

Metodyka postępowania

Opracowanie metodyki postępowania i określenie niezbędnych metod analitycznych przy ustalaniu składu wybranych substancji odpadowych, w tym nie opisanych odczynników chemicznych

1.1. Wstęp

Konieczność identyfikacji substancji chemicznych, znajdujących się w opakowaniach pozbawionych etykiet lub niejednoznacznie opisanych, występuje często przy porządkowaniu starych zapasów zmagazynowanych odczynników. Wśród nich występować mogą substancje agresywne chemicznie lub silnie toksyczne, stanowiące duże zagrożenie z punktu bezpieczeństwa i zagrożenia ekologicznego. Koszt eliminacji tego typu odczynników, prowadzony przez nieliczne w kraju, wyspecjalizowane firmy jest bardzo wysoki. Dlatego przy posiadaniu własnej wysoko kwalifikowanej kadry chemików oraz odpowiedniego zaplecza technicznego, w wydziałach chemicznych polskich uczelni można we własnym zakresie wykonać identyfikację nie opisanych substancji.

W tym celu konieczne jest ustalenie możliwie prostej, szybkiej i taniej metodyki częściowej identyfikacji nieznanymi, jednorodnymi substancjami chemicznymi. Powinna ona pozwolić na ustalenie klasy związku chemicznego, określenie ryzyka związanego z utylizacją lub eliminacją oraz na zakwalifikowanie badanej substancji do odpowiedniego rodzaju odpadu. Ze względu na koszt i czasochłonność jedynie w razie konieczności zastosować można procedurę pełnej identyfikacji nieznanymi substancjami, z zastosowaniem metod instrumentalnych.

Metodyka częściowej identyfikacji substancji chemicznych opiera się na serii eksperymentów, prowadzonych metodami klasycznymi, które można przeprowadzić w każdym przeciętnie wyposażonym laboratorium chemicznym, spełniającym wymogi bezpiecznej pracy. Przeprowadzenie ich pozwala na przypisanie nieznanemu substancji do grupy związków organicznych lub nieorganicznych, a następnie na określenie charakteru chemicznego związku. W większości wypadków pozwala to na określenie klasy chemicznej, do której należy nieznaną substancję. Testy można przeprowadzić w stosunkowo krótkim czasie, bez użycia aparatury analitycznej. W wypadkach wątpliwych, gdy próby wstępne i reakcje charakterystyczne nie dają jednoznacznych wyników można je uzupełnić analizami z zastosowaniem metod instrumentalnych.

Badanie nieznanymi substancjami chemicznymi jest pracą potencjalnie niebezpieczną, którą należy powierzać jedynie doświadczonym chemikom, przy zapewnieniu środków ochrony osobistej w postaci sprawnie działającego wyciągu, ekranu ochronnego, okularów, maski ochronnej, odzieży ochronnej.

1.2. Kwalifikacje osoby prowadzącej identyfikację

Osoba przeprowadzająca identyfikację związków zawartych w nie opisanych opakowaniach powinna być wykwalifikowanym chemikiem, z długoletnim doświadczeniem w pracy laboratoryjnej. Osoba ta powinna posiadać wiedzę o zagrożeniach, wynikających z właściwości substancji niebezpiecznych, (trujących, wybuchowych, palnych) oraz o zagrożeniach istniejących w trakcie przeprowadzania identyfikacji, np. otwierania opakowań, pobierania próbek, przeprowadzania testów.

1.3. Wyposażenie stanowiska pracy

Miejsce przeznaczone do identyfikacji związków zawartych w nie opisanych opakowaniach musi być przystosowane do pracy ze związkami silnie toksycznymi, mogącymi potencjalnie stwarzać duże zagrożenie. Powinno być wyposażone w bardzo sprawny wyciąg, ekran zabezpieczający, tace zapobiegające rozlaniu lub rozsypaniu się związków pod wyciągiem, urządzenie pozwalające w razie konieczności na szybkie odizolowanie otwieranego opakowania (eksykator z gazem obojętnym o odpowiedniej pojemności), środki ochrony ppoż. (gaśnica, koc ppoż., piasek), środki ochrony osobistej (fartuch, okulary, maska na twarz, rękawice, fartuch gumowe, obuwie ochronne, maska gazowa, urządzenie do przemywania oczu, prysznic bezpieczeństwa, apteczka).

1.4. Opis analizowanej próbki

Celem przeprowadzanego opisu analizowanej próbki jest ocena ryzyka związanego z manipulacją i otwarciem opakowania, przeprowadzanymi w dalszym etapie prób wstępnych.

1.4.1. Określenie rodzaju opakowania i przybliżonej masy (objętości) odczynnika

Należy zwrócić uwagę na rodzaj opakowania i sposób jego zamknięcia. Pozwala to na opracowanie sposobu jego otwarcia i ocenę związanego z tym ryzyka, a także umożliwia wyrobienie sobie wstępnego poglądu na rodzaj zawartej w danym opakowaniu substancji. Masę odczynnika szacuje się na podstawie wagi opakowania wraz z jego zawartością, objętość na podstawie pojemności opakowania.

Rodzaje opakowań handlowych:

podwójne:

skrzynka drewniana (sklejka) - opakowanie szklane (butelka, zatopiona fiolka) - substancje niebezpieczne takie jak: stężone kwasy, halogenki lub bezwodniki kwasowe, ciecze o niskich temperaturach wrzenia, żrące,

puszka metalowa - opakowanie szklane (butelka, zatopiona fiolka) - substancje niebezpieczne takie jak: brom, halogenki lub bezwodniki kwasowe, siarczany alkilowe, ciecze o niskich temperaturach wrzenia, a ponadto substancje o bardzo nieprzyjemnym zapachu (merkaptany), o własnościach silnie toksycznych lub kancerogennych (epichlorohydryna),

beczki drewniane lub tekturowe - worek foliowy - zasady nieorganiczne, sole nieorganiczne,

pojedyncze:

metalowe pojemniki ciśnieniowe - substancje o niskich temperaturach wrzenia: alkanany i alkeny o małych masach cząsteczkowych, tlenek etylenu,

metalowe szczelnie zamykane lub lutowane - substancje reagujące z wodą w sposób bardzo gwałtowny: metale, amidki, wodorki,

plastykowe - substancje o różnym stopniu zagrożenia i szkodliwości,

szklane (butelki, słoiki) - substancje o różnym stopniu zagrożenia i szkodliwości,

szklane, zatopione fiolki na ogół w dodatkowych opakowaniach tekturowych - substancje o niskich temperaturach wrzenia lub o nieprzyjemnym zapachu: niektóre aminy lub ich wodne roztwory,

beczki metalowe, plastikowe, balony szklane - rozpuszczalniki organiczne,

balony szklane, plastikowe - kwasy nieorganiczne, kwas octowy,

worki papierowe, foliowe - nieszkodliwe lub mało szkodliwe sole nieorganiczne, nawozy.

1.4.2. Informacje na częściowo zachowanym opakowaniu, o miejscu przechowywania lub o ewentualnym przeznaczeniu

Przed przystąpieniem do dalszych badań należy uwzględnić informacje zachowane na opakowaniu, np. nazwa producenta, sposób zapisu numeru katalogowego, jego fragmenty, symbole niebezpieczeństwa, itp. o miejscu przechowywania, np. magazyn trucizn, itp. lub o pracach, w których dany odczynnik mógł być używany.

1.5. Otwarcie opakowania i pobranie próbki odczynnika

Otwarcie opakowania i pobranie próbki odczynnika należy do najbardziej niebezpiecznych czynności. Dlatego podczas tych czynności należy zachować szczególną ostrożność, z uwagi na możliwość eksplozji wrażliwych na uderzenia substancji, zapalenia się zawartości po otwarciu opakowania, wyrzucenia zawartości opakowania wskutek nagromadzenia się w nim substancji gazowych (np. wodoru, tlenu, halogenowodorów).

Patrz - lit. [1], punkt (ix) "Otwieranie szklanych ampulek" str.10, oraz punkt 2 i 3, "Związki wybuchowe" i "Mieszanki potencjalnie niebezpieczne?" str.8, 9.

Dotyczy to szczególnie opakowań zawierających:

- a. acetylen, poliacetyleny, acetylenki metali ciężkich
- b. amidki częściowo zhydrolizowane
- c. azydki lub kwas azotowodorowy
- d. azotan amonu, niektóre azotany nieorganiczne, azotany alkoholi, szczególnie wielowodorotlenowych
- e. chlorany, nadchlorany i kwas nadchlorowy
- f. halogenki azotu, krzemu,
- g. hydrazynę (stężone roztwory)
- h. kwasy (stężone roztwory) azotowy, siarkowy (oleum)
- i. litowce częściowo zhydrolizowane
- j. nadtlenki i wodoronadtlenki oraz stężone roztwory nadtlenku wodoru
- k. nitrofenolany metali szczególnie pikryniany metali
- l. utleniacze takie jak: trójtlenek chromu, chromiany, kwas azotowy stężony, nadmanganiany wobec substancji łatwo utleniających się
- m. wielonitrowe związki szczególnie w stanie suchym
- n. wodorki metali.

Po otwarciu opakowania pobiera się do przygotowanego, szczelnie zamykanego opakowania około 5g próbki, którą poddaje się dalszej analizie.

1.6. Próby wstępne

Celem wykonywanych prób wstępnych jest zakwalifikowanie odczynnika do substancji nieorganicznych lub organicznych lub nieorganiczno - organicznych (soli, kompleksów) i prowadzenia dalszych prób właściwych dla danego typu substancji. Należy założyć, że dopóki substancja nie zostanie w jakiś sposób zidentyfikowana to jest ona substancją wysoce toksyczną i niebezpieczną i wszelkie operacje muszą być przeprowadzane z zachowaniem największej ostrożności.

Dla każdej pobranej próbki określa się niżej wymienione właściwości.

1.6.1. Stan skupienia, ewentualna postać krystaliczna, gęstość cieczy, jednorodność próbki

Rodzaj kryształów (dobrze wykształcone kryształy: igły, blaszki, płytki, słupki, drobnokrystaliczny, bezpostaciowy) ich higroskopijność lub gęstość cieczy może być pomocną informacją pozwalającą zidentyfikować badaną substancję. Orientacyjnie gęstość cieczy określa się poprzez zważenie niewielkiej objętości (5 cm³) cieczy albo poprzez porównanie z gęstością wody (gęstość cieczy mniejsza, zbliżona lub większa od wody).

Należy zwrócić uwagę na możliwą obecność, szczególnie w odczynnikach pochodzących z laboratorium, niebezpiecznych środków suszących (sód, wodorki metali, P₂O₅).

1.6.2. Barwa

Charakterystyczna barwa lub zmiana zabarwienia (ciemnienie) próbki na powietrzu w pewnym przedziale czasu może dostarczać cennych wskazówek o samym związku lub o jego trwałości i być pomocna przy dalszym kwalifikowaniu związku.

1.6.3. Zapach

Należy bardzo ostrożnie podchodzić do tej próby i unikać jej w przypadku jakichkolwiek podejrzeń, że związek ma własności toksyczne. Wiele związków, szczególnie organicznych ma charakterystyczny zapach (niższe homologe estrów, ketonów, aldehydów, alkoholi, nitryli, węglowodorów alifatycznych, aromatycznych, fenoli), który może być pomocny do zakwalifikowania związku do odpowiedniej klasy związków.

Następnie z pobranej w punkcie 1.5. próbki pobiera się do zamykanych korkami probówek niewielkie ilości substancji i przeprowadza następujące próby:

1.6.4. Rozpuszczalność w wodzie (metanolu lub izopropanolu)

Określa się łatwość rozpuszczania, barwę, pH otrzymanego roztworu, reakcję z wodą. W przypadku domniemania możliwości zachodzenia gwałtownej reakcji z wodą bezpieczniej jest przeprowadzić rozpuszczenie w metanolu lub izopropanolu.

Obserwuje się zachowanie próbki po dodaniu wody (metanolu lub izopropanolu) w temperaturze pokojowej i w temperaturze podwyższonej, czy wydzielają się gazy i jaki jest ich charakter chemiczny (obojętny, kwaśny, zasadowy), łatwość zachodzenia reakcji z wodą. Należy zwrócić uwagę, że podobnie jak jednorodne chemicznie substancje zachowują się

roztwory niektórych substancji gazowych w rozpuszczalnikach organicznych (fosgen, diazometan, itp.).

1.6.5. Próba spalania

Próbe przeprowadza się wprowadzając od 0,02 do 0,1g substancji umieszczonej na łyżeczce metalowej lub drucie platynowym do płomienia palnika. Początkowo ogrzewa się łagodnie łyżeczkę (druć) i obserwuje się zachowanie substancji podczas ogrzewania. W przypadku ciał stałych czy są łatwo, trudno lub nietopliwe, cieczy czy są łatwo, trudno lub nietopne, a także czy podczas ogrzewania zachodzi rozkład substancji, także gwałtowny np.: wydzielanie wody, destrukcja związku. Następnie wprowadza się substancję do płomienia i dokonuje oceny palności substancji (palna po wyjęciu z płomienia, gaśnie po wyjęciu z płomienia, częściowo palna - pozostaje niepalna pozostałość, niepalna), gwałtowności palenia (spokojnie, wybuchowo), barwy płomienia, sposobu palenia (płomień jasny, niebieskawy, kopcący). W przypadku uzyskania pozostałości po spalaniu określa się jej rozpuszczalność w wodzie oraz pH otrzymanego wodnego roztworu pozostałości.

Tak przeprowadzona próba pozwala na dość dobre zaszeregowanie badanej substancji do grupy substancji nieorganicznych lub organicznych lub nieorganiczno-organicznych. Ponadto dzięki niej uzyskuje się dodatkowe informacje o pewnych własnościach takich jak: przybliżona temperatura topnienia, wrzenia, o możliwości rozkładu w podwyższonej temperaturze (obecność wody krystalizacyjnej), obecności silnych utleniaczy organicznych lub substancji wybuchowych (gwałtowne palenie), obecności w cząsteczce dużej liczby atomów węgla (palne po wyjęciu z płomienia), dużej liczby heteroatomów oraz halogenków (gaśnie po wyjęciu z płomienia), układów aromatycznych (kopcący płomień), atomów tlenu (niebieskawy płomień), litowców lub berylówców (różna barwa płomienia)

W przypadku stwierdzenia, że substancja ulega częściowemu spalaniu celem potwierdzenia obecności fragmentu organicznego można dodatkowo wykonać następujące próby:

1.6.6. Rozpuszczalność w 5% kwasie solnym

Dokonuje się podobnej oceny jak w przypadku wody. Ponadto dokonuje się obserwacji podgrzanego roztworu, obserwując możliwość wydzielenia się gazów, cieczy lub ciała stałego i określa ich charakter chemiczny (pH). W niektórych przypadkach konieczne jest przeprowadzenie ekstrakcji eterem dietylowym wydzielającej się po zakwaszeniu substancji.

1.6.7. Rozpuszczalność w 5% wodorotlenku sodu

Dokonuje się podobnej oceny jak w przypadku 5% kwasu solnego.

Na podstawie przeprowadzonych prób kwalifikuje się analizowany związek do grupy związków nieorganicznych lub organicznych i dalej analizuje w sposób właściwy dla danej grupy związków tak, aby zaliczyć go do odpowiedniej grupy odpadów. W przypadku związków należących do grupy nieorganiczno-organicznych dalszą analizę przeprowadza się w zależności od rodzaju jonów występujących w danym związku np.: sole prostych kwasów organicznych i metali ciężkich jak związki nieorganiczne, fenolany sodu lub sole prostych kwasów i amin jak związki organiczne.

1.7. Uproszczona analiza związków organicznych

Analizę przeprowadza się w rutynowy sposób opisany w różnych podręcznikach poświęconych analizie jakościowej lub preparatyce organicznej. Szczegółowe dane zamieszczone są między innymi w następujących pozycjach literaturowych [1], [2], [3] i [4].

Należy także pamiętać, że tradycyjna analiza jakościowa daje zadawalające wyniki w przypadku stosunkowo prostych związków złożonych bądź związków monofunkcyjnych. W bardziej złożonych związkach, czyli zawierających wiele różnorodnych grup funkcyjnych, lub w przypadkach budzących wątpliwości należy posłużyć się metodami spektroskopowymi.

Ponieważ celem przeprowadzanej analizy jest jedynie zakwalifikowanie badanej substancji do odpowiedniej grupy odpadów, a nie ustalenie pełnej struktury analizowanej substancji, dlatego ograniczono liczbę przeprowadzanych prób jedynie do tych niezbędnych.

1.7.1. Stapianie z sodem (próba Lassaigne'a) i analiza anionów

Około 50 mg próbki stapia się z nadmiarem metalicznego sodu w rutynowy sposób, po czym w otrzymanych anionach określa się obecność: N, P, S, F, Cl, Br, I oraz o ile jest podejrzenie As i Hg. Rutynowy tok postępowania, patrz pozycje literaturowe [1], [2], [3], [4].

1.7.2. Określenie grupy rozpuszczalności

Około 0,1g substancji stałej lub 0,2 cm³ cieczy zadaje się 3 cm³ określonego rozpuszczalnika. Rozpuszczalnik wprowadza się stopniowo (po 1 cm³), energicznie za każdym razem wstrząsa i obserwuje czy próbka rozpuściła się całkowicie w 3 cm³ rozpuszczalnika (patrz pozycje literaturowe [1], [2], [3], [4]). Próba ta umożliwia zaszeregowanie badanego związku do określonej grupy rozpuszczalności a przez to zmniejsza liczbę koniecznych do wykonania reakcji charakteryzujących obecne w związku grupy funkcyjne.

Należy zaznaczyć, że związki o długich łańcuchach alifatycznych, posiadające wiele skondensowanych pierścieni, wielofunkcyjne lub o dużej masie cząsteczkowej mogą dawać wyniki niejednoznaczne. Przykładami mogą być: kwas stearynowy, który rozpuszcza się w stęż. kwasie siarkowym (V grupa) lub N-(3-acetylo-4-hydroksyfenylo)butyroamid, który z uwagi na obecność grupy fenolowej pojawia się w grupie IIIB w której nie ma amidów.

Podział związków organicznych na grupy rozpuszczalności wg [1]

Grupa rozpuszczalności	Rozpuszczalnik i rozpuszczalność	Związki organiczne
1	2	3
I	rozp. w wodzie i bezwodnym eterze dietylowym	niższe człony homologiczne: alkohole, aldehydy, ketony, kwasy, estry, nityle, niektóre: aminy, fenole (polihydroksylowe), bezwodniki
II	rozp. w wodzie, nierozp. w eterze	kwasy polihydroksylowe, hydroksykwas, glikole, alkohole polihydroksylowe, cukry, kwasy sulfonowe i sulfonowe, sole, niektóre: amidy, aminoalkohole, poliaminy
A	rozp. w 5% NaOH i 5% NaHCO ₃ , nierozp. w wodzie	kwasy karboksylowe, kwasy sulfonowe, fenole z podstawnikami elektronoakceptorowymi (np. nitrowymi), niektóre aminokwasy

III B	rozp. w 5% NaOH nierozp. w wodzie i w 5% NaHCO ₃	fenole, β-diketony i β-ketonoestry pierwszo- i drugorzędowe nitrozwiązki, oksymy, tiofenole, tiole, sulfonoamidy (z wyjątkiem pochodnych amin drugorzędowych)
IV	rozp. w 5% HCl, nierozp. w wodzie	aminy pierwszorzędowe, drugorzędowe aminy alifatyczne i alifatyczno-aromatyczne, trzeciorzędowe aminy alifatyczne i alifatyczno-aromatyczne, hydrazyny
V	rozp. w stęż. H ₂ SO ₄ , nierozp. w wodzie	związki nie zawierające N i S: węglowodory nienasycone, alkohole, aldehydy, ketony, estry, laktony, bezwodniki, etery, acetale, chlorki kwasowe, niektóre: alkilowane węglowodory aromatyczne
VI	nierozp. w stęż. H ₂ SO ₄	związki nie zawierające N i S: nasycone węglowodory alifatyczne, cykloalkany, węglowodory aromatyczne, pochodne chlorowcowe węglowodorów, etery diarylowe
VII		związki zawierające N i S i nie należące do grup od I do VI: nitrozwiązki aromatyczne i trzeciorzędowe, amidy, nityle, aminy z dwoma lub trzema podstawnikami aromatycznymi, związki nitrozo, azoksy, azo i hydrazo, sulfotlenki, sulfony, sulfonoamidy amin drugorzędowych, tioetery, niektóre: aminy z podstawnikami elektronoakceptorowymi

W przypadku niektórych związków należących do I i II grupy rozpuszczalności i będących solami można z powodzeniem wykonać testy na obecność jonów siarczanowych, fosforanowych i chlorowcowych.

1.7.3. Przeprowadzenie niektórych reakcji charakterystycznych, identyfikacja grup funkcyjnych

Reakcje charakterystyczne identyfikujące grupy funkcyjne obecne w badanym związku umożliwiają bezpieczne zakwalifikowanie go do odpowiedniej grupy odpadów.

Reakcje te przeprowadza się w rutynowy sposób opisany w różnych podręcznikach poświęconych analizie jakościowej lub preparatyce organicznej, patrz pozycje literaturowe [1], [2], [3], [4].

Poniżej podano próby, które nie wymagają złożonych odczynników, są proste i nie są czasochłonne. Próby te dają na ogół bardzo dobre wyniki o ile przestrzegana jest kolejność ich wykonywania a badane związki nie są zbyt złożone. **UWAGA** - w przypadku związków wielofunkcyjnych poniższe próby mogą dawać niejednoznaczne wyniki. Jeżeli związki te

mogą stwarzać jakiegokolwiek zagrożenie należy bezwzględnie wykorzystać do ich analizy metody spektroskopowe.

- a. r-r Br₂ w CCl₄ lub r-r KMnO₄ - węglowodory nienasycone, fenole (próba mało wiarygodna)
- b. r-ry 2,4-dinitrofenylohydrazyny (2,4-DNFH) - aldehydy, ketony, cukry,
- c. próba hydroksamowa (metanolowe r-ry hydroksylaminy, KOH i wodny r-r FeCl₃) - estry, laktony i bezwodniki,
- d. sól - alkohole, fenole, kwasy (trzeba mieć pewność, że próbka nie zawiera wody, UWAGA na nitrofenole),
- e. chlorek acetylu - alkohole, fenole, glikole, aminokwasy, aminy, niektóre amidy,
- f. odczynnik Lucasa (r-r ZnCl₂ w stęż. kwasie solnym) - umożliwia określenie rzędowości alkoholi zawierających poniżej 6 atomów węgla,
- g. próba z kwasem nadjodowym - glikole, węglowodany,
- h. r-ry chlorku żelaza(III), woda bromowa - fenole,
- i. p-toluenosulfochlorek, r-ry NaOH - aminy, umożliwia określenie rzędowości amin,
- j. próba z kwasem azotowym (III) - aminy aromatyczne (próba czasochłonna), I- i II-rzęd. nitrozwiazki,
- k. metaliczna Sn i kwas solny i dalsza analiza jak amin - związki nitrowe, nitrozowe, azowe, azoksy i hydrazowe,
- l. hydroliza zasadowa lub kwaśna - amidy, nityle, sulfonoamidy, oksymy, siarczany alkilowe,
- m. hydroliza, r-r BaCl₂ - siarczany alkilowe,
- n. r-r ninhydryny lub siarczany miedzi - α-aminokwasy,
- o. próba z jodkiem potasu w kwasie octowym - wodoronadtlenki i nadtlenki,

1.8. Związki nieorganiczne

Przedstawiona niżej procedura identyfikacji i kwalifikacji związków nieorganicznych została opracowana z wykorzystaniem materiału zawartego w opracowaniach [5], [6], [7], [8].

1.8.1. Wstępne oględziny

Określa się stan skupienia nadanej substancji:

- ciecz,
- substancja stała - sól, sproszkowany metal, stop.

1.8.2. Zabarwienie

Zabarwienie może sugerować konkretny kation lub anion. Poniżej podano barwy niektórych związków nieorganicznych:

Zabarwienie	Związki
brunatna	Ag ₂ O, PbO ₂ , Fe ₂ O ₃ , Bi ₂ O ₃ ,
zielona	sole niklu i chromu, Cr ₂ O ₃ , CuCl ₂ ,
żółta	chromiany(VI), HgO, PbO, CdS,
czerwona	HgO, Pb ₃ O ₄ , BiIO ₃ ,

różowa	sole manganu, uwodnione sole kobaltu,
fioletowa	KMnO ₄ ,
pomarańczowa	dichromiany(VI),
niebieska	uwodnione sole miedzi, bezwodne sole kobaltu,
czarna	Hg ₂ O, CuO, NiO, FeO, Fe ₃ O ₄ , większość siarczków metali ciężkich.

1.8.3. Zapach

Zapach może sugerować obecność niektórych związków np.:

Zapach	Związki
zapach gorzkich migdałów	obecność cyjanków
zapach palącej się siarki	obecność siarczanów(IV)
zapach zgniłych jaj	obecność siarczków
zapach octu	obecność octanów
zapach amoniaku	obecność soli amonowych, mocznika

1.8.4. Ogrzewanie i prażenie

Poddaje się próbie ok. 0,5 g substancji w suchej probówce - może nastąpić:

wydzielanie się gazów:

H₂S o charakterystycznym zapachu zgniłych jaj -- obecność siarczków,

(CN)₂ o zapachu gorzkich migdałów -- obecność cyjanków, tiocyjanianów, cyjanożelazianów,

SO₂ o zapachu palącej się siarki -- obecność siarczanów(IV) lub innych związków siarki

Cl₂ - żółtozielony gaz o duszącym zapachu -- obecność chloranów(I),

Br₂ - czerwono-brunatne pary o duszącym zapachu -- obecność bromianów(I),

I₂ - fioletowe pary -- obecność jodków, jodu,

NO₂ - brunatne dymy -- obecność azotanów,

CH₃COOH - zapach octu -- obecność octanów,

NH₃ - zapach amoniaku -- obecność soli amonowych, mocznika

sublimacja:

w górnej, chłodnej części probówki zbiera się substancja o zabarwieniu:

białym	-	obecność	HgCl ₂ ,	HgBr ₂ ,	Hg ₂ Cl ₂ ,	NH ₄ Cl,	As ₂ O ₃ ,
żółtym	-	obecność		S,		As ₂ S ₃ ,	HgI ₂ ,
czarnym	?		Hg, HgO, HgS, As, I ₂				

zmiana barwy:

z żółtej na pomarańczową (czerwoną) -- obecność CdS, z białej na żółtą -- obecność ZnO, SnO z żółtej na brunatną -- obecność PbO, Bi₂O₃, SnO₂, z brunatnoczerwonej na czarną -- obecność Fe₂O₃.

1.8.5. Barwa płomienia palnika

- żółta - Na
- ceglastoczerwona - Ca
- karminowa - Sr, Li
- fioletowa - K
- fioletoworóżowa - Rb, Cs
- zielona - Ba, Cu, B
- niebieska - As, Sn, Bi, Sb, Pb.

1.8.6. Rozpuszczanie próbki w wodzie

Określa się: łatwość rozpuszczania, odczyn, barwa roztworu.

1.8.7. Rozpuszczanie w kwasach (5% HCl)

Może nastąpić wydzielanie gazów sugerujące obecność niektórych związków, np.:

gaz bezbarwny, bez zapachu, powodujący zmętnienie wody barytowej (CO_2) -- obecność węglanów,

H_2S o charakterystycznym zapachu zgniłych jaj -- obecność siarczków,

$(\text{CN})_2$ o zapachu gorzkich migdałów -- obecność cyjanków,

SO_3 o zapachu palącej się siarki -- obecność siarczanów(IV),

SO_2 z wydzieleniem siarki w roztworze -- obecność tiosiarczanów,

NO_2 -- brunatne dymy -- obecność azotanów(III),

CH_3COOH -- zapach octu -- obecność octanów.

1.8.8. Rozpuszczanie w 5% NaOH

Sugeruje obecność substancji o charakterze amfoterycznym lub kwasowym. Zapach amoniaku świadczy o obecności soli amonowych.

1.8.9. Rozpuszczanie w 5% NH_3 H_2O

Sugeruje obecność substancji o charakterze amfoterycznym lub kwasowym.

1.8.10. Stapianie

Topnik alkaliczny: węglany sodu i potasu (krzemionka), topnik kwaśny: $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ (tlenki niektórych metali).

1.8.11. Identyfikacja kationów

Stwierdzenie, czy badany związek zawiera metal ciężki - strącanie siarczków w środowisku obojętnym i kwaśnym,

Stwierdzenie, czy badany związek zawiera Ba lub Sr - strącanie węglanów, strącanie siarczanów, zabarwienie płomienia.

1.8.12. Identyfikacja rtęci

Reakcja z SnCl_2 .

1.8.13. Identyfikacja anionów

Wykrycie kationu i znajomość rozpuszczalności soli eliminuje większość mogących wchodzić w rachubę anionów. Po przeprowadzeniu strącania soli baru i srebra oraz reakcji utleniania i redukcji łatwo można ustalić anion wchodzący w skład badanej soli. Należy zwrócić uwagę na następujące aniony:

CN^- - czarny siarczek miedzi rozpuszcza się w obecności cyjanków z utworzeniem bezbarwnego kompleksu, tworzenie błękitu pruskiego z FeSO_4 , N^{3-} (azydki, kwas azotowodorowy) ? czerwone zabarwienie z Fe^{3+} ; odbarwienie KMnO_4 na gorąco (odróżnienie od SCN^-), NH_4^+ - rozkłada się pod wpływem wody z wydzieleniem amoniaku, utleniacze - reakcja z difenylaminą (np. NO_3^- , NO_2^- , ClO^-), reduktory silne - reakcja z KI_3 (S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$), reduktory słabe - reakcja z KMnO_4 w środowisku kwaśnym (I^- , Br^- , SCN^-).

1.9. Analiza spektroskopowa

Analizę tę wykonuje się gdy istnieje jakiegokolwiek podejrzenie, że analizowany związek może być związkiem niebezpiecznym, wybuchowym, trującym, silnym kancerogenem (azotany alkoholi, azydki, nadtlenki, polinitrofenole, polinitrowęglowodory itp.) lub gdy ma być utylizowany w sposób nie destrukcyjny np. sole metali szlachetnych, związki lub rozpuszczalniki organiczne używane do dalszej pracy. Także w przypadku problemów z identyfikacją kationu w związkach nieorganicznych lub związków organicznych, np. kompleksach metaloorganicznych, można badaną próbkę poddać analizie spektrograficznej.

Analizę związków organicznych przeprowadza się dostępnymi metodami spektroskopowymi. Szczególnie przydatne są: spektroskopia w podczerwieni (IR), spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego (^1H i ^{13}C NMR) oraz spektrometria masowa (MS). Analizy takie mogą być wykonane nawet na przyrządach o stosunkowo małej rozdzielczości.