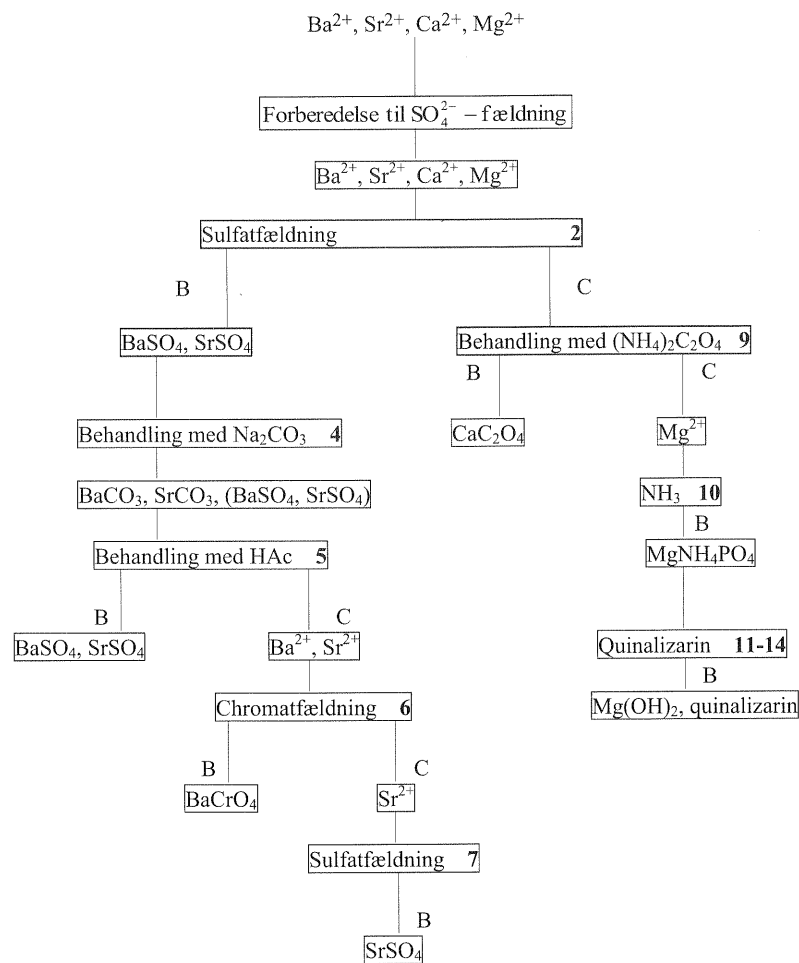


Øvelse

Analyseskema



G: Gas B: Bundfald C: Centrifugat

Tallene efter proceduren svarer til nummereringen i "Fremgangsmåde".

Barium, strontium, calcium og magnesium

Formål

At illustrere opløsningslignevægt ℓ -s ved påvisning af barium, strontium, calcium og magnesium.

Gennemførelse af analysen

Den udleverede analyse kan indeholde BaCl_2 , SrCl_2 , CaCl_2 og MgCl_2 .

Undersøg hvilke af disse stoffer analysen indeholder.

Fysiologiske effekter

Opløselige Ba-forbindelser er giftige, Sr-forbindelser nogenlunde uskadelige, så længe de ikke indeholder ^{90}Sr . Ca og Mg er nødvendige for os. Ba forgiftning giver akutte lammelser inden for få timer, modgift er intravenøs tilførsel af kaliumcitrat. Cr(VI), som bruges under punkt 6, er eksemfremkaldende og i støvform kan det give lungecancer.

Fremgangsmåde

1. Ca 25 mg analyse opløses i lidt vand (8 dråber). Opløsningen gøres 0,1 M saltsur med 0,5 M HCl (2 dr. hvis der er brugt 8 dr. vand).
2. Den 0,1 M saltsure opløsning opvarmes på dampbad, og der tilsættes natriumsulfat, Na_2SO_4 (0,5 M), til fuldstændig fældning (ca 5 dr). Blandingen henstår på dampbad i 15 min. Der centrifugeres. Tilsæt 1 dr Na_2SO_4 for at prøve om alt er fældet. Ba og Sr kan identificeres i bundfaldet, Ca og Mg i centrifugatet (punkt 8).
3. Bundfaldet udvaskes med vand. *Vask: efter at centrifugatet med kapillarpipette er flyttet over i et separat glas tilsættes lidt vand til bundfaldet, som hvirvles op (pust med kapillarpipette), og der centrifugeres igen. Vaskevandet smides væk og vaskningen gentages med nyt vand som også fjernes.*
4. Der tilsættes 10 dr natriumcarbonat, Na_2CO_3 , (1 M) og opvarmes i nogle min. Der centrifugeres og væsken kasseres, og behandlingen af bundfaldet gentages med nyt Na_2CO_3 (1 M). Der centrifugeres. Bundfaldet vaskes med vand.
5. Bundfaldet fra 4 opløses i 10 dr eddikesyre, CH_3COOH , (4 M) (evt. opvarmning). Hvis der stadig er bundfald eller opløsningen er uklar, centrifugeres.
6. Ba

NB: Cr(VI) er cancerogent. Derfor: brug handsker til punkt 6 og 7 og til oprydning efter dem; arbejde i stinkskab; pas ekstra på med spild og affald, der indeholder Cr.

Centrifugatet tilsættes kaliumchromat, K_2CrO_4 (0,5 M) til fuldstændig fældning (ca 4 dr). Et gult bundfald indikerer Ba. Efter 5 min centrifugeres.

7. Sr
Centrifugatet fra punkt 6 tilsættes 4 dr Na_2SO_4 (0,5 M) og opvarmes på dampbad. Et hvidt bundfald efter afkøling indikerer Sr.
8. Ca og Mg
Centrifugatet fra sulfatfældningen (punkt 2) neutraliseres med Na_2CO_3 (1 M) (ca. 3 dr.) (indtil svagt bundfald (efter blanding) eller $\text{pH} > 7$) og gøres svagt sur med phosphateddikesyre til opløsningen er klar igen eller $\text{pH} < 7$.
9. Ca
Opløsningen opvarmes på dampbad, hvorefter der tilsættes 5 dr ammoniumoxalat (mættet), $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$. Blandingen henstår til fuldstændig, frivillig afkøling. Et hvidt bundfald angiver Ca som CaC_2O_4 . Hvis der er bundfald centrifugeres det fra.
10. Mg
Centrifugatet fra oxalatfældningen opvarmes på dampbad og tilsættes et overskud af konc. ammoniak, NH_3 , (12 M) (kan lugtes!).
11. Henstand og afkøling under vandhanen; hvis der ikke er bundfald gnides med en glasspatel på glassets inderside for at fremme kimdannelse. Derefter centrifugeres.
12. Bundfaldet vaskes og tilsættes derefter 2 dr. natriumhydroxid, NaOH (2 M) og opvarmes til al ammoniak (også fra bundfaldet som er MgNH_4PO_4) er bortkogt. Gennembobling ved hjælp af kapillarpipette fremmer bortkogningen.
13. Bundfaldet opløses i 2 dr. saltsyre, HCl , (4 M). Der tilsættes 2 dr. quinalizarin, og opløsningen gøres basisk med natriumhydroxid, NaOH , (2 M) (tilsæt indtil væsken skifter fra orange til blå).
14. Ved opvarmning til kogning vil Mg blive udfældet som en uopløselig, blå chelatforbindelse mellem $\text{Mg}(\text{OH})_2$ og quinalizarin. Centrifuger for at se et evt. bundfald, for quinalizarin er selv blå i basisk væske.