

## Ćwiczenie nr 3: Analiza jakościowa wybranych jonów

**Autorzy:** Andrzej Okuniewski, Barbara Becker

### 1. Wstęp

Woda jest jedną z najważniejszych i za razem najbardziej fascynujących substancji na Ziemi. Dzięki niej na Błękitnej Planecie rozwinęło się życie. Jest ona głównym składnikiem naszych organizmów. Dienne zapotrzebowanie człowieka na wodę to zwykle ponad 2 litry.

Czysta chemicznie woda (tlenek wodoru, H<sub>2</sub>O) jest bezbarwną i bezwoną cieczą. Jest to jedna z nielicznych substancji, która w postaci stałej (poniżej 0°C) ma niższą gęstość niż jako ciecz. Za ten fenomen odpowiedzialna jest porowata struktura lodu powstająca dzięki tworzącym się wiązaniami wodorowym. Substancja ta największą gęstość osiąga w temperaturze 4°C. Obecne w ciekłej wodzie wiązania wodorowe powodują również, że jej temperatura wrzenia to 100°C, pomimo że temperatury wrzenia cięższych analogów są niższe (H<sub>2</sub>S = -60°C, H<sub>2</sub>Se = -41°C, H<sub>2</sub>Te = -1°C).

Woda pozbawiona zanieczyszczeń jest izolatorem, jednak nawet niewielka ilość rozpuszczonych w niej elektrolitów sprawia, że roztwór taki staje się dobrym przewodnikiem elektryczności. Otrzymanie czystej chemicznie wody jest bardzo trudne, ponieważ wystawiona na działanie powietrza wiąże zawarty w nim ditlenek węgla:



Woda nasycona ditlenkiem węgla wykazuje zatem odczyn kwasowy. W celu uzyskania dostatecznie czystej chemicznie wody stosuje się trzy podstawowe metody: destylacja, dejonizacja, odwrócona osmoza.

Proces destylacji polega na przeprowadzeniu zanieczyszczonej wody w parę (ogrzewanie), a następnie jej skroplenie w chłodnicy. Wykorzystuje się tu fakt, że związki jonowe nie są lotne, a zatem nie przechodzą w stan gazowy wraz z wodą. Woda destylowana może jednak zawierać pewne związki organiczne o zbliżonej temperaturze wrzenia (np. alkohole, jeśli była nimi zanieczyszczona). W celu otrzymania bardzo czystej wody do celów analitycznych destylację prowadzi się trójкратно, a destylat przechowuje się w warunkach pozbawionych dostępu powietrza.

Dejonizacja jest procesem, który polega na przepuszczeniu wody przez żywice jonowymiennie – kationit oraz anionit, które wiążą zawarte w wodzie kationy oraz aniony. Metoda ta również nie pozwala na usunięcie niejonowych związków organicznych.

Jedną z najdokładniejszych metod oczyszczania jest odwrócona osmoza, która polega na przepuszczaniu wody przez błonę półprzepuszczalną. Przeprowadzenie tego procesu wymaga wytworzenia bardzo wysokich ciśnień, które są wyższe od powstającego w układzie ciśnienia osmotycznego. Proces ten najłatwiej jest sobie wyobrazić jako przepychanie wody przez sito o otworach na tyle dużych, by przeniknęły przez nie cząsteczki wody, a jednocześnie na tyle małych, by zatrzymać zawarte w niej jony oraz substancje organiczne.

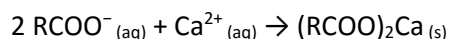
W naturalnych wodach gruntowych rozpuszczone jest wiele substancji – zarówno nieorganicznych, jak i organicznych.

Do celów spożywczych stosowane są wody pitne, mineralne, źródlane oraz stołowe. Woda pitna to czysta woda, która może być spożywana bez uszczerbku na zdrowiu. Wody mineralne i źródlane to wody głębinowe, przy czym te pierwsze charakteryzują się wyższym stopniem mineralizacji niż drugie.

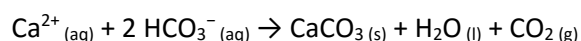
Woda stołowa natomiast może być mieszaniną wszystkich powyższych oraz być dodatkowo sztucznie wzbogacona o składniki mineralne.

Głównymi jonami występującymi w wodach naturalnych są kationy sodu, potasu, wapnia i magnezu oraz aniony wodorowęglanowe, chlorkowe i siarczanowe(VI). Ponadto w mniejszych ilościach spotykane są kationy amonu, żelaza(II)/(III) i manganu(II) oraz aniony bromkowe, jodkowe, wodorofosforanowe(V), azotanowe(V), czy wodorosiarczkowe.

Obecność kationów dwu- i trójładunkowych stanowi o tzw. twardości wody. Woda twarda utrudnia powstawanie piany podczas używania mydła wskutek tworzenia się nierozpuszczalnych w wodzie związków, np. (R – reszta kwasu tłuszczowego):



Twardość wody dzieli się na trwałą oraz przemijającą (węglanową). Wodę, którą cechuje twardość przemijająca można zmiękczyć poprzez jej gotowanie. W wyniku tego procesu powstaje osad nierozpuszczalnych węglanów (tzw. kamień kotłowy, który obserwujemy również na dnie domowych czajników), np.:



Podobnie usuwane są inne wodorowęglany. Woda pozbawiona jonów wielowładunkowych jest wodą miękką. W opisany powyżej sposób nie można zmiękczyć wody o twardości trwałej. Woda taka zawiera mało węglanów, a więcej chlorków, siarczanów(VI), bądź azotanów(V) metali wielowartościowych. Gotowanie takiej wody nie zmniejsza jej twardości. W celu poprawienia właściwości piorących takiej wody wykorzystywane były fosforany, które wytrącały osady odpowiednich soli pozwalając na wytworzenie piany z udziałem związków powierzchniowo czynnych. Ze względu na nadmierną zawartość fosforanów w ściekach (co powoduje np. eutrofizację zbiorników wodnych) zastąpiono je w środkach piorących żywicami jonowymiennymi oraz zeolitami.

Woda to najważniejszy rozpuszczalnik – zarówno w laboratorium chemicznym, jak i w domowym zaciszu, dlatego warto wiedzieć... co w wodzie piszczą.

## 2. Cel i zakres ćwiczenia

W ramach niniejszego ćwiczenia studenci zapoznają się z metodami analizy jakościowej wybranych jonów występujących powszechnie w wodach gruntowych. Celem analizy jakościowej jest stwierdzenie, czy dany jon jest obecny w próbce, czy też nie. Program ćwiczenia obejmuje siedem kationów i siedem anionów:

### Kationy

- amonu –  $\text{NH}_4^+$
- sodu –  $\text{Na}^+$
- potasu –  $\text{K}^+$
- wapnia –  $\text{Ca}^{2+}$
- magnezu –  $\text{Mg}^{2+}$
- żelaza(III) –  $\text{Fe}^{3+}$
- manganu(II) –  $\text{Mn}^{2+}$

### Aniony

- chlorkowy –  $\text{Cl}^-$
- bromkowy –  $\text{Br}^-$
- jodkowy –  $\text{I}^-$
- węglanowy –  $\text{CO}_3^{2-}$
- siarczanowy(VI) –  $\text{SO}_4^{2-}$
- azotanowy(V) –  $\text{NO}_3^-$
- ortofosforanowy(V) –  $\text{PO}_4^{3-}$

Na kolokwium wejściowym sprawdzana będzie teoretyczna wiedza z zakresu materiału niezbędnego do prawidłowej realizacji ćwiczenia. Przykładowe zagadnienia zamieszczone są na końcu instrukcji. Można za nie zdobyć 10 pkt. oraz kolejne 10 pkt. z części praktycznej. W tym drugim przypadku wynik obliczany jest następująco:

$$P = (10 / N) \times (A - B) - C$$

gdzie:  $P$  – liczba punktów za praktyczną część ćwiczenia,  $A$  – liczba prawidłowo wykrytych jonów w mieszaninie,  $B$  – liczba nieprawidłowo wykrytych jonów w mieszaninie,  $C$  – liczba pomyłek przy wykrywaniu substancji,  $N$  – liczba jonów wydanych w mieszaninie. Za jony niewykryte nie przyznaje się punktów ujemnych.

### 3. Opis ćwiczenia

Po zakończeniu kolokwium studenci odbierają od prowadzącego próbki do analizy i przygotowują stanowisko pracy: należy ubrać fartuch i okulary ochronne oraz dokładnie oczyścić szkło (probówki, zlewki, lejki). Bardzo istotne jest przepłukanie wodą destylowaną, gdyż woda wodociągowa zawiera wiele jonów, które będą przedmiotem analizy.

Studenci otrzymają do analizy trzy próbki substancji nieorganicznych (tlenki, kwasy, zasady, sole, pierwiastki) oraz mieszaninę będącą roztworem wodnym zawierającym jony wymienione na początku instrukcji. Studenci nie wiedzą ile jonów otrzymują w mieszaninie (liczba kationów nie musi być taka sama jak liczba anionów).

Do każdego testu należy użyć niewielkiej ilości próbki. Otrzymane próbki powinny wystarczyć grupie do końca ćwiczenia. Ponadto nie należy zużywać próbek do końca, gdyż tylko na ich podstawie można później wyjaśnić ewentualne wątpliwości co do ich składu.

Próbki stałe rozpuszcza się w wodzie, a w przypadku próbek nierozpuszczalnych roztwarza się je w kwasie octowym lub solnym (pamiętając, aby w tym drugim przypadku nie wykonywać testu na chlorki). Następnie przeprowadza się testy na poszczególne kationy i aniony. Należy pamiętać, że po dodaniu kwasu niektóre osady mogą się nie wytrącać (są one rozpuszczalne w danym kwasie), a ponadto że natychmiast następuje rozkład węglanów, zatem w otrzymanym roztworze jony te nie są już obecne.

Z mieszaniny będącej roztworem wodnym każdorazowo należy pobrać niewielką jej ilość i wykonać odpowiednie testy. Aby uniknąć błędów należy zachować przedstawioną poniżej kolejność.

Niemożność wykrycia kationu oraz kwasowy odczyn próbki mogą świadczyć o tym, że jest to kwas. Analogicznie gdy nie możemy wykryć anionu, a odczyn jest zasadowy, to może być to wodorotlenek.

Do identyfikacji można również wykorzystać inne metody (patrz: literatura uzupełniająca).

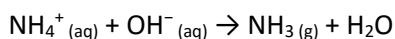
#### Kation amonu

---

Jony amonowe występują w naturalnych wodach w niewielkich ilościach. Zwykle powstają w wyniku redukcji jonów azotanowych(v).

---

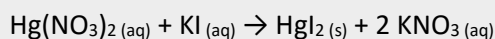
Analizę warto rozpocząć od wykrycia jonów amonowych, ponieważ w kolejnych krokach analizy mieszaniny wprowadza się je do badanej próbki. W analizie wykorzystuje się fakt, że jony hydroksylowe odrywają proton od jonów amonowych, w wyniku czego powstaje gazowy amoniak:



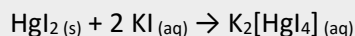
**Wykonanie testu:** W probówce umieszcza się ok. 1 ml badanego roztworu, a następnie wrzuca kilka granulek wodorotlenku sodu lub potasu. Zawartość probówki rozgrzewa się, jednak wskazane jest jeszcze dodatkowe jej ogrzanie do wrzenia. Po chwili ogrzewania należy przerwać i ostrożnie dłonią skierować pary w stronę nosa. Gryzący zapach amoniaku świadczy o obecności jonów amonowych w badanej próbce. Amoniak można wykryć również zbliżając do wylotu probówki zwilżony wodą destylowaną papierek uniwersalny, który przybierze niebieskie zabarwienie. Należy uważać, aby papierkiem nie dotknąć probówki.

Jony amonowe można ponadto wykryć wykorzystując odczynnik Nesslera.

**Wykonanie testu:** Odczynnik Nesslera przygotowuje się dodając roztwór jodku potasu do roztworu azotanu(V) rtęci(II) do wytrącenia pomarańczowego osadu:

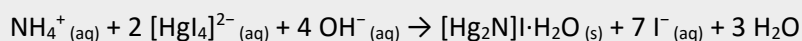


a następnie nadmiar do roztworzenia tego osadu:



Na koniec roztwór alkalinizuje się dodając kilka granulek wodorotlenku potasu.

Do niewielkiej ilości badanej próbki dodaje się kilka kropel tak otrzymanego odczynnika. Zmiana zabarwienia roztworu na pomarańczową lub brązową (ew. wytrącenie brązowego osadu jodku zasady Millona) świadczy o obecności jonów amonowych w badanej próbce:



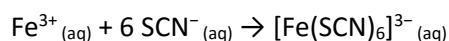
### Kation żelaza(III)

---

Jony żelaza(II) oraz żelaza(III) występują w wodach żelazistych i w większych stężeniach nie są korzystnym składnikiem. Wody takie mają charakterystyczny metaliczny posmak i zapach oraz brązowe zabarwienie.

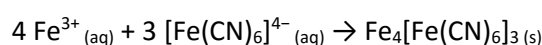
---

Jony żelaza(II) w warunkach atmosferycznych łatwo utleniają się do jonów żelaza(III), dlatego w niniejszym ćwiczeniu zajmiemy się wykrywaniem tych drugich. Reakcją charakterystyczną dla jonów żelaza(III) jest tworzenie ciemnoczerwonego związku kompleksowego z anionami rodankowymi (tiocyanianowymi):



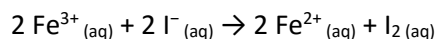
**Wykonanie testu:** Niewielką ilość próbki zakwasza się kwasem chlorowodorowym, a następnie dodaje kilka kropel roztworu rodanku potasu lub amonu. Ciemnoczerwone zabarwienie roztworu świadczy o obecności jonów żelaza(III).

Kolejną charakterystyczną reakcją jest tworzenie heksacyjanożelazianu(II) żelaza(III):



**Wykonanie testu:** Do niewielkiej ilości próbki dodaje się kilka kropel heksacyjanożelazianu(II) potasu. Powstanie ciemnoniebieskiego osadu błękitu pruskiego świadczy o obecności jonów żelaza(III).

Pozytywny wynik na obecność jonów żelaza świadczy ponadto, że w próbce nie są obecne jony jodkowe, gdyż ulegałyby one utlenieniu:



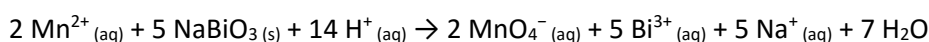
### Kation manganu(II)

---

Jony manganu(II) są ważnym makroelementem, dlatego ich obecność w wodzie (w umiarkowanych stężeniach) jest korzystna.

---

Jony manganu(II) są bladoróżowe i w niskich stężeniach praktycznie niemożliwe jest dostrzeżenie pochodzącego od nich zabarwienia roztworu. Bardzo intensywne zabarwienie wykazują natomiast jony manganianowe(VII). Wykorzystamy ten fakt i utlenimy jony manganu(II) bizmutanem(V) sodu:



**Wykonanie testu:** Do próbki wlewamy niewielką ilość badanego roztworu, po czym całość wylewamy (ilość próbki pozostała na ściankach próbki wystarczy do wykonania testu). Następnie dodajemy 1 ml rozcieńczonego kwasu azotowego(V) i delikatnie (bez mieszania) szczyptę bizmutanu(V) sodu wielkości główki od szpilki. Powstanie fioletowego zabarwienia świadczy o obecności jonów manganu(II).

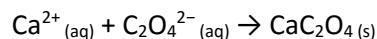
### Kation wapnia

---

Jony wapnia występują w wodach zwykle w dużych ilościach ze względu na wypłukiwanie ich ze skał wapiennych (procesy krasowe). Są one korzystne dla naszego zdrowia.

---

Jony wapnia są bezbarwne i wywołują bladoczerwone zabarwienie płomienia palnika. Jest ono mało charakterystyczne, dlatego nie będziemy korzystać z tej właściwości w celu identyfikacji tego jonu. Jony wapnia w mieszaninie można wykryć poprzez wytrącenie szczawianu, który jako jedyny nie rozтворя się w kwasie octowym:

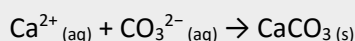
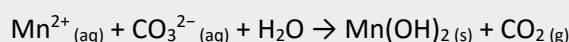
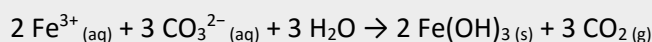


**Wykonanie testu:** Niewielką ilość próbki należy zakwasić rozcieńczonym kwasem octowym, a następnie dodać podobną ilość szczawianu amonu. Zmętnienie próbki lub powstanie białego, krystalicznego osadu świadczy o obecności jonów wapnia.

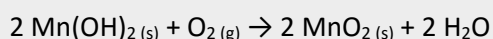
### Usuwanie jonów żelaza(III), manganu(II) i wapnia z mieszaniny

Jeśli wykonywana jest analiza mieszaniny i stwierdzono w niej obecność jonów żelaza(III), manganu(II) lub wapnia, to należy jony te usunąć przed przystąpieniem do wykrywania kolejnych kationów.

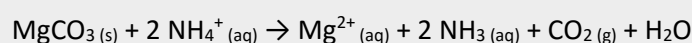
**Wykonanie:** Ok. 3 ml mieszaniny umieszcza się w zlewce i neutralizuje w razie potrzeby amoniakiem (sprawdzić odczyn papierkiem uniwersalnym). Całość ogrzewa się do wrzenia, dodaje nieco chlorku amonu oraz nadmiar węglanu amonu. Ogrzewanie prowadzi się do czasu wytrącenia osadu. Mieszaninę należy przesączyć. W osadzie znajdują się nierozpuszczalne węglany i wodorotlenki:



Ponadto wodorotlenek manganu(II) będzie stopniowo ulegał utlenieniu do tlenku manganu(IV):



Ani węglan, ani wodorotlenek magnezu nie wytrąca się, gdyż są one rozpuszczalne w solach amonowych, które dodajemy:



W przesączu pozostaną zatem kationy magnezu, sodu i potasu oraz jony amonowe, które wprowadziliśmy. Uzyskany przesącz dobrze jest zatężyć poprzez odparowanie ok. 1/3 wody

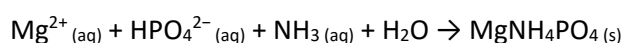
### Kation magnezu

---

Jonów magnezu jest w wodach zwykle mniej niż wapnia. Współcześnie wiele ludzi cierpi na niedobory tego makroelementu, dlatego wody bogate w magnez są bardzo cenione.

---

Jony magnezu możemy wykryć poprzez wytrącenie osadu ortofosforanu(V) amonu i magnezu, jednak w próbce nie mogą być obecne jony żelaza(III), manganu(II) i wapnia:



**Wykonanie testu:** Niewielką ilość próbki (lub mieszaniny pozbawionej jonów żelaza(III), manganu(II) i wapnia) należy zakwasić kwasem octowym (sprawdzić odczyn papierkiem uniwersalnym), dodać podobną ilość roztworu wodorooortofosforanu(V) sodu  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , a następnie kroplami roztwór amoniaku. Pojawienie się zmętnienia lub białego osadu świadczy o obecności jonów magnezu.

### Kation sodu

---

Jony sodu występują w wodach naturalnych w dużych ilościach. Nadmierna zawartość sodu przyczynia się do rozwoju nadciśnienia tętniczego, dlatego należy spożywać wodę o możliwie niskiej zawartości tego jonu.

---

Jony sodu są bezbarwne, jednak barwią płomień palnika gazowego na intensywnie pomarańczowy kolor nawet przy niskich stężeniach.

**Wykonanie testu:** Dobrze wyprażony drucik platynowy należy umieścić w badanej próbce, w której nie są obecne jony żelaza(III), manganu(II) i wapnia, a następnie w płomieniu palnika. Czynność należy powtarzać kilkakrotnie. Pomarańczowe zabarwienie płomienia świadczy o obecności jonów sodu.

Zdecydowana większość soli sodu jest rozpuszczalna w wodzie. Jednym z wyjątków jest octan sodu, uranylu i magnezu:



**Wykonanie testu:** Do niewielkiej ilości badanej próbki należy dodać porównywalną ilość roztworu octanu uranylu i magnezu. Pojawienie się z biegiem czasu żółtego krystalicznego osadu świadczy o obecności jonów sodu. Wytrącaniu osadu sprzyja pocieranie bagietką o krawędź próbówki. W wyższych stężeniach w reakcji przeszkadzają jony potasu – w przypadku ich obecności próbkę należy rozcieńczyć.

### Kation potasu

---

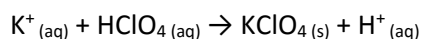
Jony potasu występują w wodach naturalnych zwykle w mniejszych ilościach. Są one cennym składnikiem wód spożywczych.

---

Jony potasu również są bezbarwne, jednak barwią płomień palnika na kolor fioletowy.

**Wykonanie testu:** Dobrze wyprażony drucik platynowy należy umieścić w badanej próbce, w której nie są obecne jony żelaza(III), manganu(II) i wapnia, a następnie w płomieniu palnika. Czynność należy powtarzać kilkakrotnie. Biało-fioletowe zabarwienie płomienia świadczy o obecności jonów potasu. Jeśli obecne są jony sodu, to intensywnie pomarańczowa barwa płomienia może uniemożliwiać obserwację fioletowego zabarwienia.

Większość soli potasu jest rozpuszczalna w wodzie. Jednym z wyjątków jest chloran(VII) potasu:



**Wykonanie testu:** Do niewielkiej ilości pierwotnej próbki należy dodać kilka kropel kwasu chlorowego(VII). Wytrącenie się białego, krystalicznego osadu świadczy o obecności jonów potasu. W wykonaniu testu przeszkadzają duże stężenia jonów amonowych, dlatego nie należy wykonywać testu na przesączu po usuwaniu jonów żelaza(III), manganu(II) i wapnia. Jony amonowe można ponadto usunąć poprzez wygotowanie z wodorotlenkiem sodu (nie potasu!).

### Anion jodkowy

---

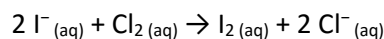
Jony jodkowe występują w wodach w niewielkich ilościach, głównie w wodzie morskiej. Są one bardzo cenne, gdyż niedobór jodu może wywoływać choroby tarczycy. Aby tego uniknąć sól kuchenna jest wzbogacana jodkiem potasu.

---

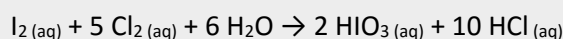
Aniony jodkowe są silnymi reduktorami i łatwo utleniają się do jodu. Pierwiastek ten umiarkowanie rozpuszcza się w wodzie tworząc roztwór barwy brązowej. Znacznie lepiej rozpuszcza się

w rozpuszczalnikach organicznych, w których tworzy roztwory o charakterystycznej fioletowej barwie (stgr. *ιοειδής, ioeides* – ‘fioletowy’).

Jodki można utlenić jonami żelaza(III) dlatego te dwa jony nie mogą współistnieć w roztworze. W naszej analizie jako utleniacz wykorzystamy wodę chlorową:



**Wykonanie testu:** Około 1 ml badanej próbki należy zakwasić rozcieńczonym kwasem azotowym(V), a następnie dodać niewielką ilość chloroformu tak, aby było wyraźnie widać dwie warstwy. Do tak przygotowanej mieszaniny wprowadza się po kropli wodę chlorową i wytrząsa zawartość próbki. Pojawienie się fioletowego zabarwienia w warstwie chloroformowej świadczy o obecności jonów jodkowych w badanej próbce. Dodatek nadmiaru wody chlorowej powoduje odbarwienie roztworu wskutek utlenienia jodu do jodanów(V):



W przypadku analizy próbki złożonej mieszaninę tą należy zachować w celu dalszego wykrycia jonów bromkowych.

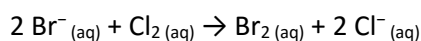
### Anion bromkowy

---

Jony bromkowe występują głównie w wodach słonych (morskich). Duże ilości bromków w wodzie są cechą negatywną, gdyż zaburzają gospodarkę elektrolitową organizmu.

---

Jony bromkowe są słabszym reduktorem od jodkowych, jednak również ulegają działaniu wody chlorowej:



Powstający brom zabarwia warstwę organiczną na kolor żółty lub brązowy.

**Wykonanie testu:** Jeżeli podczas testu na jodki zamiast fioletowego obserwujemy brązowe zabarwienie warstwy organicznej, to świadczy to o obecności bromków w badanej próbce. Jeśli jednak fioletowe zabarwienie pojawi się, to należy dodać nadmiar wody chlorowej do całkowitego utlenienia jodu. Brom nie utleni się do bromianów(V), zatem brązowe zabarwienie pozostanie.

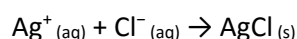
### Anion chlorkowy

---

Jony chlorkowe występują w wodach naturalnych w dużych ilościach. Szczególnie dużo jonów chlorkowych obecne jest w wodach słonych i solankach.

---

Jeśli wykonujemy analizę prostej soli lub jeśli ani bromki, ani jodki nie były obecne w badanej mieszaninie, to wykrycie chlorków nie następuje trudności, ponieważ azotan(V) srebra wytrąca z roztworów zawierających jony chlorkowe biały, serowaty osad nierozpuszczalny w kwasie azotowym(V):

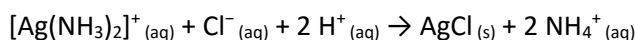




Jest on roztrawzalny w amoniaku z utworzeniem soli kompleksowej:



Osad ponownie wytrąca się pod wpływem działania kwasu azotowego(v):



**Wykonanie testu:** Do niewielkiej ilości badanej próbki, która nie zawiera jonów bromkowych ani jodkowych, należy dodać porównywalną ilość rozcieńczonego kwasu azotowego(v), a następnie kilka kropel wodnego roztworu azotanu(v) srebra. Wytrącenie się białego, serowatego osadu świadczy o obecności jonów chlorkowych.

Jeśli powstały osad jest kremowy lub żółty, to w próbce obecne są jony bromkowe lub jodkowe. Należy wtedy wykorzystać fakt, że osad chlorku srebra najlepiej ze wszystkich halogenków roztrawza się w roztworze amoniaku.

**Wykonanie testu:** Osad halogenków srebra z poprzedniego testu należy zadać niewielką ilością silnie rozcieńczonego roztworu amoniaku (ok. 0,5 mol/dm<sup>3</sup>), po czym przesączyć i przesączyć zakwasić. Zmętnienie lub wytrącenie się białego osadu świadczy o obecności jonów chlorkowych w badanej próbce. Jeśli powstały osad jest kremowy lub żółty, to należy użyć amoniaku o mniejszym stężeniu.

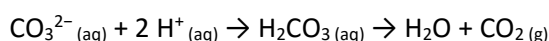
### Anion węglanowy

---

Węglany metali wielowartościowych są słabo rozpuszczalne w wodzie. Znacznie lepiej rozpuszczalne są ich wodorowęglany i dlatego, to one występują w wodach naturalnych. Równowaga pomiędzy węglanami i wodorowęglanami stanowi podstawę procesów krasowych.

---

Po dodaniu kwasu do próbki zawierającej węglany dochodzi do burzliwej reakcji, której towarzyszy wydzielanie ditlenku węgla:



**Wykonanie testu:** Do niewielkiej ilości związku nierozpuszczalnego w wodzie lub mieszaniny należy dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego(v). Pojawienie się pęcherzyków gazu świadczy o obecności jonów węglanowych w badanej próbce.

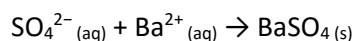
### Anion siarczanowy(vi)

---

Siarczan(vi) sodu to tzw. sól Glauberska, dlatego wodę zawierającą duże ilości siarczanów(vi) oraz sodu nazywa się wodą Glauberską. Siarczany(vi) nie są szkodliwe, jednak ich duża zawartość może powodować, że woda przybierze gorzki smak.

---

Siarczany(vi) badanych kationów są w wodzie dobrze rozpuszczalne. Wyjątek stanowi siarczan(vi) wapnia, który może zostać wydany jako sól nierozpuszczalna. W celach analitycznych wykorzystamy fakt bardzo słabej rozpuszczalności siarczanu(vi) baru:



**Wykonanie testu:** Niewielką ilość badanego roztworu należy zakwasić kwasem azotowym(V), a następnie dodać kilka kropli chlorku baru. Wytrącenie się białego, krystalicznego osadu świadczy o obecności jonów siarczanowych(VI) w badanej próbce. Osad ten nie rozтворя się ani w kwasach ani zasadach. W niewielkim stopniu ulega działaniu stężonego kwasu siarkowego(VI) na gorąco.

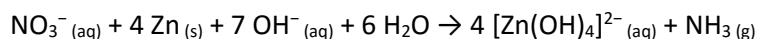
### Anion azotanowy(V)

---

Azotany(V) są najmniej toksyczne ze wszystkich związków azotowych występujących w wodach, jednak ich duże stężenia również nie są korzystne, np. ze względu na eutrofizację zbiorników wodnych. Azotany(III) powstałe w wyniku redukcji są znacznie bardziej niebezpieczne dla zdrowia.

---

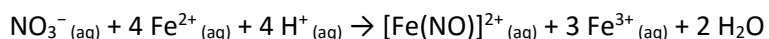
Praktycznie wszystkie azotany(V) są dobrze rozpuszczalne w wodzie, zatem do ich wykrycia posłużymy się metodami innymi niż strącanie osadów. Jeżeli w próbce nie były obecne jony amonowe, to azotany(V) można wykryć przez ich redukcję do amoniaku:



**Wykonanie testu:** Do niewielkiej ilości badanej próbki należy dodać podobną ilość roztworu wodorotlenku sodu i wsypać szczyptę pyłu cynkowego. Po pewnym czasie rozpocznie się gwałtowna, egzotermiczna reakcja. Gdy przebieg reakcji będzie już mniej gwałtowny należy ostrożnie sprawdzić zapach wydobywającego się gazu. Charakterystyczny zapach amoniaku świadczy o obecności jonów azotanowych. Amoniak można wykryć również zbliżając do wylotu probówki zwilżony wodą destylowaną papierek uniwersalny, który przybierze niebieskie zabarwienie. Należy uważać, aby papierkiem nie dotknąć probówki.

Jeżeli jony amonowe były obecne, to należy skorzystać z drugiej metody opisanej poniżej lub usunąć jony amonowe poprzez wygotowanie roztworu z wodorotlenkiem sodu przed dodaniem sproszkowanego metalu.

Druga metoda opiera się na redukcji jonów azotanowych(V) solą żelaza(II). Jest to tzw. reakcja obrączkowa:



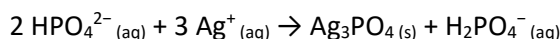
**Wykonanie testu:** Ok. 1 ml badanej próbki zakwasza się taką samą objętością stężonego kwasu siarkowego(VI). Zawartość probówki rozgrzeje się, więc należy ją ochłodzić pod strumieniem zimnej wody. W drugiej probówce przygotowuje się stężony roztwór soli Mohra  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$  – tak by część soli pozostała na dnie probówki. Następnie delikatnie wlewa się roztwór soli Mohra do probówki z zakwaszoną próbką tak, aby powstały dwie warstwy. Jeśli w badanej próbce obecne były azotany(V), to na styku warstw pojawi się charakterystyczna brązowa obrączka.

W wykonaniu testu przeszkadzają jony bromkowe i jodkowe. W przypadku ich obecności należy skorzystać z metody pierwszej.

## Anion ortofosforanowy(v)

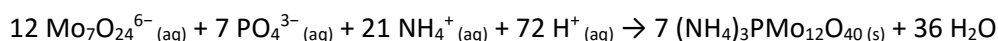
Ortofosforany(v) pojawiają się w wodach głównie w wyniku stosowania przez rolników nawozów sztucznych. Nie są one szkodliwe dla zdrowia, jednak podobnie jak azotany(v) sprzyjają procesom eutrofizacji.

Gdy jony jodkowe nie są obecne w badanej próbce, to jony ortofosforanowe(v) można wykryć wytrącając barwny osad soli srebra:



**Wykonanie testu:** Do niewielkiej ilości badanej próbki należy dodać kilka kropeł azotanu(v) srebra. Wytrącenie się żółtego osadu świadczy o obecności jonów ortofosforanowych(v). Próbka nie może być zakwaszona, gdyż osad ten rozтворя się w kwasach (nawet octowym) oraz amoniaku.

Jeśli w mieszaninie obecne są jony jodkowe, to wytrąci się żółty jodek srebra. Należy wtedy użyć metody z heptamolibdenianem(vi) amonu:



**Wykonanie testu:** W wykonaniu testu przeszkadzają reduktory, które powodują powstawanie błękitu molibdenowego, dlatego jeśli w mieszaninie obecne są jony jodkowe, to przed wykonaniem testu mieszaninę należy ogrzewać z taką samą ilością stężonego kwasu azotowego(v) do usunięcia jodków.

Jeśli jodki nie są obecne, mieszaninę zakwaszamy kwasem azotowym(v). Następnie dodajemy ok. 1 ml roztworu heptamolibdenianu(vi) amonu  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$  i ogrzewamy przez kilka-kilkanaście minut (najlepiej w łaźni wodnej). Wytrącenie się po pewnym czasie żółtego, krystalicznego osadu świadczy o obecności jonów ortofosforanowych(v). Wytrącaniu osadu sprzyja pocieranie bagietką o ściankę próbówki.

## 4. Zagadnienia teoretyczne do samodzielnego opracowania

1. Właściwości fizykochemiczne wody w różnych stanach skupienia.
2. Metody oczyszczania wody w laboratorium chemicznym.
3. Twarda woda, twardość przemijająca, twardość nieprzemijająca. Zmiękczenie wody.
4. Woda do celów spożywczych. Wpływ jonów zawartych w wodzie na zdrowie człowieka.
5. Atomowa spektroskopia emisyjna i absorpcyjna. Jakościowa analiza płomieniowa.
6. Analiza jakościowa. Podział kationów wg Freseniusa i anionów wg Bunsena.
7. Wykrywanie chlorków wobec bromków i jodków.
8. Procesy krasowe i ich znaczenie.
9. Nawozy sztuczne i ich wpływ na środowisko.
10. Omów właściwości redoks kationów i anionów będących przedmiotem ćwiczenia.

## 5. Literatura uzupełniająca

1. J. Prejzner: Chemia nieorganiczna. Laboratorium. *Wydawnictwo PG*, 2004.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko: Chemia analityczna. T. 1 Podstawy teoretyczne i analiza jakościowa. *PWN*, 2012.
3. R. Piękoś: Chemiczna analiza jakościowa. *Wydawnictwo AMG*, 2005.
4. P. W. Atkins, L. Jones: Chemia ogólna. Cząsteczki, materia, reakcje. *PWN*, 2012.