



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Instrukcje do ćwiczeń on-line dla Studentów kierunku Biotechnologia z przedmiotu Chemia Nieorganiczna współfinansowane ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego, Program Operacyjny Kapitał Ludzki, nr umowy UDA-POKL 04.01.02.-00-137/11-00 „Absolwent Wydziału Chemicznego Politechniki Gdańskiej – inżynier z przyszłością”.

Instrukcje do laboratorium z przedmiotu Chemia Nieorganiczna dla studentów kierunku Biotechnologia

Politechnika Gdańska

Wydział Chemiczny

Rafał Grubba

2013

Spis treści

| | |
|--|----|
| Wprowadzenie..... | 3 |
| Ćwiczenie 1: Analiza mieszaniny kationów grupy IIA..... | 4 |
| Ćwiczenie 2: Analiza mieszaniny kationów grupy III..... | 6 |
| Ćwiczenie 3: Analiza mieszaniny kationów grup IV i V..... | 9 |
| Ćwiczenie 4: Analiza mieszaniny zawierającej do 9 kationów z zakresu ćwiczeń 1-3..... | 12 |
| Ćwiczenie 5: Analiza mieszaniny anionów wszystkich grup..... | 15 |
| Ćwiczenie 6: Analiza trzech soli – kation i anion wybrane spośród powyższych..... | 22 |
| Literatura..... | 23 |

Wprowadzenie

Program laboratorium przewiduje samodzielne wykonanie przez studenta analizy pięciu mieszanin kationów i anionów. Ostatnie ćwiczenie obejmuje analizę trzech soli. Przed wykonaniem części praktycznej student poddaje się krótkiemu sprawdzianowi teoretycznemu. Po wykonaniu części eksperymentalnej ćwiczenia student opisuje swoje obserwacje na arkuszu sprawozdania. W sprawozdaniu należy w sposób zwięzły opisać przeprowadzone eksperymenty (reakcje chemiczne) oraz podać skład badanych próbek.

Zagadnienia kolokwialne:

- reakcje charakterystyczne dla kationów i anionów
- reakcje kationów i anionów z odczynnikami grupowymi, podział jonów na grupy analityczne
- rozdział kationów w obrębie grup analitycznych
- właściwości chemiczne i fizyczne substancji nieorganicznych

Cele do osiągnięcia przez studenta:

- opanowanie podstaw analizy jakościowej kationów i anionów w oparciu o metody chemiczne
- nabycie umiejętności obchodzenia się ze związkami chemicznymi
- poznanie właściwości chemicznych i fizycznych najważniejszych substancji nieorganicznych
- umiejętność samodzielnego zaplanowania eksperymentu chemicznego i interpretacji uzyskanych wyników

Ćwiczenie 1: Analiza mieszaniny kationów grupy IIA

Grupa IIA: Pb²⁺, Hg²⁺, Cu²⁺, Cd²⁺, Bi³⁺

Wykonanie ćwiczenia.

Część 1:

Analiza dwóch próbek zawierających po jednym kationie każda.

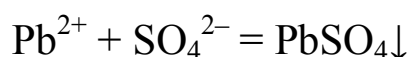
Student wykonuje co najmniej trzy reakcje charakterystyczne dla każdej próbki. Do każdej reakcji należy użyć maksymalnie 1 mL roztworu badanego. Student samodzielnie wybiera rodzaj reakcji charakterystycznej. Należy poprawnie zanalizować wydane próbki kationów, aby móc przystąpić do drugiej części ćwiczenia.

Część 2:

Analiza mieszaniny kationów: Pb²⁺, Hg²⁺, Cu²⁺, Cd²⁺, Bi³⁺

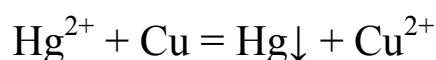
- wykrywanie jonów Pb²⁺

Do 1 mL roztworu badanego należy dodać 1 mL rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI). Wytrącenie się białego osadu PbSO₄ świadczy o obecności jonów ołowiu w badanej próbce.



- wykrywanie jonów Hg²⁺

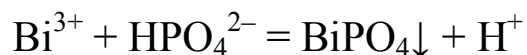
Blaszkę miedzianą należy umieścić na kilka minut w 1 mL badanego roztworu. Pojawienie się srebrzystego nalotu metalicznej rtęci świadczy o obecności jonów Hg²⁺ w badanej próbce.



- wykrywanie jonów Bi³⁺

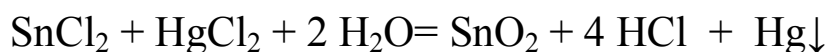
Do 1 mL mieszaniny wyjściowej dodajemy 2 mL rozcieńczonego HNO₃, następnie dodajemy 1 mL roztworu Na₂HPO₄. Wytrącenie się białego osadu fosforanu(V) bizmutu świadczy o obecności jonów Bi³⁺. BiPO₄ jest

nierozpuszczalny w rozcieńczonych kwasach mineralnych w odróżnieniu od innych fosforanów kationów grupy IIA.

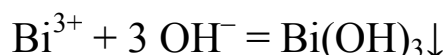
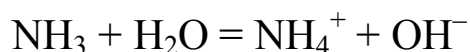


- **wykrywanie jonów Cu^{2+} i jonów Cd^{2+}**

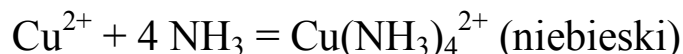
W celu wykrycia jonów kadmu należy przedtem usunąć inne kationy grupy IIA. W zlewce umieszczamy kilka mililitrów badanej mieszaniny, następnie dodajemy roztwór chlorku cyny(II). W przypadku obecności kationów ołowiu i rtęci, jony te wytrącają się w postaci chlorków (białe osady). Po pewnym czasie związki rtęci redukują się do metalicznej rtęci (czarny osad).



Do tej samej mieszaniny dodajemy roztwór stężonego amoniaku. Z roztworu wytrąca się wodorotlenek bizmutu.



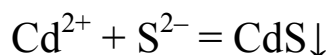
Jony Cu^{2+} reagują z amoniakiem dając kompleks o intensywnym niebieskim zabarwieniu:



Podobnie reagują jony kadmu:



Otrzymaną mieszaninę należy przesączyć, osad odrzucić. W przesączu mogą znajdować się amoniakalne kompleksy miedzi i kadmu. Intensywne, niebieskie zabarwienie przesączu świadczy o obecności jonów Cu^{2+} . W przypadku obecności jonów miedzi należy je zamaskować przed przystąpieniem do wykrywania jonów Cd^{2+} , dodając kilka kropel roztworu KCN do odbarwienia roztworu (**UWAGA! KCN dodajemy tylko w przypadku obecności jonów miedzi – roztwór musi być niebieski!**). Następnie do tego samego roztworu należy dodać roztwór wody siarkowodorowej. Powstanie żółtego osadu siarczku kadmu potwierdza obecność jonów Cd^{2+} w badanej mieszaninie:



Ćwiczenie 2: Analiza mieszaniny kationów grupy III

Grupa III: Fe²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Cr³⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Zn²⁺

Wykonanie ćwiczenia.

Część 1:

Analiza dwóch próbek zawierających po jednym kationie każda.

Student wykonuje co najmniej trzy reakcje charakterystyczne dla każdej próbki. Do każdej reakcji należy użyć maksymalnie 1 mL roztworu badanego. Student samodzielnie wybiera rodzaj reakcji charakterystycznej. Należy poprawnie zanalizować wydane próbki kationów, aby móc przystąpić do drugiej części ćwiczenia.

Część 2:

Analiza mieszaniny kationów: Fe³⁺, Mn²⁺, Cr³⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Zn²⁺

Bezpośrednio z mieszaniny kationów III grupy można wykryć wszystkie kationy oprócz jonów chromu i cynku.

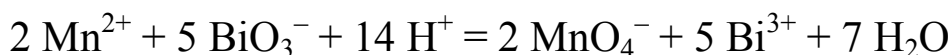
- **wykrywanie jonów Fe³⁺**

Do 1 mL badanej mieszaniny należy dodać roztwór rodanku potasu. Jony rodankowe reagują z jonami Fe³⁺ tworząc kompleks, który zabarwia roztwór na kolor krwistoczerwony:



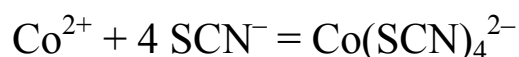
- **wykrywanie jonów Mn²⁺**

W próbce należy umieścić 2 mL rozcieńczonego kwasu azotowego(V). Następnie należy dodać kilka kropeł badanej mieszaniny. Do powstałego roztworu dodajemy niewielką ilość stałego bizmutanu(V) sodu. Jony manganu(II) utleniają się do jonów manganianowych(VII) czemu towarzyszy malinowe zabarwienie roztworu:



- **wykrywanie jonów Co^{2+}**

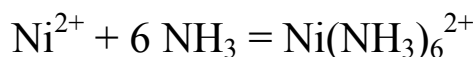
Do 1 mL mieszaniny należy dodać stałego rodanku amonu. Następnie dodajemy alkohol amyłowy, tak aby utworzył górną warstwę o grubości ok. 1 cm. Mieszaninę wytrząsamy w celu wyekstrahowania powstałego kompleksu kobaltu do warstwy alkoholu. Niebieskie zabarwienie górnej warstwy organicznej pochodzi od kompleksu kobaltu z jonami rodankowymi:



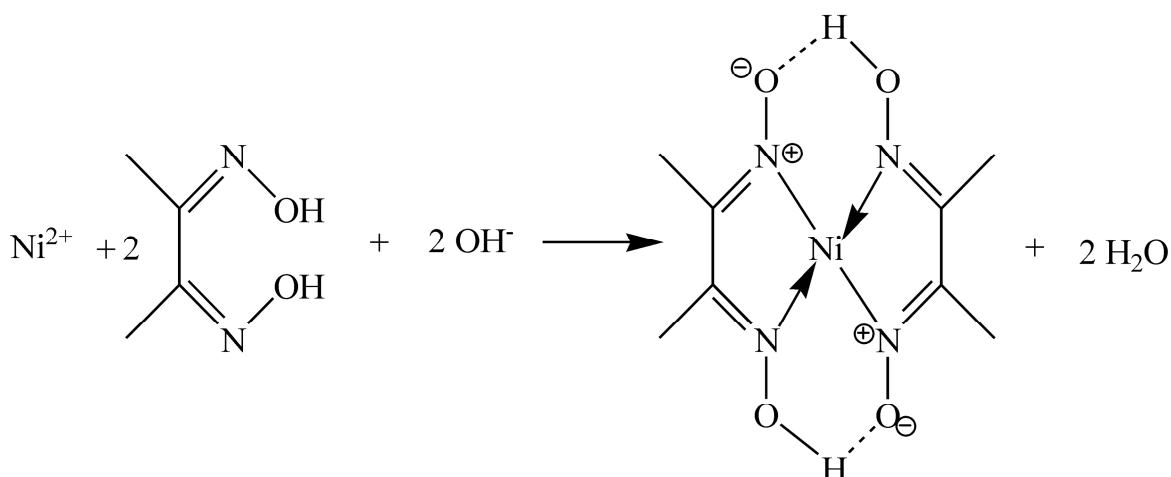
UWAGA! W wykonaniu próby przeszkadzają jony Fe^{3+} . W przypadku obecności tych jonów po dodaniu stałego rodanku amonu obserwujemy krwistoczerwone zabarwienie. W celu zamaskowania jonów żelaza dodajemy roztwór NaF aż do odbarwienia roztworu. Następnie postępujemy tak jak opisano powyżej.

- **wykrywanie jonów Ni^{2+}**

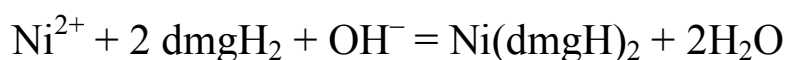
Do 1 mL roztworu wyjściowego należy dodać rozcieńczony roztwór amoniaku. Możliwe jest powstanie osadu, który jest mieszaniną wodorotlenków żelaza i chromu. Mieszaninę należy przesączyć a osad odrzucić. W przesączu znajdują się jony niklu w postaci kompleksu z amoniakiem:



Następnie do przesączu dodaje się kilka kropel roztworu dimetylogliksymu (dmgH_2). Tworzy on z jonami niklu trwałe kompleks, który wypada z roztworu w postaci różowego osadu:



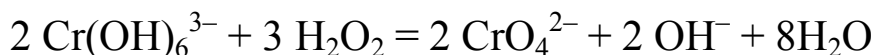
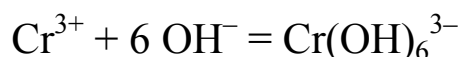
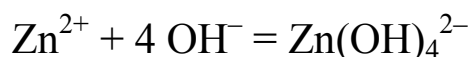
Dla powyższej reakcji można zastosować uproszczony zapis:



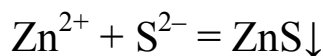
- **wykrywanie jonów Cr^{3+} i Zn^{2+}**

UWAGA! Reakcję należy wykonywać w zlewce ze względu jej bardzo gwałtowny przebieg.

Jony chromu i cynku można oddzielić od pozostałych kationów III grupy analitycznej wykorzystując ich właściwości amfoteryczne. W zlewce umieszczamy kilka mililitrów badanej mieszaniny i dodajemy stały wodorotlenek sodu (nadmiar). Do tej mieszaniny należy dodać kilka mililitrów roztworu nadtlenku wodoru. Następnie mieszaninę ogrzewamy do wrzenia w celu usunięcia nadmiaru H_2O_2 . Powstałą mieszaninę należy przesączyć (osad odrzucamy), do przesączu przechodzą jony cynku w postaci cynkanów, natomiast jony Cr^{3+} utleniają się do jonów chromianowych(VI) CrO_4^{2-} :



Żółte zabarwienie przesączu świadczy o obecności jonów chromianowych(VI). Kilka mililitrów przesączu zubożymy stężonym kwasem octowym i dodajemy roztworu wody siarkowodorowej. **Natychmiastowe** wytrącenie się białego osadu ZnS potwierdza obecność jonów Zn^{2+} w badanej próbce:



UWAGA! W przypadku obecności jonów CrO_4^{2-} mogą one utleniać H_2S do elementarnej siarki, która wytrąca się także w postaci białego osadu. Osad elementarnej siarki wytrąca się jednak dopiero po pewnym czasie a nie od razu jak w przypadku ZnS .

Ćwiczenie 3: Analiza mieszaniny kationów grupy IV i V

Grupa IV i V: Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+

Wykonanie ćwiczenia.

Część 1:

Analiza dwóch próbek zawierających po jednym kationie każda.

Student wykonuje co najmniej dwie reakcje charakterystyczne dla każdej próbki. Do każdej reakcji należy użyć maksymalnie 1 mL roztworu badanego. Student samodzielnie wybiera rodzaj reakcji charakterystycznej. W przypadku próbek kationów grup IV i V dla każdej próbki należy wykonać dodatkowo analizę płomieniową.

Sposób wykonania analizy płomieniowej:

- drucik platynowy zanurzamy w stężonym kwasie solnym i umieszczamy w płomieniu palnika w celu usunięcia zanieczyszczeń

- drucik platynowy zanurzamy w roztworze badanym i umieszczamy w płomieniu palnika. W oparciu o barwę płomienia utleniającego palnika określamy skład analizowanej próbki:

Ca^{2+} - barwa czerwona,

Ba^{2+} - barwa żółto-zielona

Na^+ - barwa żółto-pomarańczowa

K^+ - barwa fioletowa

Należy poprawnie zanalizować wydane próbki kationów, aby móc przystąpić do drugiej części ćwiczenia.

Część 2:

Analiza mieszaniny kationów: Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+

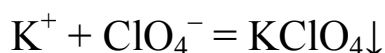
Bezpośrednio z tej mieszaniny kationów grup IV i V należy identyfikować jony Na^+ , K^+ i NH_4^+ .

- **wykrywanie jonów Na^+**

Jony sodu wykrywa się bezpośrednio z mieszaniny wyjściowej za pomocą analizy płomieniowej. UWAGA! Żółto-pomarańczowa barwa płomienia musi być bardzo intensywna aby wynik analizy był pozytywny.

- **wykrywanie jonów K^+**

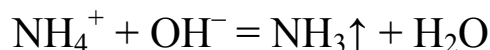
Do 1 mL mieszaniny wyjściowej dodaje się roztwór kwasu chlorowego(VII). W obecności jonów K^+ wytrąca się biały krystaliczny osad:



Kwas nadchlorowy daje osad także z jonami amonowymi jednak wytrąca on się tylko ze stężonych roztworów.

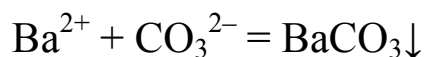
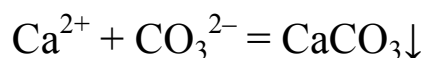
- **wykrywanie jonów NH_4^+**

Kilka mililitrów badanej mieszaniny umieszcza się na szkiełku zegarkowym i dodaje stałego wodorotlenku sodu. W przypadku obecności jonów NH_4^+ wyczuwalny jest intensywny zapach amoniaku:

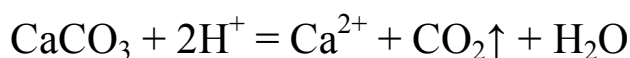


- **wykrywanie jonów Ca^{2+} , Ba^{2+} i Mg^{2+}**

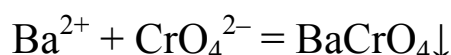
Jony Ca^{2+} i Ba^{2+} wytrącamy w postaci węglanów za pomocą odczynnika grupowego dla IV grupy. Odczynnik grupowy należy przygotować poprzez zmieszanie równych objętości roztworów $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ oraz NH_3 i dodanie niewielkiej ilości stałego NH_4Cl . W zlewce umieszczamy kilka mililitrów mieszaniny wyjściowej i dodajemy tą samą objętość odczynnika grupowego. Mieszaninę ogrzewamy do wrzenia w celu utworzenia krystalicznego osadu. Następnie uzyskaną mieszaninę sącymy: na sączku znajduje się osad (1) węglanów IV grupy natomiast przesącz (1) zawiera kationy V grupy i posłuży do identyfikacji jonów Mg^{2+} . Przesącz sprawdzamy na całkowitą wytrącenia IV grupy dodając niewielką ilość odczynnika grupowego. W przypadku ponownego wytrącenia się osadu powtarzamy sączenie.



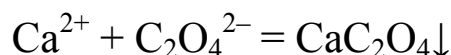
Osad (1) zawierający CaCO_3 oraz BaCO_3 przemywamy wodą destylowaną, przesącz po przemywaniu odrzucamy. Osad węglanów roztwarza się na sączku za pomocą stężonego kwasu octowego:



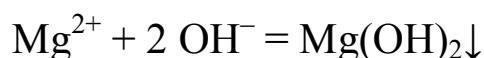
Przesącz (2) po roztwarzaniu węglanów, zawierający jony Ca^{2+} i Ba^{2+} zadaje się roztworem chromianu(VI) potasu. Z roztworu wytrącają się jony baru w postaci żółtego osadu chromianów (VI):



Następnie uzyskaną mieszaninę sączymy: na sączku znajduje się osad BaCrO_4 (2) natomiast przesącz (3) zawiera jony Ca^{2+} . Przesącz sprawdzamy na całkowitą wytrącenia BaCrO_4 dodając niewielką ilość roztworu K_2CrO_4 . W przypadku ponownego wytrącenia się osadu powtarzamy sączenie. Do przesączu (3) zawierającego jony wapnia dodajemy roztwór szczawianu amonu. Wytrącenie się białego osadu nierozpuszczalnego w kwasie octowym na gorąco potwierdza obecność jonów Ca^{2+} w badanej próbce:



Jony magnezu wykrywamy w przesączu (1) zawierającym kationy V grupy analitycznej. Przesącz dzielimy na dwie części: w pierwszej przeprowadzamy reakcje z roztworem NaOH . Powstanie galaretowatego osadu $\text{Mg}(\text{OH})_2$ potwierdza obecność jonów:



W drugiej części przeprowadzamy reakcje z roztworem Na_2HPO_4 – jony magnezu tworzą krystaliczny osad fosforanu(V) magnezu i amonu (amoniak jest składnikiem odczynnika grupowego):



Ćwiczenie 4: Analiza mieszaniny zawierającej do 9 kationów z zakresu ćwiczeń 1-3

Wykonanie ćwiczenia.

Analiza mieszaniny kationów grup IIA, III, IV i V.

Bezpośrednio z mieszaniny kationów IIA-V można zidentyfikować następujące jony: Fe^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , K^+ , NH_4^+ .

Sposób postępowania dla jonów Fe^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} opisano w ćwiczeniu 2.

Sposób postępowania dla jonów K^+ , NH_4^+ opisano w ćwiczeniu 3.

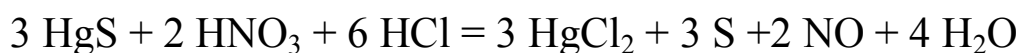
- **wykrywanie kationów grupy IIA**

W przypadku mieszaniny kationów wszystkich grup, kationy należące do grupy IIA wykrywasie za pomocą metody siarczkowej.

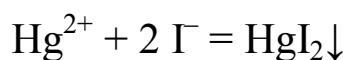
Kilka mililitrów badanej mieszaniny umieszcza się w zlewce i dodaje 1/5 objętości rozcieńczonego kwasu solnego. Następnie do tego roztworu dodaje się trójrotną objętość wody siarkowodorowej. W tych warunkach strącają się jedynie siarczki metali grupy IIA: PbS , HgS , CuS , Cu_2S , CdS i Bi_2S_3 .

Następnie uzyskaną mieszaninę sączymy: na sączku znajduje się osad (1) siarczków grupy II natomiast przesącz (1) zawiera kationy III, IV i V grupy. **Przesącz sprawdzamy na całkowitą wytrącenia II grupy dodając niewielką ilość odczynnika grupowego** i pozostawiamy do dalszych badań. W przypadku ponownego wytrącenia się osadu powtarzamy sączenie.

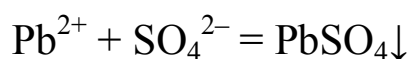
Osad (1) siarczków należy przemyć dokładnie wodą destylowaną, przesącz po przemywaniu odrzucamy. Osad (1) przenosi się do zlewki i zadaje 6M kwasem azotowym(V) i ogrzewa przez kilka minut. Wszystkie siarczki oprócz HgS roztarzają się w kwasie, produktem reakcji jest także siarka. Czarny osad HgS (2) i szary osad siarki dekantują się lub sączy i bada na obecność jonów rtęci. Przesącz (2) zawierający jony Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} i Bi^{3+} pozostawia się do dalszej analizy. Osad (2) siarczku rtęci ogrzewa się z niewielką ilością stężonego kwasu solnego dodając co pewien czas po kropli stężonego kwasu azotowego(V). Roztworzenie HgS przebiega według równania:



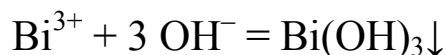
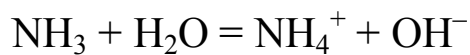
Otrzymany roztwór odparowuje się do objętości 1 mL i rozcieńcza wodą destylowaną. Do tego roztworu dodaje się rozcieńczony roztwór jodku potasu – powstanie czerwonego osadu potwierdza obecność jonów rtęci w badanej próbce.



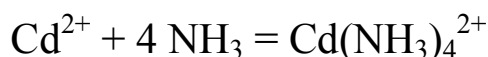
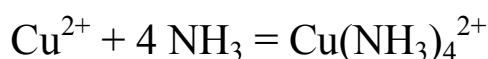
Do przesączu (2) zawierającego jony Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} i Bi^{3+} dodaje się kilka mililitrów kwasu siarkowego(VI) 1:1 i ogrzewa do pojawienia białych dymów. Następnie roztwór oziebia się w strumieniu zimnej wody i rozcieńcza wodą destylowaną. Wytrącenie się białego osadu (3) PbSO_4 świadczy o obecności jonów ołowiu.



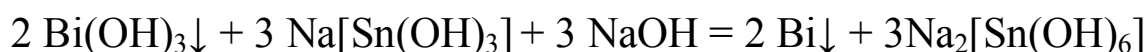
Osad siarcznu(VI) ołowiu(II) sączy się a do przesączu (3) zawierającego jony Cu^{2+} , Cd^{2+} i Bi^{3+} dodaje się stężonego roztworu amoniaku do uzyskania odczynu zasadowego. Pod wpływem amoniaku z roztworu wutrąca się wodorotlenek bizmutu:



Natomiast w roztworze pozostają jony miedzi i kadmu w postaci kompleksów amoniakalnych:

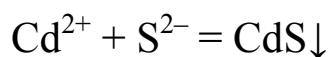


Osad $\text{Bi}(\text{OH})_3$ (4) sączy się i zadaje na sączku roztworem cyninu sodu (cynin sodu otrzymujemy przez zmieszanie roztworu SnCl_2 z nadmiarem NaOH). Można zaobserwować czernienie osadu wskutek powstania elementarnego bizmutu:



W przesączu (4) pozostałym po oddzieleniu wodorotlenku bizmutu znajdują się amoniakalne kompleksy miedzi i kadmu. Intensywne, niebieskie zabarwienie przesączu świadczy o obecności jonów Cu^{2+} . W przypadku obecności jonów miedzi należy je zamaskować przed przystąpieniem do wykrywania jonów Cd^{2+} ,

dodając kilka kropeł roztworu KCN do odbarwienia roztworu (**UWAGA! KCN dodajemy tylko w przypadku obecności jonów miedzi – roztwór musi być niebieski!**). Następnie do tego samego roztworu należy dodać roztwór wody siarkowodorowej. Powstanie żółtego osadu siarczku kadmu potwierdza obecność jonów Cd^{2+} w badanej mieszaninie:



- **wykrywanie jonów Cr^{3+} i Zn^{2+}**

Kationy Cr^{3+} i Zn^{2+} identyfikujemy przy pomocy reakcji opisanych w ćwiczeniu 2. **UWAGA!** Jeśli w mieszaninie kationów występują jony ołowiu to należy je przedtem wytrącić przy pomocy rozcieńczonego H_2SO_4 .

- **wykrywanie jonów Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} i Na^+**

Przed przystąpieniem do wykrywania powyższych kationów należy usunąć kationy grup IIA i III. W tym celu do kilku mililitrów mieszaniny wyjściowej dodaje się kilka mililitrów stężonego amoniaku oraz trójrotną objętość wody siarkowodorowej oraz niewielką ilość stałego NH_4Cl . Mieszaninę ogrzewa się kilka minut. W tych warunkach strącają się siarczki i wodorotlenki kationów grup IIA i III. Przesącz sprawdzamy na całkowitą wytrącenia dodając niewielką ilość H_2S – w razie konieczności sączymy ponownie. Przesącz zawierający kationy grup IV i V zateżamy do 1/3 objętości. Wykrywanie jonów Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} wykonujemy z uzyskanego przesączu za pomocą reakcji opisanych w ćwiczeniu 3. Z tego samego przesączu wykrywamy jony sodu za pomocą analizy płomieniowej.

Ćwiczenie 5: Analiza mieszaniny anionów wszystkich grup

Grupa I: Cl^- , Br^- , I^- , SCN^-

Grupa II i V: NO_2^- , S^{2-} , CH_3COO^- , NO_3^- , ClO_3^-

Grupa III: SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$

Grupa IV i VI: PO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, AsO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} , F^-

Część 1:

Analiza czterech próbek zawierających po jednym anionie każda.

W próbce nr 1 może znajdować się anion należący do I grupy

W próbce nr 2 może znajdować się anion z pośród I, II lub V grupy

W próbce nr 3 może znajdować się anion z pośród I, II, III lub V grupy

W próbce nr 4 może znajdować się anion z pośród wszystkich grup analitycznych.

Dla każdej próbki wykonujemy reakcje z AgNO_3 oraz BaCl_2 i sprawdzamy rozpuszczalność powstałego osadu w rozcieńczonym HNO_3 .

Na podstawie powyższych reakcji przyporządkowujemy badaną próbkę anionów do określonej grupy analitycznej.

Następnie wykonuje się co najmniej trzy dowolne reakcje charakterystyczne dla każdej próbki.

Należy poprawnie zanalizować wszystkie cztery próbki anionów, aby móc przystąpić do drugiej części ćwiczenia.

Część 2:

Analiza mieszaniny anionów wszystkich grup

Aniony wykrywa się za pomocą reakcji charakterystycznych bezpośrednio z mieszaniny. UWAGA! Jony ClO_3^- nie są wydawane w mieszaninie anionów.

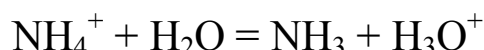
- **reakcja z nadmanganem potasowym**

1 mL badanej mieszaniny zakwaszamy rozcieńczonym kwasem siarkowym(VI). Następnie dodajemy kilka kropel roztworu KMnO_4 i obserwujemy czy następuje odbarwienie roztworu. Na zimno odbarwiają roztwór KMnO_4 następujące aniony o właściwościach redukujących: Br^- , I^- , SCN^- , NO_2^- , S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$.

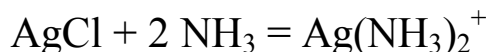
Natomiast dopiero po ogrzaniu próbki roztwór odbarwiają: Cl^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$.

- **próba na obecność I grupy anionów, wykrywanie jonów Cl^-**

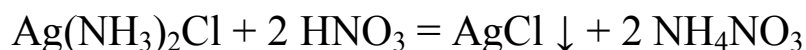
1 mL badanej mieszaniny zakwaszamy rozcieńczonym kwasem azotowym(V). Następnie dodajemy roztwór AgNO_3 i obserwujemy czy wytrąca się osad soli srebra. Wytrącenie osadu potwierdza obecność anionów należących do I grupy. Osad soli srebra przemywa się wodą destylowaną, przesącz po przemywaniu odrzucamy. Następnie osad przemywa się kilkakrotnie roztworem $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Jony amonowe w roztworze wodnym ulegają hydrolizie:



Niewielkie stężenie amoniaku powstałego w wyniku hydrolizy wystarcza do rozpuszczenia AgCl :

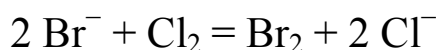
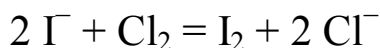


Przesącz zawierający amoniakalny kompleks srebra zakwasza się rozcieńczonym HNO_3 . Ponowne wytrącenie się białego osadu AgCl potwierdza obecność jonów chlorkowych:

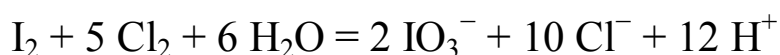


- **wykrywanie jonów Br^- i I^-**

Do 1 mL badanej mieszaniny do daje się 1 mL chloroformu oraz krople rozcieńczonego H_2SO_4 . Następnie dodaje się roztworu wody chlorowej. Jodki i bromi reagują regują z wodą chlorową z wydzieleniem jodu i bromu:



Mieszaninę wytsząsa się w celu wyekstrachowania jodu i bromu do warstwy chloroformu. Fioletowe zabarwienie warstwy choroformu wskazuje na obecność jodków. W celu wykrycia bromków w tej samej próbce należy utlenić jod do jodanów nadmiarem wody chlorowej:



Żółto-pomarańczowe zabarwienie warstwy chloroformu potwierdza obecność jonów Br^- .

- **wykrywanie jonów SCN^-**

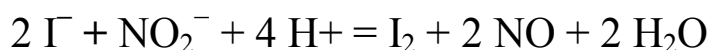
Jony rodankowe wykrywa się w reakcji z jonami Fe^{3+} , gdzie produktem jest krwistoczerwony kompleks:



UWAGA! Jony octanowe i jony jodkowe także reagują z jonami żelaza(III) dając odpowiednio czerwone i brunatne roztwory jednak zabarwienie nie jest tak intensywne jak w przypadku reakcji z rodankami.

- **wykrywanie jonów NO_2^-**

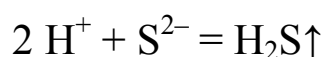
1 mL badanej mieszaniny zakwaszamy rozcieńczonym kwasem octowym. Następnie dodajemy kilka kropel roztworu KI i osbserwujemy czy pojawia się brunatne zabarwienie roztworu od wydzielonego jodu (do roztworu można dodać skrobi, wtedy obserwujemy intensywne niebieskie zabarwienie).



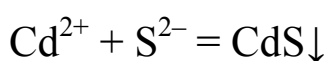
UWAGA! Analogiczną reakcję dają arseniany(V). Należy wykluczyć obecność jonów AsO_4^{3-} (patrz akapit wykrywanie jonów AsO_4^{3-}).

- **wykrywanie jonów S^{2-}**

Rozcieńczony kwas siarkowy rozkłada siarczki z wydzieleniem siarkowodoru, który ma nieprzyjemny, charakterystyczny zapach:

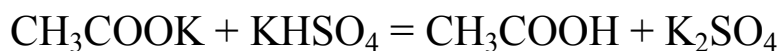


Jony siarczkowe wykrywa się także w reakcji z azotanem kadmu, gdzie powstaje charakterystyczny, żółty osad siarczku kadmu:



- **wykrywanie jonów CH_3COO^-**

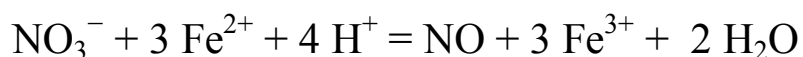
Kilka mililitrów badanej mieszaniny odparawuje się do sucha. Pozostałość uciera się ze stałym KHSO_4 . W przypadku obecności jonów CH_3COO^- wyczuwalny jest intensywny zapach octu:



- **wykrywanie jonów NO_3^-**

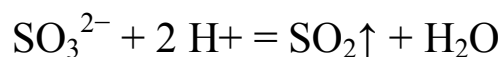
Wykrywanie jonów azotanowych(V) przeprowadza się za pomocą reakcji obrączkowej. Przed wykonaniem próby należy usunąć jony przeszkadzające dodając czterokrotny nadmiar roztworu Ag_2SO_4 . Osad wytrąconych soli srebra odrzuca się, natomiast w przesączu po sprawdzeniu na całkowitą wytrącenia wykrywa się jony NO_3^- (w przypadku zbyt dużego rozcieńczenia roztworu przesącz można zatężyć do pierwotnej objętości).

Do 1 mL przesączu dodaje się tą samą objętość stężonego kwasu siarkowego(VI). Mieszaninę oziębia się w strumieniu zimnej wody. Następnie w drugiej probówce należy przygotować stężony roztwór soli żelaza(II). Roztwór soli żelaza(II) dodajemy do oziębionego roztworu, ostrożnie, po ściankach probówki, tak aby roztwory nie mieszały się. W przypadku obecności jonów azotanowych(V) na styku obu warstw pojawi się brunatna obrączka.



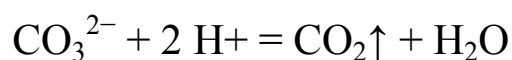
- **wykrywanie jonów SO_3^{2-}**

Kilka mililitrów badanej mieszaniny umieszcza się na szkiełku zegarkowym i dodaje rozcieńczony kwas siarkowy(VI). W przypadku obecności jonów SO_3^{2-} wyczuwalny jest charakterystyczny zapach palonej siarki:



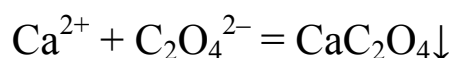
- **wykrywanie jonów CO_3^{2-}**

Węglany łatwo rozkładają się pod wpływem rozcieńczonych kwasów mineralnych czemu towarzyszy burzliwe wydzielanie bezwonnego CO_2 .



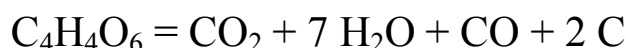
- **wykrywanie jonów $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$**

Jony szczawianowe wykrywa się w reakcji z azotanem wapnia. Wytrącanie się białego osadu, nierozpuszczalnego w kwasie octowym na gorąco potwierdza obecność anionu $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$:



- **wykrywanie jonów $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$**

Kilka mililitrów badanej mieszaniny odparawuje się do sucha. Do pozostałości dodaje się niewielką ilość stężonego H_2SO_4 . Winiany pod wpływem kwasu ulegają zwęgleniu, czemu towarzyszy charakterystyczny zapach karmelu:



- **wykrywanie jonów AsO_4^{3-}**

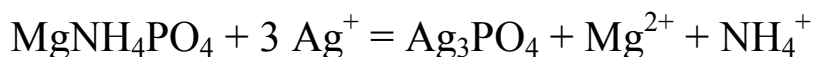
Do 2 mL mieszaniny wyjściowej dodajemy 0,5 mL stężonego kwasu solnego oraz kilkukrotny nadmiar wody siarkowodorowej. Następnie probówkę ogrzewamy kilkanaście minut w łaźni wodnej. W przypadku obecności jonów arsenianowych(V) wytrąca się z roztworu żółty siarczek arsenu.

- **wykrywanie jonów PO_4^{3-}**

Jony fosforanowe(V) wykrywa się w reakcji z mieszaniną magnezową ($\text{MgCl}_2 + \text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$). Powstały biały, krystaliczny osadu należy przesączyć:



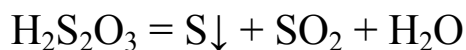
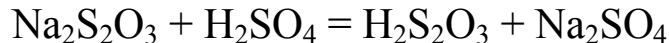
Osad fosforanu magnezu i amonu należy zwilżyć na sączku roztworem AgNO_3 . Osad zmieni zabarwienie z białego na żółte w skutek powstania Ag_3PO_4 .



UWAGA! W przeprowadzeniu reakcji przeszkadzają jony arsenianowe(V). W przypadku obecności tych jonów należy je strącić w postaci siarczków, a w przesączu po zobojętnieniu go amoniakiem można wykrywać jony fosforanowe(V) jak opisano powyżej.

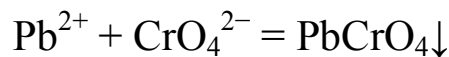
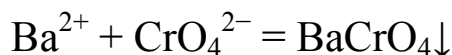
- **wykrywanie jonów $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$**

Jony tiosiarczanowe rozkładają się pod wpływem rozcieńczonych kwasów mineralnych z wydzieleniem żółtego osadu elementarnej siarki:



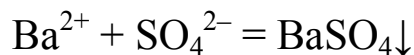
- **wykrywanie jonów CrO_4^{2-}**

O obecności jonów chromianowych(VI) w badanej próbce świadczy żółte zabarwienie roztworu. Jony CrO_4^{2-} strącają żółte osady z jonami baru i ołowiu:



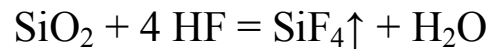
- **wykrywanie jonów SO_4^{2-}**

1 mL mieszaniny wyjściowej zakwasza się rozcieńczonym kwasem azotowym(V) i dodaje roztworu BaCl_2 . Z roztworu wytrąca się biały osad BaSO_4 :



- **wykrywanie jonów F⁻**

Kilka mililitrów badanej mieszaniny odparowuje się do sucha. Pozostałość umieszcza się na otłuszczonej płytce szklanej i dodaje kilka kropel stężonego kwasu siarkowego(VI). Płytkę pozostawia się na 1 godzinę. Po spłukaniu substancji ze szkła można zauważyć, że w miejscu styku z substancją szkło uległo wytrawieniu (zmatowienie płytki):



Ćwiczenie 6: Analiza trzech soli – kation i anion wybrane spośród powyższych

Student otrzymuje do analizy trzy próbki soli, w tym jedną słabo rozpuszczalną.

Na podstawie przeprowadzonych reakcji analitycznych trzeba określić wzór sumaryczny wydanych soli.

Przed przystąpieniem do analizy należy część otrzymanej substancji stałej przeprowadzić do roztworu.

W celu przeprowadzenia soli trudno rozpuszczalnej do roztworu stosujemy następujący tok postępowania:

- rozpuszczanie w gorącej wodzie
- rozpuszczanie w rozcieńczonych roztworach kwasów mineralnych na zimno
- rozpuszczanie w rozcieńczonych roztworach kwasów mineralnych na gorąco
- rozpuszczanie w stężonych roztworach kwasów mineralnych na zimno
- rozpuszczanie w stężonych roztworach kwasów mineralnych na gorąco

UWAGA! W wyniku dodawania kwasu, niektóre aniony mogą ulegać rozkładowi. Przed wykonywaniem reakcji analitycznych roztwór należy zobojętnić za pomocą roztworu NH_3 . W trakcie dalszej analizy należy pamiętać o wprowadzonych wcześniej jonach.

Następnie przeprowadzamy reakcje roztworu soli z odczynnikami grupowymi kationów. Do 1 mL roztworu soli dodajemy kolejno odczynniki grupowe kationów. Wytrącenie osadu wskazuje na określoną grupę analityczną kationów. Następnie przeprowadzamy reakcje analityczne w obrębie danej grupy kationów w celu identyfikacji konkretnego kationu wchodzącego w skład soli.

Wykrywanie anionów należy rozpocząć od przeprowadzenia reakcji z AgNO_3 oraz $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ i sprawdzenia rozpuszczalności powstałego osadu w rozcieńczonym HNO_3 .

Na podstawie powyższych reakcji przyporządkowujemy badaną próbkę anionów do określonej grupy analitycznej. W celu identyfikacji anionu wykonujemy reakcje charakterystyczne w obrębie danej grupy anionów.

Literatura

J. Prejzner: Chemia nieorganiczna. Laboratorium, *Wydawnictwo PG*, 2004

Z. Michałowski, J. Prejzner: Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej, *Wydawnictwo PG*, 1995

J. Minczewski, Z. Marczenko: Chemia analityczna 1, Podstawy teoretyczne i analiza jakościowa, *Wydawnictwo Naukowe PWN*, 1997

A. Bielański: Podstawy Chemii Nieorganicznej, *Wydawnictwo Naukowe PWN*, 2002