

EXPRESS ANALYSIS OF INORGANIC SUBSTANCES OF UNKNOWN ORIGIN

SUREN GHARAJYAN

National Polytechnic University of Armenia

Department of General Chemistry and Chemical Technologies, Institute of Mining-
metallurgi and Chemical Technologies

Master's student, 2nd year

suren.gharajyan@mail.ru

Abstract

Any chemical experiments and analyzes take up most of the time from all the work of scientists. Any laboratory worker can mix and dissolve reagents. Still, some studies and experiments must repeat the same actions many times while maintaining the accuracy of the proportions of the reagents. All these processes require repeating the same steps with a slight difference in the variables.

Fortunately, modern instrumental methods of chemical analysis come to the rescue today. They are highly accurate, based on the latest principles of contemporary science, but they require modern equipment and highly specialized service personnel. The work of the laboratory staff is based on the analysis of the received samples of raw materials, products and materials. At the same time, working in a chemical laboratory can be hazardous, and certain standards and requirements for equipment and reagent storage have been developed to protect personnel.

Therefore, to achieve the best results, it is necessary to make substantial financial and labour-intensive investments in chemical laboratories. This is fully justified in a number of forensic laboratories and in innovative research laboratories, where each study is unique and often has several legal implications.

However, a large number of chemical laboratories carry out routine work daily. A fully equipped chemical laboratory allows you to study the properties of individual substances and materials, to observe the course of the interaction of reagents. The main task of the employees of chemical laboratories is to create and implement express methods for the analysis of samples, which make it possible to control the quality in the "field" conditions. Work is constantly underway to speed up the preparation of samples for research, screening methods of analysis are being introduced. These laboratories require daily rapid tests that can be performed quickly and inexpensively. Using relatively inexpensive chemical reagents, the simplest physicochemical, colour, and other tests presented in the

article, the laboratory will efficiently and rapidly complete its daily task while avoiding expensive equipment.

We hope that this work will be helpful, especially for environmental and chemical laboratories with limited resources and factory and various industrial laboratories, because as a result, both material resources and, most importantly, time are saved.

Keywords and phrases: cations, anions, mixture, solubility, thiosulfate, hydrogen fluoride, crystal, oxalate, precipitate.

ԱՆՀԱՅՏ ԾԱԳՄԱՆ ԱՆՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՆՅՈՒԹԵՐԻ ԷՔՍՊՐԵՍ ՀԵՏԱԶՈՏՈՒԹՅՈՒՆ

ՍՈՒՐԵՆ ՂԱՐԱՋՅԱՆ

Հայաստանի ազգային պոլիտեխնիկական համալսարանի
լեռնամետալուրգիական և քիմիական տեխնոլոգիաների ընդհանուր քիմիայի և
քիմիական տեխնոլոգիաների ամբիոն

Հայաստանի ազգային պոլիտեխնիկական համալսարան

ՀԱՊՀ 2-րդ կուրսի մագիստրոս

suren.gharajyan@mail.ru

Համառոտագիր

Ցանկացած քիմիական փորձ և վերլուծություն խլում է գիտնականների ամբողջ աշխատանքային ժամանակի մեծ մասը: Իրականում լաբորատորիայի յուրաքանչյուր աշխատակից կարող է ստանալ խառնուրդներ և լուծել ռեակտիվները, սակայն հաճախ որոշ ուսումնասիրությունների և փորձերի համար անհրաժեշտ է բազմիցս կրկնել նույն գործողությունները՝ պահպանելով ռեակտիվների համամասնությունների ճշգրտությունը: Այս բոլոր գործընթացները պահանջում են նույն գործողությունների կրկնություն՝ փոփոխականների փոքր տարբերությամբ:

Բարեբախտաբար, այսօր օգնության են հասնում քիմիական վերլուծության ժամանակակից գործիքային մեթոդները: Դրանք խիստ ճշգրիտ են՝ հիմնված ժամանակակից գիտության նորագույն սկզբունքների վրա, բայց դրանց համար անհրաժեշտ է ժամանակակից սարքավորում և բարձր մասնագիտացված սպասարկող անձնակազմ: Լաբորատորիայի անձնակազմի աշխատանքը հիմնված է հումքի, արտադրանքի և նյութերի ստացված նմուշների վերլուծության վրա: Մինևնույն ժամանակ քիմիական լաբորատոր-

րիայում աշխատելը կարող է վտանգավոր լինել, և անձնակազմի պաշտպանության համար պարբերաբար մշակվում են սարքավորումների և ռեակտիվների պահեստավորման որոշակի ստանդարտներ և պահանջներ:

Ուստի լավագույն արդյունքի հասնելու համար անհրաժեշտ են հսկայական ֆինանսական և այլ աշխատատար ներդրումներ կատարել քիմիական լաբորատորիաներում: Դա լիովին արդարացված է մի շարք դատաբժշկական, դատաքիմիական լաբորատորիաներում, ինչպես նաև նորարարական հետազոտական լաբորատորիաներում, որտեղ յուրաքանչյուր ուսումնասիրություն եզակի է և հաճախ ունի մի շարք իրավական հետևանքներ:

Այնուամենայնիվ, մեծ թվով քիմիական լաբորատորիաներ ամեն օր սովորական աշխատանք են իրականացնում: Լիովին հագեցած քիմիական լաբորատորիան թույլ է տալիս ուսումնասիրել առանձին նյութերի և դրանց խառնուրդների հատկությունները, դիտել ռեակտիվների փոխազդեցության ընթացքը: Քիմիական լաբորատորիաների աշխատակիցների հիմնական խնդիրը նմուշների վերլուծության համար էքսպրես մեթոդների մշակումն ու ներդրումն է, որոնք հնարավորություն են տալիս իրականացնելու որակի կառավարում՝ «դաշտային» պայմաններում: Մշտապես աշխատանքներ են տարվում հետազոտության համար նմուշների պատրաստումն արագացնելու ուղղությամբ, ներդրվում են վերլուծության սկրինինգային մեթոդներ: Այս լաբորատորիաները պահանջում են ամենօրյա արագ թեստեր, որոնք պետք է լինեն էժան, հավաստի և իրականացվեն հնարավորինս կարճ ժամանակում: Օգտագործելով համեմատաբար էժան քիմիական ռեակտիվները, հողվածում ներկայացված ամենապարզ ֆիզիկաքիմիական, գունավոր և այլ թեստերը, լաբորատորիան շատ արագ և արդյունավետորեն կիրականացնի իր ամենօրյա խնդիրը՝ միևնույն ժամանակ խուսափելով թանկարժեք սարքավորումների օգտագործումից:

Հուսով ենք, որ այս աշխատանքը օգտակար կլինի հատկապես սահմանափակ ռեսուրսներ ունեցող, բնապահպանական և այլ քիմիական լաբորատորիաների, ինչպես նաև գործարանային և արդյունաբերական տարբեր լաբորատորիաների համար, քանի որ արդյունքում խնայվում են և՛ նյութական ռեսուրսները, և՛ ժամանակը, որ ամենակարևորն է:

Բանալի բառեր և բառակապակցություններ. կատիոններ, անիոններ, խառնուրդ, լուծելիություն, թիոսուլֆատ, ջրածնի ֆտորիդ, բյուրեղ, օքսալատ, նստվածք:

ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ НЕИЗВЕСТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

СУРЕН КАРАДЖЯН

2-й курс магистратуры

Кафедра общей химии и химических технологий Института горно-
металлургических и химических технологий Национального политехнического
университета Армении

suren.gharajyan@mail.ru

Аннотация

Любые химические эксперименты и анализы отнимают большую часть времени от всей работы ученых. На самом деле любой лаборант может смешивать и растворять реагенты, но для некоторых исследований и экспериментов необходимо многократно повторять одни и те же действия, сохраняя точность пропорций реагентов. Все эти процессы требуют повторения одних и тех же действий с небольшой разницей в переменных.

К счастью, сегодня на помощь приходят современные инструментальные методы химического анализа. Они обладают высокой точностью, основаны на новейших принципах современной науки, но требуют современного оборудования и высокоспециализированного обслуживающего персонала. Работа сотрудников лаборатории основана на анализе полученных образцов сырья, продуктов и материалов. В то же время работа в химической лаборатории может быть опасной, и для защиты персонала постоянно разрабатываются определенные стандарты и требования к оборудованию и хранению реагентов.

Поэтому для достижения наилучших результатов необходимо делать огромные финансовые и трудозатратные вложения в химические лаборатории. Это полностью оправдано в ряде лабораторий судебной экспертизы, а также в инновационных исследовательских лабораториях, где каждое исследование уникально и часто имеет ряд юридических последствий.

Однако большое количество химических лабораторий ежедневно выполняют рутинную работу. Полностью оборудованная химическая лаборатория позволяет изучать свойства отдельных веществ и материалов, наблюдать за ходом взаимодействия реагентов. Основная задача сотрудников химических лабораторий - создание и внедрение экспресс-методов анализа проб, позволяющих контролировать качество в «полевых» условиях. Постоянно ведется работа по ускорению подготовки проб к исследованиям, внедряются

скрининговые методы анализа. В этих лабораториях требуются ежедневные экспресс-тесты, которые можно проводить быстро и недорого. Используя относительно недорогие химические реактивы, простейшие физико-химические, цветовые и другие тесты, представленные в статье, лаборатория очень быстро и эффективно выполнит свою повседневную задачу, избегая при этом использования дорогостоящего оборудования.

Надеемся, что эта работа будет полезной, особенно для экологических и химических лабораторий с ограниченными ресурсами, а также для заводских и различных промышленных лабораторий, потому что в результате экономятся как материальные ресурсы, так и, самое главное, время.

Ключевые слова и фразы: катионы, анионы, смесь, растворимость, тиосульфат, фтороводород, кристалл, оксалат, осадок.

Introduction

The express analysis of unknown inorganic substances is based on qualitative reactions - these are reactions that make it possible to prove the presence of a certain substance (ion) in a medium or a functional group in a substance.

Analyzed substances can be in various states of aggregation (solid, liquid and gaseous). Based on the observed effects, all reactions can be divided into several groups: the formation of characteristic precipitation, dissolution of a substance, the appearance (change) of colour, the release of gases, a change in smell, the colour of the flame.

This paper presents the qualitative reactions used in analytical chemistry, with the help of which the elemental and functional analysis of organic compounds is carried out. These elements and functional groups are included in the organic compound.

In addition, the basic concepts of identification are considered in detail: sensitivity, selectivity and specificity of analytical reactions; methods of fractional and systematic analyzes are described. Particular attention is paid to the choice of analytical reactions and methods of their implementation, and the requirements for qualitative reactions.

Theoretical - methodological bases

Preliminary studies (characteristics of appearance) can often greatly simplify further work, although they do not lead to a complete solution to the task at hand. Preliminary research begins with a description of the external properties of the substance.

The most important stage in the theoretical and methodological foundations of express analyzes of unknown inorganic substances are chemical colour reactions - a change in the colour of a substance on various macro-and microscopic structures of samples under the influence of certain chemical reagents. This method of chemical research is used in the identification of samples of substances to distinguish between different functional groups. A taxonomic trait can be either a positive or a negative test result, and variations in colour change in positive reactions. The same reagent can give different staining for different functional groups.

Also, the determination of the solubility of a substance in water and various non-aqueous solvents will help draw a conclusion about which class of inorganic compounds this substance belongs to.

It is also necessary to check the stability of the test substance when heated. In this case, all observed changes in the substance should be noted: melting, sublimation, colour change, odour release or decomposition. If the substance is flammable, it can be helpful to record the colour of the flame [1, p. 42-44].

Identifying substances by smell requires experience and skill.

Research methods

In the present work, the definitions of cations and anions are given, as well as the determination of these components by various chemical methods. Using colour tests, the qualitative parameters of an unknown substance were determined.

If a characteristic colour is observed when the test object is burned on the flame of an alcohol burner, this indicates the presence of certain metal ions. If the object burns without colour and residue, it does not contain metal ions in its composition [1, p. 149-150].

Solubility (level of solubility) of a test object in the water and other (organic) solvents allows you to determine to which class (group) of inorganic compounds it belongs. Depending on the difference in the solubility of an object in water and ether, inorganic compounds can be divided into 4 classes:

a) we will dissolve in water and ether:

b) insoluble in water and ether:

c) we will dissolve in water, we will not dissolve in ether:

d) insoluble in water, soluble in ether:

Residue formation is also an important identification factor.

The peaks of the crystallization, melting and boiling points of the investigated substance are also significant and give almost complete information about the chemical composition of the substance [2, p. 26].

Obtained results

The analyzed mixture of salts is carefully inspected, determining its appearance, colour, smell, degree of grinding, the presence of crystalline or amorphous phases. It allows us to establish whether the mixture is homogeneous, whether it contains one or more solid phases - crystalline or amorphous, what are the sizes of the particles, that is, we determine the organoleptic and morphology of the test sample.

According to the colour of the analyzed mixture, one can make assumptions about the presence or absence of certain cations in it. If the mixture is a colorless transparent or white mass, then this indicates the absence of significant amounts of colored cations in it - Cr^{3+} (blue-violet or dark green), Mn^{2+} (light pink), Fe^{3+} (yellow-brown), Co^{2+} (pink), Ni^{2+} (green), Cu^{2+} (blue). If the mixture is colored, we can assume the content of one or more of the above cations. Suppose there are several different coloured cations in the mixture. In that case, its colour may be intermediate between the colours of the individual coloured cations, depending on their relative content and chemical form (salt, complex, oxide, etc.).

If the mixture is a homogeneous substance readily soluble in water, it is usually dissolved in water without grinding into powder. If the mixture is heterogeneous and does not dissolve very easily in water, it is triturated to a homogeneous mass consisting of small particles. Small particles mix easier and dissolve faster in water.

After a thorough inspection, the dry mixture is ground into powder in a porcelain mortar.

The action of dilute sulfuric acid

Dilute sulfuric acid displaces weak acids from their salts - carbonates, sulfites, thiosulfates, sulfides, cyanides, nitrites, acetates. The released weak acids, unstable

in an acidic environment, either volatilize or decompose to form gaseous products. Some of them have a characteristic colour or smell.

If carbonates are present in the mixture, gaseous carbon dioxide CO_2 is emitted (colourless and odourless). In the presence of sulfites and thiosulfates, sulfur dioxide SO_2 with the smell of burning sulfur is released; in the presence of sulfides - H_2S hydrogen sulfide with the smell of rotten eggs; in the presence of cyanides - HCN hydrocyanic acid vapor with the smell of bitter almonds; in the presence of nitrites, brown vapors of nitrogen dioxide NO_2 ; in the presence of acetates - pairs of acetic acid CH_3COOH with the smell of vinegar.

A little mixture is taken into a test tube for the test, and diluted sulfuric acid is added dropwise. Gas evolution indicates the presence of weak, unstable acids in the acidic medium in the analyzed mixture of the above anions.

The effect of concentrated sulfuric acid on the sample

When interacting with the analyte, Concentrated sulfuric acid can release gaseous reaction products from fluorides, chlorides, bromides, iodides, thiocyanates, and oxalates nitrates.

If fluorides are present in the analyte, hydrogen fluoride vapours HF is released; in the presence of chlorides - HCl vapours and chlorine gas; in the presence of bromides - HBr vapours and gaseous yellow bromine; in the presence of iodides - violet vapours of iodine I_2 , in the presence of thiocyanates - gaseous sulfur dioxide, in the presence of oxalates - gaseous carbon monoxide (II) - CO and carbon monoxide (IV) - CO_2 .

Cation Classifications

Hydrogen sulfide classification of cations

The classification is based on the difference in solubility of chlorides, sulfides, hydroxides and carbonates of various elements.

The following group reagents are used: HCl , H_2S , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ added to the analyzed mixture in a certain sequence [2, p. 292].

Group	Cations	Group reagent
I	Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+}	No
II	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}	A solution of $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ in ammonia buffer (pH \approx 9,2)
III	Al^{3+} , Cr^{3+} Zn^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+}	A solution of $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (pH = 7 - 9)
IV	Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , As^{3+} , As^{5+}	A solution of H_2S at pH = 0,5
V	Ag^+ , Hg^{2+} , Pb^{2+}	A solution of HCl

Acid-based classification of cations

This classification of cations into groups is based on the use of aqueous solutions of acids and bases as group reagents, such as hydrochloric acid HCl, sulfuric acid H₂SO₄, sodium hydroxides NaOH or potassium KOH (in the presence of hydrogen peroxide H₂O₂) and ammonia NH₃. This classification is less perfect than the hydrogen sulfide classification and is less detailed, but its use does not require the production and use of toxic hydrogen sulfide.

Cations opened as part of the acid-base classification are divided into six analytical groups.

Group	Cations	Group name	Group reagent	Group Feature
I	Ag ⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Pb ²⁺	Chloride	HCl	Formation of poorly soluble chlorides
II	Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Ba ²⁺	Sulphate	H ₂ SO ₄	Formation of water-insoluble (poorly soluble) sulfates
III	Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Zn ²⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺ , As ³⁺ , As ⁵⁺	Ampholytic	NaOH	Formation of soluble salts
IV	Mn ²⁺ , Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , Mg ²⁺ , Bi ³⁺ , Sb ³⁺ , Sb ⁵⁺ ,	Hydroxide	NaOH	Formation of poorly soluble hydroxides
V	Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺	Ammonia	NH ₄ OH	Formation of soluble complexes - ammonia
VI	Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺	Soluble	No	Compounds soluble in water

Cation detection

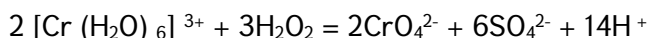
The analysis of the mixture, consisting of three unknown cations, began with preliminary tests.

We studied the appearance of the test mixture. It consisted of dark-green, colourless and white crystals. Dark-green crystals indicate the possible presence of chromium cations. The absence of pink, blue and brown-yellow crystals suggests the absence of Co²⁺, Cu²⁺ and Fe³⁺ ions, respectively.

We ground the mixture in a porcelain mortar. A water extract was prepared: part of the test mixture was dissolved in water with heating and thorough mixing.

However, a small amount of the substance remained in the sediment, indicating the presence of a sparingly soluble compound. Also, the absence of a gelatinous precipitate in the aqueous extract indicates the absence of easily hydrolyzing salts of Sb^{3+} and Bi^{3+} in the mixture.

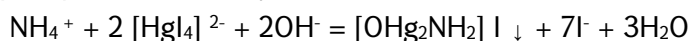
We conducted a fractional analysis. The presence of Cr^{3+} ions was checked: for this, a 2M NaOH solution and 3% H_2O_2 were added to the test solution and heated. The green colour of the solution (the colour of $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ aqua complexes) changed to yellow (the colour of CrO_4^{2-} chromate ions). It indicates the presence of Cr^{3+} ions in the test mixture.



The presence of Fe^{2+} ions was checked: a solution of red blood salt $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ was added to the test solution. The blue precipitate did not fall out. This means that there are no Fe^{2+} ions.

The presence of Ni^{2+} ions was checked: NH_4OH (without excess), amyl alcohol and dimethylglyoxime (Chugaev's reagent) were added to the analyzed solution. The absence of raspberry colour in the organic solvent layer indicates the absence of Ni^{2+} ions.

The content of ammonium ions NH_4^+ in the test solution was checked: an excess of alkali was added to the solution to dissolve the precipitated heavy metal hydroxides and an excess of Nessler's reagent (a mixture of potassium tetraiodomercurate (II) solution $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ with 2N KOH) was added [2, 12 344-416]. A reddish-brown precipitate of mercury ammonium iodide was formed:



Anion Detection

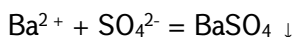
Analysis of a solution containing three unknown anions began with preliminary tests.

The solution was tested for the presence of weak acid anions: a 2N H_2SO_4 solution was added and heated. The absence of opacity of the solution and the absence of gas evolution and the smell indicate the absence of sulfites, carbonates, thiosulfates, nitrites, silicates, and acetates.

The solution was tested for the presence of anions of the first analytical group: BaCl_2 was added in an alkaline medium. There was a white precipitate, which means that there are cations of the first analytical group.

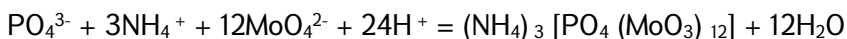
The solution was tested for the presence of anions of the second analytical group: 2M HNO₃ and AgNO₃ were added to the solution, the absence of a precipitate indicates the absence of anions of the second analytical group.

We conducted a fractional analysis. To detect SO₄²⁻, BaCl₂ was added to the solution, and the solubility of the resulting white precipitate in dilute acids was studied. The precipitate is insoluble in acids, which means this substance is BaSO₄. At the same time, sulfate ions were contained in the test solution [1, p. 98].



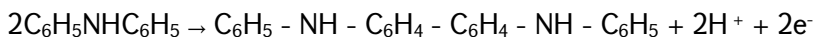
We found PO₄³⁻ ions: upon addition of ammonium molybdate (NH₄)₂MoO₄ to the solution in a nitric acid medium, a yellow crystalline precipitate of ammonium phosphoromolybdate formed upon heating. This is a complex ammonium salt of phosphoromolybdenum heteropoly acid.

The following reaction occurred:

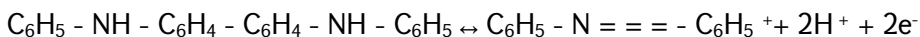


We added a solution of diphenylamine in a sulfuric acid medium to the analyzed solution. The solution turned blue, which means it may contain nitrate and/or nitrite ions. Since the absence of nitrate ions in the preliminary tests was proved, it is evident that only nitrate ions were contained in the test solution.

When reacted with diphenylamine in a sulfuric acid medium, nitrate ion converts this organic reagent into its oxidation product named blue diphenyl diphenyl quinone diimine ("diphenyl benzidine violet"). First, the irreversible oxidation of diphenylamine to diphenyl benzidine occurs:



Then, the benzidine molecule is reversibly oxidized in the presence of an oxidizing agent to diphenyl diphenyl quinonediimine which is colored blue:



As a result, the solution turns blue. The resulting blue product of the oxidation of diphenylamine is further irreversibly destroyed first to the final reaction products of a brown and then yellow colour. Following this, when the blue mixture is standing, its colour gradually changes first to brown and then to yellow [2, p. 229-232].

Conclusions

In addition to the research methods listed above, the samples submitted for research can be examined by other scientifically grounded instrumental methods, which involve the use of expensive equipment. However, the described methods are

very reliable, inexpensive, fast, applicable in open areas or any other conditions. Thus, they turn chemical science into a true friend and helper of other specialists.

Literature

1. Alekseev V. N. Quantitative analysis. Ed. Dr. chem. Sciences P.K. Agasyan. – М.: Chemistry, 1972. (Алексеев В. Н. Количественный анализ. Под ред. д-ра хим. наук П. К. Агасяна. – М.: Химия, 1972. – 504 p.)

2. Kharitonov Yu.Ya. Analytical chemistry (analytics). Book 1.- М .: Higher school, 2003. (Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). Книга 1.- М.: Высшая школа, 2003. – 614p.)