damla çözelti üzerine 1-2 damla derişik hidroklorik asit konup alev deneyi yapılır. Devamlı sarı renk Na⁺ olduğunu gösterir.</p> <p>b) 0.5 mL nümune üzerine 0.5 mL etil alkol ilave edilir. Bir çökelek meydana gelirse çözelti ayrılıp üzerine 8-10 damla 0.25 M çinko uranil asetat ilâve edilir. 10 dakika kadar karıştırılır. Sarı bir çökeleğin meydana gelmesi Na⁺ bulunduğunu gösterir.</p> $\text{Na}^+ + \text{Zn}^{2+} + 3\text{UO}_2^{2+} + 9\text{CH}_3\text{COO}^- \rightleftharpoons \underset{\text{sarı}}{\text{NaZn(UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9} \text{(k)}$
<p>POTASYUM:</p> <p>a) Çözeltiden 1-2 damla alınıp üzerine 1-2 damla derişik HCl konur ve alev deneyi yapılır. Alev kobalt camıyla bakıldığında menekşe renk gözlenirse K⁺ var demektir.</p> <p>b) 2-3 damla çözeltiye 3-4 damla 0.1 M sodyum tetrafenil bor veya 3-4 damla 0.2M kobalt III sodyum hekzanitrit konur. Birinciyle beyaz, ikinciyile sarı bir çökelek meydana gelir. se K⁺ iyonunun varlığını gösterir.</p> $\text{K}^+ + \text{Na[B(C}_6\text{H}_5)_4] \rightleftharpoons \text{Na[B(C}_6\text{H}_5)_4] \text{(k)}$ $2\text{K}^+ + \text{Na}^+ + \text{Co(NO}_2)_2 \rightleftharpoons \text{NaK}_2\text{Co(NO}_2)_6 \text{(k)}$
<p>AMONYUM:</p> <p>Nümune ilk alındığında birkaç damla veya bir spatül ucu kadar katı madde üzerine 3M NaOH (sodyum hidroksit) ilâve edilip ısıtılır. Meydana gelen gazın amonyak kokusu ile veya üzerine tutulan turnusol kağıdını maviye çevirmesiyle NH₄⁺ iyonunun varlığı anlaşılır. Ayrıca bu gaz HCl ile duman meydana getirir. Gaz 0.1 M HCl te çözümlüp sodyum tetrafenil bor ilave edilirse beyaz bir çökelek oluşur.</p> $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{NH}_3 \text{(g)} + \text{H}_2\text{O}$ $\text{NH}_4^+ + \text{Na[B(C}_6\text{H}_5)_4] \rightleftharpoons \text{NH}_4 \text{[B(C}_6\text{H}_5)_4] \text{(k)}$ <p>Alev deneyleri bazen birbirine benzer renk verdiklerinde yanıltıcı olabilir. Bu yüzden kimyasal tepkimelerle de kanıtlama yoluna gidilir.</p>

Tablo V. grup katyonların nitel analiz şeması.

2. DENEL KISIM

2.1 Katyonların Gruplara Ayrılması

I.-V. grup katyonları içeren çözelti santrifüj tüpüne alınır. Üzerine 3M HCl konur oluşan çökelek santrifüjlenerek ayrılır. Çözeltide işlem tekrarlanır. Çökelek ve çözeltiler ayrılır

Çökelek : I.grup katyon klorürleri; AgCl, PbCl₂, Hg₂Cl₂

Çözelti: II.-V. grup katyonlarını içerir. Çözeltide HCl vardır.Asitli çözeltiliye 5 damla tiyoasetamid çözeltisi konarak 5 dakika ısıtılır.0.5 mL saf su ve fazladan tiyoasetamid çözeltisi eklenir.5 dakika daha ısıtılır.Santrifüjlenir. Çökelek ve çözelti ayrılır.

Çökelek : II. Grup katyon sülfürleri;HgS,CdS, CuS, PbS, BiS

Çözelti : II.-V. grup katyonlarını içerir.Çözelti kaynatılır.2-3 damla 5M HNO₃ ilâve edilir.5-10 dakika su banyosunda ısıtılır. Nötral oluncaya kadar derişik amonyak eklenir. 0.2-0.3 g katı amonyum klorür, ardından tekrar amonyak konur. Su banyosunda karıştırılarak 80° de ısıtılır. Santrifüjlenir. Çökelek ve çözelti ayrılır.

Çökelek: III. grup katyonlarının hidroksitleri çöker. Al(OH)₃,Tl(OH)₄, Fe(OH)₃,Cr(OH)₃

Çözelti: IV.-V. grup katyonları içerir. Eğer varsa III B grubu katyonları bulunabilir. Bunlar, çözeltiliye H₂S li su veya tiyoasetamid konarak ayrıca çöktürölüp ayrılmalıdır.(bu deneyde III B grubu kullanılmayacaktır.) IV ve V. grup katyonları içeren çözelti buharlaştırılır.Kalıntıya saf su ve 6 M HCl konup ısıtılır.6 M NH₃ ile bazik yapılır.2 mL etilalkol ve 3 M amonyum karbonat ilâve edilir.Çökmenin tamamlanması için beklenir. Çökelek ve çözelti ayrılır.

Çökelek:: IV. Grup katyonlarının karbonat tuzları çöker. Ba(CO₃)₂, Sr(CO₂)₂, Ca(CO₃)₂, Mg(CO₃)₂

Çözelti : V. grup katyonları çözeltilde kalır. Belli bir.çöktürücülerini yoktur. Aynı aynı bileşikler halinde çöktürölerek tanınabilirler.

2.2 I.grup katyonların aranması:

Bilinen örnek çözelti

1 aşama: Verilen nümune çözeltisine 3M HCl çökme tamamlanuncaya kadar eklenir. Çökelek ve çözelti ayrılır.

2. aşama: Beyaz çökelek üzerine 5mL saf su konur. Kaynar su banyosunda 5 dakika ısıtılır. Çökelek ve çözelti hemen ayrılır. $PbCl_2$ sıcak suda çözünüp çözeltiye geçer. Çökelek tüpte bekletilir, çözelti soğutulursa çöken $PbCl_2$ kurşun olduğunu gösterir. Sulu kısım atılır. Çökeleğe der H_2SO_4 konup ısıtılır. Kurşun varsa $PbSO_4$ çöker.

3. aşama: 2. Aşamada elde edilen ilk çökelek sıcak su ile yıkanır. Üzerine Der. NH_3 çözeltisi konarak iyice karıştırılır. Meydana gelen gri siyah çökelek Hg^{2+} yı gösterir. Çözeltide Ag^+ kalır. Buna 1 damla KI konur. oluşan sarı çökelek Ag^+ olduğunu gösterir.

Bilinmeyen nümune çözeltisinde işlemler tekrarlanır ve sonuçlar aşağıdaki gibi çizelge hazırlanarak değerlendirilir.

<i>Madde</i>	<i>Reaktif ve işlem</i>	<i>Gözlem</i>	<i>Sonuç</i>
Bilinen örnekte			
1. aşama :	3 M HCl	Beyaz çökelek	I.grup katyonlar
2. aşama 1. çökelek	sıcak su, ısıtma	kısmen çözünme	Pb^{2+} olabilir
2. çözelti	soğuyunca çöker, H_2SO_4 , ısı	beyaz çökelek	Pb^{2+} var
3. aşama 2. çökelek	3 M NH_3	siyahlaşma, çökelek	Hg_2^{2+}
çözelti	1 damla KI	sarı çökelek	Ag^+
Bilinmeyen örnekte			
1. aşama :			
2. aşama 1 çökelek			
2. çözelti			
3. aşama 2. çökelek			
çözelti			

2.3 II.grup katyonlarının Aranması:

Bilinen örnek:

II.grup katyonları içeren çözelti 0.3 molar asitli olacak şekilde HCl konur. Asitli çözeltiye 5 damla tiyoasetamit çözeltisi ilâve edilerek su banyosunda 5 dakika ısıtılır. II grup katyonlar sülfürleri halinde çöktürülür

Çökelek üzerine 10 damla 3 M HNO₃ eklenir. Su banyosunda 5 dakika ısıtılır. Çözelti ve çökelek ayrılır.

Çökelek 10 damla saf su (3 damla HNO₃, 9 damla HCl) ilâve edilerek çözünme sağlanır. Bu çözeltiye SnCl₂ çözeltisi eklenir. Hg ve Hg₂Cl₂ oluşumu nedeniyle beyaz veya gri çökeleğin gözlenmesi Hg²⁺ iyonunun varlığını gösterir.

Çözelti a)Çözelti açık mavi renkli ise Cu²⁺ olma olasılığı vardır. Bazik çözelti oluncaya kadar NH₃ konur. Renk koyu mavi olursa bakır iyonu var demektir. Varsa Bi(OH)₃ ve Pb(OH)₂ çöker. Çökelek ve çözelti ayrılır. .

b)Çökelek üzerine 5 mg NaOH konursa Pb(OH)₂ çözünür. Çözelti ayrılır. Çökeleğe 10-12 damla potasyum stannit çözeltisi konur. Ani siyahlaşma Bi³⁺ iyonunun varlığını gösterir.

c)Çözelti üzerine, önceki adımlarda mavi renk gözlenmişse, 1 damla asetik asit ve 1 damla 0.5 M K₄Fe(CN)₆ eklenir. Kırmızı çökelek Cu²⁺ iyonunun varlığını kanıtlar. Çözelti kısmına H₂S li su veya tiyoasetamit ilâve edilip ısıtıldığı zaman açık sarı çökelek oluşumu Cd²⁺ iyonunun varlığını gösterir.

Bilinmeyen örnekte işlemler tekrarlanır. Sonuçlar aşağıdaki çizelgede değerlendirilir.

<i>Madde</i>	<i>Reaktif</i>	<i>gözlem</i>	<i>Sonuç</i>
Bilinen örnek	0.3 M HCl Tiyoasetamit 3 M HNO ₃	Sülfürler çöker Hg S çöker	
HgS çökelek varsa	HNO ₃ :HCl (1:3 oranında) SnCl ₂	çözünme gri çökelek	Hg ²⁺
Çözelti a)	5 M NH ₃	koyu mavi renk beyaz çökelek	Cu ²⁺
b) beyaz çökelek	5 M NaOH K ₂ SnO ₂ (potasyum stannit) H ₂ SO ₄	beyaz çökelek Ani siyahlaşma beyaz çökelek	Bi ³⁺ Pb ²⁺
c)çözelti	CH ₃ COOH K ₄ Fe(CN) ₆ H ₂ S veya tiyoasetamit	kırmızı çökelek sarı çökelek	Cu ²⁺ Cd ²⁺
Bilinmeyen örnek	0.3 M HCl Tiyoasetamit 3 M HNO ₃		
HgS çökelek varsa	HNO ₃ :HCl (1:3 oranında) SnCl ₂		
Çözelti a)	5 M NH ₃		
b) beyaz çökelek	5 M NaOH K ₂ SnO ₂ (potasyum stannit) H ₂ SO ₄		
c)çözelti	CH ₃ COOH K ₄ Fe(CN) ₆ H ₂ S veya tiyoasetamit		

2.4 III. Grup Katyonlarının Aranması

Bilinen örnek

verilen çözeltiliye 2 mL 3 M NaOH ve 1 mL %6 lık H₂O₂ konur. Su banyosunda 5-10 dakika ısıtılır. Santrifüjlenir Çökelek ve çözelti ayrılır.

Çözelti Bu çözelti üzerine 2-3 damla 1M HNO₃, 2-3 damla %15 lik kurşun asetat ve 0.5g katı amonyum asetat konur Böylece çözelti pH ı 5-6 civarında tutulur. Sarı çökelek Cr³⁺ iyonunun varlığını gösterir.

Çökelek 0.3 M HCl de ısıtılarak çözülür.çözelti iki ayrı tübe konur
1.tüp: 3-4 damla 0.1 M amonyum tiyosiyanat konur.Kırmızı renk Fe²⁺ iyonunu gösterir.
2.tüp: çözeltilde demir varsa 2-3 damla 5 M fosforik asit , onun üzerine %3 lük H₂O₂ konur Turuncu renk Ti⁴⁺ iyonunu gösterir.

Bilinmeyen örnek üzerinde aynı işlemler yapılır sonuçlar aşağıdaki çizelgede değerlendirilir.

Madde	Reaktif	gözlem	Sonuç
Bilinen örnek			
verilen çözelti	3 M NaOH %6 lık H ₂ O ₂ çözelti ve çökelek ayrılır	sarı renkli çözelti ve çökelek	Cr ³⁺ → Cr ⁶⁺ (sarı) yükseltgenme
çözelti	1 M HNO ₃ %15 lik Pb(CH ₃ COO) ₂	sarı çökelek	Cr ³⁺
çökelek	0.3 M HCl 1.tüp 0.1 M amonyum tiyosiyanat 2.tüp H ₃ PO ₄ , %3 lük H ₂ O ₂	çözelti kırmızı renk turuncu renk	Fe ³⁺ Ti ⁴⁺
Bilinmeyen örnek			
verilen çözelti	3 M NaOH %6 lık H ₂ O ₂ çözelti ve çökelek ayrılır		
Çözelti	1 M HNO ₃ %15 lik Pb(CH ₃ COO) ₂		
çökelek	0.3 M HCl 1.tüp 0.1 M amonyum tiyosiyanat 2.tüp H ₃ PO ₄ , %3 lük H ₂ O ₂		

2.5 IV.Grup Katyonların Aranması

Bilinen örnek

3-4 damla CH_3COOH ile asitlendirilir 1ml 3 M $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ ilâve edilir. Çözeltinin rengi sarı oluncaya kadar Na_2CrO_4 konur.Meydana gelen sarı çökelek ayrılır.

Çökelek 1	Derişik HCl konarak çözülür. Alev deneyi yapılır.Yeşil renk Ba^{2+} varlığını gösterir.
Çözelti 1	0.3g katı NH_4Cl , bazik oluncaya kadar 6 M NH_3 en son 0.3 M NH_4CO_3 ilâve edilir. Çökelek ve çözelti ayrılır. Çökelekte SrCO_3 ve CaCO_3 bulunur.
Çökelek 2	SrCO_3 ve CaCO_3 çökelek üzerine yarıyarıya sulandırılmış asetik asit ilâve edilir.1 M $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ile çöktürme yapılır. SrSO_4 çöker Çözelti ayrı tübe alınır.
SrSO_4 çökelek 3	SrSO_4 çökeleği üzerine Derişik HCl konarak çözülür. Alev deneyi yapılır. Koyu kırmızı renk Sr^{2+} iyonunun varlığını gösterir
çözelti 3	Çözeltiye 0.3 M $\text{NH}_4\text{C}_2\text{O}_4$ konarak kalsiyum oksalatı halinde çöktürülür.
CaC_2O_4 çökelek 4	Çökelek derişik HCl de çözülerek alev deneyi yapılır. Tuğla kırmızısı renk Ca^{2+} iyonunun varlığını gösterir.

İşlemler bilinmeyen örnek üzerinde tekrarlanır. Sonuçlar aşağıda verilen örnek tablodaki gibi değerlendirilir.

Madde	Reaktif	gözlem	Sonuç
Bilinen örnek	CH_3COOH $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ Na_2CrO_4	Sarı çökelek	BaCrO_4
çökelek 1	Der. HCl, alev deneyi	Yeşil renk	Ba^{2+}
çözelti 1	NH_4Cl NH_3 NH_4CO_3	SrCO_3 ve CaCO_3 ten oluşan çökelek	
çökelek 2	sulandırılmış CH_3COOH $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	SrSO_4 çökelek	
SrSO_4 çökelek 3	Der. HCl, alev deneyi	Koyu kırmızı renk	Sr^{2+}
Çözelti 3	$\text{NH}_4\text{C}_2\text{O}_4$	$\text{Ca C}_2\text{O}_4$	
$\text{Ca C}_2\text{O}_4$ çökelek 4	Der. HCl, alev deneyi	Tuğla kırmızısı renk	Ca^{2+}
Bilinen örnek	CH_3COOH $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ Na_2CrO_4		
çökelek 1	Der. HCl, alev deneyi		
çözelti 1	NH_4Cl NH_3 NH_4CO_3		
çökelek 2	sulandırılmış CH_3COOH $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		
SrSO_4 çökelek 3	Der. HCl, alev deneyi		
Çözelti 3	$\text{NH}_4\text{C}_2\text{O}_4$		
$\text{Ca C}_2\text{O}_4$ çökelek 4	Der. HCl, alev deneyi		

2.6. V.grup katyonların aranması

Bilinen Örnek

Verilen örnek çözelti 3 ayrı tübe konur

1.tüp 1-2 damla çözelti üzerine Derişik HCl konur Alev deneyi yapılır.Devamlı sarı renk Na^+ Katyonunun varlığını gösterir.

2. tüp 1-2 damla çözelti üzerine Derişik HCl konur. Alev deneyi yapılır. Soluk menekşe renk (viyole) K^+ iyonunun varlığını belirtir.

3. tüp çözelti üzerine 3 M NaOH konduktan sonra ısıtılır.Tüp üzerine kırmızı turnusol kâğıdı tutulduğunda renk maviye dönerse NH_4^+ katyonunun var olduğu anlaşılır. Tüp HCl çözeltisine yaklaştırıldığında beyaz duman gözlenmesi başka bir kanıttır.

Bilinmeyen örnek için işlemler tekrarlanarak teçizelge halinde düzenlenir. Bilinen örneklerle çalışma, tayinlerde gözlemlere aşına olunmasını sağlar.

Madde	Reaktif	Gözlem	Sonuç
Bilinen örnek	üç ayrı tübe konur		
1. tüp	Derişik HCL.Alev deneyi	Sürekli sarı renk	Na^+
2.tüp	Derişik HCl Alev deneyi	Soluk menekşe renk	K^+
3.tüp	NaOH	Kırmızı turnusolun mavi renge dönmesi	NH_4^+
Bilinmeyen örnek	üç ayrı tübe konur.		
1. tüp	Derişik HCL.Alev deneyi		
2.tüp	Derişik HCl Alev deneyi		
3.tüp	NaOH		