



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Instrukcje do ćwiczeń on-line dla Studentów kierunku Chemia 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”.

Instrukcja do ćwiczeń laboratoryjnych z przedmiotu Chemia nieorganiczna dla studentów III semestru kierunku Chemia.

Politechnika Gdańska, Wydział Chemiczny,

Katedra Chemii Nieorganicznej

Katarzyna Baranowska

2013

Spis treści

Ćwiczenie 1 Analiza jakościowa pojedynczych anionów.....	3
Ćwiczenie 2 Analiza jakościowa mieszaniny anionów.....	10
Ćwiczenie 3 Analiza jakościowa pojedynczych soli.....	14
Ćwiczenie 4 Analiza jakościowa mieszaniny soli.....	17
Ćwiczenie 5 Analiza jakościowa substancji nieorganicznych.....	19

W ramach ćwiczeń studenci kontynuują (rozpoczęte w semestrze II) poznawanie właściwości fizycznych i chemicznych związków nieorganicznych oraz prostych metod ich separacji i identyfikacji. Opanowują także podstawy eksperymentalne chemii nieorganicznej.

Ćwiczenie 1 Analiza jakościowa pojedynczych anionów.

1. Wstęp

Zgodnie z klasyczną systematyką wg Bunsena, aniony dzieli się na VII grup analitycznych. Podział ten jest oparty na reakcjach z jonami Ag^+ i Ba^{2+} (stosuje się roztwory 0,1 M AgNO_3 i 0,1 M BaCl_2). Biorąc pod uwagę rozpuszczalność soli srebra i baru, można zaliczyć dany anion do jednej z siedmiu grup analitycznych co przedstawiono w tabeli poniżej (w tabeli 1 umieszczono te aniony, które identyfikuje się na ćwiczeniach laboratoryjnych).

Tabela 1. Podział anionów na grupy analityczne wg. Bunsena

Numer grupy	Aniony	Zachowanie anionów względem odczynników grupowych jakimi są: 0,1 mol/dm ³ roztwory AgNO_3 i BaCl_2
I	Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$, $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$,	Jony Ag^+ biały, żółty lub pomarańczowy osad nierozpuszczalny w HNO_3
		Jony Ba^{2+} brak osadu
II	S^{2-} , NO_2^- , CH_3COO^-	Jony Ag^+ czarny lub biały osad rozpuszczalny w HNO_3
		Jony Ba^{2+} brak osadu
III	SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$, BO_2^- ,	Jony Ag^+ biały osad rozpuszczalny w HNO_3
		Jony Ba^{2+} biały osad rozpuszczalny w HNO_3
IV	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , AsO_4^{3-} , PO_4^{3-}	Jony Ag^+ barwny osad rozpuszczalny w HNO_3
		Jony Ba^{2+} barwny osad rozpuszczalny w HNO_3
V	NO_3^- , ClO_3^- , MnO_4^-	Jony Ag^+ brak osadu
		Jony Ba^{2+} brak osadu
VI	SO_4^{2-} , F^-	Jony Ag^+ brak osadu
		Jony Ba^{2+} biały osad nierozpuszczalny w HNO_3
VII	SiO_3^{2-}	Jony Ag^+ żółty osad rozpuszczalny w HNO_3 .
		Jony Ba^{2+} biały osad rozpuszczalny w HNO_3 . Przy odparowaniu ze stężonym HCl wytrąca się nierozpuszczalny osad

2. Zagadnienia kolokwialne:

- ✓ Podział anionów na grupy analityczne wg Bunsena
- ✓ Reakcje anionów z odczynnikami grupowymi
- ✓ Rozpuszczalność osadów w wodzie i roz. HNO_3
- ✓ Reakcje charakterystyczne dla poszczególnych anionów

3. Cele do osiągnięcia przez studenta:

- ✓ Student zna podział anionów na grupy analityczne wg Bunsena
- ✓ Student potrafi napisać reakcje z odczynnikami grupowymi
- ✓ Zna barwy osadów
- ✓ Potrafi określić rozpuszczalność osadów w wodzie i rozcieńczonym HNO_3
- ✓ Potrafi zapisać reakcje charakterystyczne dla poszczególnych anionów

4. Wykonanie

W ćwiczeniu 1 student otrzymuje 5 roztworów soli pojedynczych anionów (w każdej probówce znajduje się 1 anion).

- A. Przystępując do analizy najpierw należy wykonać reakcje z odczynnikami grupowymi. Przynależność anionu do którejś z grup stwierdza się zawsze na podstawie reakcji z obydwoma odczynnikami oraz sprawdzeniu rozpuszczalności ewentualnych osadów w HNO_3 . Należy pamiętać, że AgNO_3 wytrąca jedynie ze stężonych roztworów octanów biały osad. Brak osadu nie wyklucza obecności tego jonu w badanej próbce.
- B. Następnie przeprowadza się reakcję charakterystyczną dla danego anionu. Jest to reakcja, w której reaguje tylko jeden z wykrywanych jonów lub w wyniku tej reakcji obserwuje się charakterystyczny kolor osadu. Jest to tak zwana reakcja potwierdzająca.

Reakcje charakterystyczne dla poszczególnych anionów:

Anion chlorkowy Cl^-

Azotan (V) srebra (I) wytrąca z roztworów chlorków biały serowaty osad $\text{AgCl}\downarrow$, który na świetle przybiera barwę szarofioletową (wskutek fotochemicznego rozkładu). Osad ten

roztwarza się w amoniaku, a po zakwaszeniu rozcieńczonym HNO_3 wytrąca się ponownie $\text{AgCl}\downarrow$.

Anion bromkowy Br^-

Woda chlorowa (Cl_2 aq) wypiera z roztworów zawierających bromki wolny brom. Wydzielony brom rozpuszcza się w rozpuszczalniku organicznym np. chloroformie (CHCl_3) lub tetrachlorku węgla (CCl_4) dodanym do próbki barwiąc go na żółto (przy większych stężeniach na brązowo).

Anion jodkowy I^-

1. Jony Hg^{2+} wytrącają z roztworów zawierających jodki ceglastoczerwony osad jodku rtęci(II) $\text{HgJ}_2\downarrow$, rozpuszczalny w nadmiarze J^- z utworzeniem bezbarwnego jonu kompleksowego tetrajodortęcianowego $[\text{HgJ}_4]^{2-}$.

2. Jony Pb^{2+} wytrącają z roztworów zawierających jony jodkowe żółty osad jodku ołowiu(II) $\text{PbJ}_2\downarrow$, który rozpuszcza się w gorącej wodzie, a po ostudzeniu ponownie wytrącony osad $\text{PbJ}_2\downarrow$ ma postać błyszczących złocistych blaszek.

3. Woda chlorowa (Cl_2 aq) wypiera z roztworów zawierających jodki wolny jod, który rozpuszcza się z fioletowym zabarwieniem w chloroformie (CHCl_3) lub tetrachlorku węgla (CCl_4) dodanym do próbki. Nadmiar wody chlorowej utlenia wydzielony jod do bezbarwnego kwasu jodowego (V) HIO_3 .

Anion tiocyjanianowy SCN^-

1. Jony Fe^{3+} w obecności SCN^- tworzą w środowisku kwaśnym lub obojętnym jony kompleksowe od $[\text{Fe}(\text{SCN})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$ do $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ o zabarwieniu krwistoczerwonym.

2. Jony Co^{2+} wprowadzone w niewielkiej ilości do roztworu o bardzo dużym stężeniu jonów SCN^- powoduje powstanie jonu tetratiocyjanianokobaltanowego(II), który barwi dodany alkohol izoamylowy na niebiesko (reakcja Vogla).

Anion heksacyjanożelazianowy (II) $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$

Jony Fe^{3+} wytrącają z roztworów zawierających $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ ciemnoniebieski osad heksacyjanożelazianu (II) żelaza (III) tzw. błękit pruski.

Anion heksacyjanożelazianowy (III) $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$

Jony Fe^{2+} wytrącają z kwaśnych i obojętnych roztworów zawierających $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ ciemnoniebieski osad heksacyjanożelazianu (III) żelaza (II) tzw. błękit Turnbulla.

Anion siarczkowy S^{2-}

Rozcieńczony kwas H_2SO_4 lub solny dodany do roztworów siarczków powoduje wydzielenie siarkowodoru o charakterystycznym zapachu zgniłych jaj. Bibuła zwilżona roztworem octanu kadmu i przyłożona do wylotu probówki żółknie pod wpływem wydzielającego się $\text{H}_2\text{S}\uparrow$ ($\text{CdS}\downarrow$).

Anion azotanowy (III) NO_2^-

FeSO_4 w środowisku słabo kwaśnym w obecności jonów NO_2^- przybiera zabarwienie brunatne w wyniku powstania kompleksu pentaakwanitrozyłożelaza (II) $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{NO})]^{2+}$. Do probówki zawierającej badany roztwór dodaje się parę kryształków FeSO_4 i powoli po ściance probówki wlewa się rozcieńczony kwas H_2SO_4 . W miejscu zetknięcia się roztworów powstaje brunatny pierścień. Test znany jest pod nazwą "reakcji obrączkowej"

Anion octanowy CH_3COO^-

Rozcieńczony kwas H_2SO_4 dodany do roztworów zawierających octany wypiera wolny kwas octowy, który można wykryć po charakterystycznym zapachu. Do probówki zawierającej badany roztwór dodać rozcieńczonego kwasu siarkowego (VI) i delikatnie podgrzać. Druga metoda polega na odparowaniu do sucha kilka cm^3 próbki roztworu wyjściowego, a suchą pozostałość utrzeć z KHSO_4 . W obecności octanów w obu przypadkach czuć charakterystyczny zapach octu.

Anion siarczanowy (IV) SO_3^{2-}

Manganian (VII) potasu (KMnO_4) odbarwia się pod wpływem jonów SO_3^{2-} na skutek redukcji. Siarczany (IV) zostają utlenione do siarczanów (VI).

Anion węglanowy CO_3^{2-}

Węglany pod wpływem działania kwasów (np. rozcieńczonego H_2SO_4) ulegają rozkładowi z wydzielaniem $\text{CO}_2\uparrow$. Powstający gaz można zidentyfikować przez wprowadzenie na szklanej bagietce kropli wody wapiennej (roztwór $\text{Ca}(\text{OH})_2$) lub barytowej (roztwór $\text{Ba}(\text{OH})_2$) do wydzielającego się $\text{CO}_2\uparrow$. Zmętnienie kropli na skutek wytracenia się osadu $\text{CaCO}_3\downarrow$ lub $\text{BaCO}_3\downarrow$ potwierdza obecność CO_3^{2-} . Kropla rozcieńczonego roztworu KMnO_4 , umieszczona w podobny sposób w wydzielającym się gazie, nie ulega odbarwieniu.

Anion szczawianowy $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$

Jony Ca^{2+} wytrącają z roztworów zawierających szczawiany biały osad $\text{CaC}_2\text{O}_4\downarrow$. Do próbki zawierającej badany roztwór dodać kwasu octowego, a następnie CaCl_2 . Osad szczawianu wapnia roztwarza się w kwasach mineralnych, a nie roztwarza się w kwasie octowym.

Anion winianowy $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$

Stężony H_2SO_4 rozkłada winiany zwęglaając je, po czym pojawia się zapach karmelu. W małej parownicy odparować do sucha parę cm^3 badanej próbki, a następnie dodać kilka kropli stężonego kwasu siarkowego (VI). Ciemnobrunatny kolor roztworu i zapach palonego cukru świadczy o obecności jonów $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$.

Anion boranowy BO_2^-

Alkohol metylowy tworzy z kwasem borowym w czasie ogrzewania lotne estry kwasu borowego, które zabarwiają płomień na kolor zielony. Stężony kwas siarkowy (VI) uwalnia H_3BO_3 z roztworów soli i wiąże wodę powstałą w procesie estryfikacji. W małej parownicy odparować do sucha kilka cm^3 próbki, po ochłodzeniu dodać kilka kropli stężonego H_2SO_4 i około 1 cm^3 metanolu. Zawartość parownicy należy wymieszać i zapalić. Zielone zabarwienie płomienia świadczy o obecności jonów BO_2^- .

Anion tiosiarczanowy (VI) $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

Azotan (V) srebra (I) dodany w nadmiarze wytrąca z roztworów zawierających tiosiarczany (VI) biały osad $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3\downarrow$, który przyjmuje kolejno zabarwienie żółte, brunatne i przechodzi w czarne ($\text{Ag}_2\text{S}\downarrow$). Rozcieńczony kwas HCl dodany do roztworu zawierającego tiosiarczany rozkłada je z wydzielaniem wolnej siarki.

Anion chromianowy (VI) CrO_4^{2-}

Jon CrO_4^{2-} jest barwy żółtej. Rozcieńczony H_2SO_4 powoduje przejście chromianów CrO_4^{2-} w dichromiany $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ i związaną z tym zmianę barwy roztworu z żółtej na pomarańczową.

Anion arsenianowy (V) AsO_4^{3-}

Azotan (V) srebra (I) wytrąca z roztworów arsenianów (V) czekoladowobrnatny osad $\text{Ag}_3\text{AsO}_4\downarrow$.

Anion fosforanowy (V) PO_4^{3-}

Mieszanina magnezowa (MgCl_2 , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i NH_4Cl) wytrąca z roztworów zawierających PO_4^{3-} biały krystaliczny osad $\text{MgNH}_4\text{PO}_4\downarrow$.

Anion azotanowy (V) NO_3^-

Reakcja obrączkowa: FeSO_4 w obecności **stężonego** H_2SO_4 powoduje redukcję jonu NO_3^- do tlenku NO, który z Fe^{2+} tworzy jon kompleksowy $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{NO})]^{2+}$ o brązowym zabarwieniu. Do próbki pierwotnej dodać stężonego H_2SO_4 (obj. 1:1), całość dobrze wymieszać i schłodzić, najlepiej trzymając probówkę w strumieniu zimnej wody. Następnie ostrożnie po ściance probówki wlać świeżo sporządzony, stężony roztwór soli Mohra, tak by pomiędzy kwasem, a próbką była wyraźna granica. W przypadku obecności azotanów (V) na granicy faz tworzy się brunatna obrączka.

Anion chloranowy (V) ClO_3^-

Reduktory np. FeSO_4 , azotany (III) w środowisku kwaśnym oraz metale np. Al, Zn, stop Devarda w środowisku zasadowym, redukują chlorany (V) do chlorków, które następnie wykrywa się roztworem AgNO_3 po uprzednim zakwaszeniu badanej próbki kwasem HNO_3 (patrz reakcja charakterystyczna na chlorki).

Anion manganowy (VII) MnO_4^-

Jon MnO_4^- w roztworach wodnych ma barwę fioletową. Pod wpływem reduktorów (np. Fe^{2+} , Br^- , I^- , S^{2-} , NO_2^- , SO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) w środowisku kwaśnym (rozcieńczony H_2SO_4) następuje odbarwienie wskutek redukcji Mn(VII) do Mn(II).

Anion siarczanowy (VI) SO_4^{2-}

Chlorek baru wytrąca z roztworów zawierających jony siarczanowe (VI) biały krystaliczny osad $\text{BaSO}_4\downarrow$, nierozpuszczalny w rozcieńczonych kwasach mineralnych nawet po ogrzaniu.

Anion fluorkowy F^-

Stężony H_2SO_4 wydziela z fluorków fluorowodór.

Wykonanie testu: "trawienie szkła" - na odtłuszczonej płytce szklanej umieścić kilka kropli próbki (zagęszczonej przez odparowanie) i 2- 3 krople stężonego H_2SO_4 . Płytkę lekko ogrzać i po około 30 min. zlać badany roztwór. Zaobserwowane zmatowienie szkła potwierdza obecność jonu F^- .

Anion krzemianowy SiO_3^{2-}

Sole amonowe mocnych kwasów np. NH_4Cl wytrącają z roztworów krzemianów litowców, biały galaretowaty osad kwasów krzemowych $\text{H}_4\text{SiO}_4\downarrow$.

5. Sprawozdanie

W sprawozdaniu należy podać numer próbki i jaki anion został w niej wykryty. Należy zapisać równania chemiczne najważniejszych z przeprowadzonych reakcji, na podstawie których dany anion został zidentyfikowany.

6. Literatura

- a) J. Prejzner: Chemia nieorganiczna. Laboratorium, Wydawnictwo PG, 2004
- b) Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna, Tom 1, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2005.
- c) Szmał S., Lipiec T., Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, 1997.

Ćwiczenie 2 Analiza jakościowa mieszaniny anionów.

1. Wstęp

Analiza jakościowa mieszaniny anionów różni się w znacznym stopniu od analizy kationów. O ile w analizie kationów stosuje się systematyczny rozdział, o tyle w analizie anionów postępowanie takie nie zawsze jest celowe. Przeprowadzenie rozdziału anionów bywa często czasochłonne, zachodzi również konieczność stworzenia odpowiednich warunków, w których nie zachodziłyby przemiany chemiczne np. utlenianie lub redukcja samych anionów. Przemiany te obejmują również ulatnianie się łatwo lotnych i nietrwałych kwasów ze środowiska reakcji. Dlatego do wykrywania poszczególnych anionów stosuje się próbki roztworu wyjściowego.

2. Zagadnienia kolokwialne:

- ✓ Znajomość jonów przeszkadzających w wykrywaniu poszczególnych anionów
- ✓ Sposoby eliminacji jonów przeszkadzających
- ✓ Rozpuszczalność i barwy osadów
- ✓ Reakcje charakterystyczne dla obowiązujących anionów

3. Cele do osiągnięcia przez studenta:

- ✓ Student potrafi dokonać analizy jakościowej mieszaniny anionów.
- ✓ Student zna jony przeszkadzające
- ✓ Student potrafi wyeliminować jony przeszkadzające w wykrywaniu poszczególnych anionów
- ✓ Potrafi zapisać równania chemiczne z przeprowadzanych reakcji

4. Wykonanie

W ćwiczeniu 2 student otrzymuje mieszaninę anionów wybranych spośród: Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , CH_3COO^- , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , BO_2^- , PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , NO_3^- i SO_4^{2-} . Przystępując do analizy mieszaniny, należy pamiętać, że w wykonaniu reakcji charakterystycznych na poszczególne aniony (opisane w ćwiczeniu pierwszym) mogą przeszkadzać inne jony znajdujące się w roztworze. Jony te należy w pierwszej kolejności usunąć. W mieszaninie roztworu wyjściowego nie mogą znajdować się jednocześnie utleniacze i reduktory.

Analizę mieszaniny anionów należy rozpocząć od sprawdzenia, czy obecne są w niej siarczany (VI), siarczki i siarczany (IV).

Wykrywanie siarczanów (VI) SO_4^{2-}

Do badanej próbki należy dodać rozcieńczonego HNO_3 i roztworu BaCl_2 . Powstały biały osad potwierdza obecność jonu SO_4^{2-} w roztworze wyjściowym.

Wykrywanie siarczków S^{2-}

Do próbki roztworu wyjściowego dodać soli kadmu, która tworzy z siarczkami charakterystyczny żółty osad $\text{CdS}\downarrow$.

Wykrywanie siarczanów (IV) SO_3^{2-}

Pod wpływem jonów SO_3^{2-} w środowisku obojętnym nastąpi natychmiastowe odbarwienie roztworu KMnO_4 (dodać parę kropli rozcieńczonego roztworu). Siarczany (IV) zostaną utlenione do siarczanów (VI) (dlatego na początku należy sprawdzić czy obecne są siarczany (VI)), a KMnO_4 przechodzi w nierozpuszczalny ciemnobrunatny ditlenek manganu $\text{MnO}_2\downarrow$.

Jeżeli w roztworze wyjściowym znajdują się siarczki i/lub siarczany (IV) należy oba jony usunąć z mieszaniny wyjściowej, gdyż przeszkadzają one w wykrywaniu wielu z pozostałych jonów. Eliminacji tych jonów przeszkadzających dokonuje się poprzez utlenienie ich do siarczanów (VI) za pomocą wody utlenionej H_2O_2 . Reakcję można przyspieszyć ogrzewając próbkę.

Wykrywanie chlorków Cl^-

Wykrywanie Cl^- w obecności Br^- i I^- następuje na drodze frakcjonowanego wytrącania. Badaną próbkę należy zakwasić HNO_3 , dodać rozcieńczonego AgNO_3 i lekko ogrzać. Powstały osad odsączyć. Jeżeli w próbce obecne są bromki i (lub) jodki powstały osad ma barwę żółtą. Należy ponownie dodać AgNO_3 do przesącza, ogrzać i odsączyć. Czynności te powtórzyć kilka razy. W przypadku obecności chlorków otrzymuje się biały osad $\text{AgCl}\downarrow$, który na powietrzu przybiera zabarwienie szarofioletowe. Próbę frakcjonowanego strącania należy wykonywać bardzo starannie.

Wykrywanie jodków I^- i bromków Br^-

Po usunięciu jonów siarczkowych S^{2-} i siarczanów (IV) SO_3^{2-} do 1 – 2 cm³ badanej próbki dodać około 1 cm³ chloroformu ($CHCl_3$), 1cm³ H_2SO_4 i kilka kropli wody chlorowej (Cl_2 aq), całość energicznie wytrząsnąć. W obecności jodków warstwa organiczna zabarwia się na fioletowo od wydzielonego w reakcji jodu. Następnie dodawać kolejne porcje wody chlorowej wytrząsając do odbarwienia się warstwy organicznej (utworzenie bezbarwnego HIO_3).

Wprowadzenie nadmiaru wody chlorowej powoduje utlenienie bromków do bromu. Warstwa chloroformu zabarwia się na kolory od jasnożółtego do brązowego. Przy braku bromków warstwa organiczna pozostaje bezbarwna. Wodę chlorową należy dodawać małymi porcjami, aby nie przeoczyć kolejnych etapów reakcji.

Wykrywanie jonu CH_3COO^-

Po usunięciu jonów siarczkowych S^{2-} można wykonać reakcje charakterystyczne opisane w ćwiczeniu 1.

Wykrywanie węglanów CO_3^{2-}

Przy wykrywaniu węglanów przeszkadzają siarczki S^{2-} i siarczany (IV) SO_3^{2-} . Po eliminacji jonów przeszkadzających przeprowadza się reakcje charakterystyczną dla jonu CO_3^{2-} (podaną w ćwiczeniu 1).

Wykrywanie jonu BO_2^-

Reakcja charakterystyczna opisana w ćwiczeniu 1.

Wykrywanie fosforanów (V) PO_4^{3-} i arsenianów (V) AsO_4^{3-}

Do próbki roztworu wyjściowego dodać stężonego kwasu solnego i wody siarkowodorowej. Próbkę ogrzać. Wytrącanie się żółtego osadu będącego mieszaniną As_2S_5 , As_2S_3 i S świadczy o obecności jonów AsO_4^{3-} . Sprawdzić całkowitość wytrącenia. Osad należy odsączyć, a do przesączu dodać amoniaku i mieszaniny magnezowej. Pojawienie się białego osadu $MgNH_4PO_4\downarrow$ świadczy o obecności jonów PO_4^{3-} . Osad odsączyć. W celu potwierdzenia obecność jonów fosforanowych (V) połączyć znajdujący się na sączku osad roztworem $AgNO_3$. Pojawienie się żółtego osadu potwierdza obecność jonów fosforanowych (V) w próbce.

Wykrywanie azotanów (V) NO_3^-

Przy wykrywaniu azotanów (V) NO_3^- za pomocą reakcji obrączkowej przeszkadzają: jodki I^- , bromki Br^- , siarczany (IV) SO_3^{2-} i chromiany (VI) CrO_4^{2-} . Jony te usuwa się, wytrąsając próbkę z Ag_2SO_4 . Po oddzieleniu osadu, sprawdza się całkowitą wytrącenia soli srebra. Roztwór zateżyć przez odparowanie próbki do połowy. Z przesączu wykonać test na azotany (V) (reakcja obrączkowa).

Wykrywanie chromianów (VI) CrO_4^{2-}

O obecności jonów CrO_4^{2-} w badanej próbce świadczy już żółte zabarwienie roztworu wyjściowego.

5. Sprawozdanie

W sprawozdaniu należy podać skład otrzymanej mieszaniny anionów. Należy zapisać równania chemiczne najważniejszych z przeprowadzonych reakcji.

6. Literatura

- a) J. Prejzner: Chemia nieorganiczna. Laboratorium, Wydawnictwo PG, 2004
- b) Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna, Tom 1, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2005.
- c) Szmal S., Lipiec T., Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, 1997.

Ćwiczenie 3 Analiza jakościowa pojedynczych soli.

1. Wstęp

Analiza jakościowa pojedynczych soli składa się z badań wstępnych i analizy kationu oraz anionu. Do badań wstępnych zaliczamy:

Badanie rozpuszczalności, które zaczyna się zawsze od prób w wodzie destylowanej, w następnej kolejności stosuje się rozcieńczony kwas HCl, stężony kwas HCl, rozcieńczony kwas HNO₃, stężony kwas HNO₃, mieszanina stężonych kwasów HCl + HNO₃ (woda królewska 3+1), mocne zasady. Próby przeprowadza się w temperaturze pokojowej, a przy braku efektu podgrzewamy, aż do temperatury wrzenia rozpuszczalnika.

Podczas rozpuszczania soli w wodzie należy obserwować zmiany i wygląd roztworu. Barwa roztworu może świadczyć o obecności w nim określonych jonów: Cu²⁺ (niebieska), Ni²⁺ (zielona), Mn²⁺ (jasnoróżowa), Co²⁺ (czerwona), Cr³⁺ (zielona lub fioletowa), CrO₄²⁻ i Fe³⁺ (żółta), MnO₄⁻ (fioletowa).

Jeżeli podczas rozpuszczania w wodzie pojawia się galaretowaty osad, różny od pierwotnego, to może świadczyć o hydrolizie substancji. Przykładem mogą być sole bizmutu. Podczas rozcieńczania wodą stężonych roztworów tych soli wytrącają się osady hydroksosoli.

Badanie odczynu roztworu, który po rozpuszczeniu analizowanej próbki soli w wodzie, daje już wstępną orientację o rodzaju związku chemicznego.

- ✓ odczyn obojętny mają sole mocnych kwasów i mocnych zasad lub sole słabych kwasów i słabych zasad
- ✓ odczyn zasadowy mają sole mocnych zasad i słabych kwasów, gliniany i ołowiany(II).
- ✓ odczyn kwaśny - sole mocnych kwasów i słabych zasad, wodorosole

2. Zagadnienia kolokwialne:

- ✓ Znajomość rozpuszczalności soli, w tym soli nierozpuszczalnych w wodzie.
- ✓ Reakcje rozpuszczania trudno rozpuszczalnych i nierozpuszczalnych soli w wodzie
- ✓ Podział anionów na grupy analityczne wg Bunsena
- ✓ Podział kationów na grupy analityczne
- ✓ Reakcje kationów i anionów z odczynnikami grupowymi

- ✓ Reakcje charakterystyczne dla obowiązujących kationów i anionów

3. Cele do osiągnięcia przez studenta:

- ✓ Student potrafi dokonać analizy jakościowej pojedynczych soli
- ✓ Student umie określić rozpuszczalność soli i potrafi przeprowadzić substancje stałą do roztworu.
- ✓ Potrafi zapisać reakcje rozpuszczania soli w kwasach
- ✓ Student zna podział anionów i kationów na grupy analityczne
- ✓ Student potrafi napisać reakcje z odczynnikami grupowymi
- ✓ Potrafi zapisać reakcje charakterystyczne dla poszczególnych jonów
- ✓ Zna barwy osadów

4. Wykonanie

W ćwiczeniu 3 student otrzymuje do analizy 5 soli i wykrywa zarówno kation, jak i anion wchodzący w skład danej soli. Obowiązują kationy spośród analizowanych w semestrze II (z wyjątkiem grupy IIB): Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+ oraz aniony spośród analizowanych w ćwiczeniu 1.

Do próbki należy odsypać niewielką ilość otrzymanej soli. Obserwacja zabarwienia soli pozwala na wstępną orientację, ponieważ wiele związków posiada charakterystyczną barwę np. uwodnione sole miedzi(II) i bezwodne sole kobaltu - mają barwę niebieską, uwodnione sole żelaza(II), chromu(III), niklu(II) - barwę zieloną, uwodnione sole kobaltu – barwę czerwoną.

Analizę soli należy rozpocząć od zbadania rozpuszczalności w wodzie lub innym odpowiednim odczynnikiem (patrz badania wstępne opisane na początku ćwiczenia). Biorąc pod uwagę wnioski z badań wstępnych, analizuje się otrzymany roztwór na obecność kationów i anionów.

Do próbki należy odlać część roztworu rozpuszczonej soli i analizę kationów rozpocząć od zastosowania odczynników grupowych. Po stwierdzeniu przynależności kationu do którejś z grup analitycznych przeprowadza się reakcje charakterystyczne (patrz semestr II analiza jakościowa kationów).

Przy wykrywaniu anionu należy postępować identycznie jak w ćwiczeniu 1 str.4.

5. Sprawozdanie

W sprawozdaniu należy podać skład otrzymanych soli (kation i anion). Należy zapisać równania chemiczne najważniejszych z przeprowadzonych reakcji.

6. Literatura

- a) J. Prejzner: Chemia nieorganiczna. Laboratorium, Wydawnictwo PG, 2004
- b) Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna, Tom 1, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2005.
- c) Szmaj S., Lipiec T., Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, 1997.

Ćwiczenie 4 Analiza jakościowa mieszaniny soli.

1. Wstęp

Jakościowa analiza mieszaniny soli polega na oddzielnym wykrywaniu kationów i anionów. Najczęściej analiza wykazuje tylko, jakie aniony i kationy znajdują się w badanej próbce nie wyjaśniając bliżej charakteru substancji tworzących mieszaninę, to znaczy powiązania ze sobą poszczególnych jonów. W przypadku mieszaniny soli, zawierającej składniki o różnej rozpuszczalności najpierw rozpuszczamy ją w wodzie, pozostałość zaś w kwasie. Otrzymane w ten sposób roztwory badamy – każdy oddzielnie.

2. Zagadnienia kolokwialne:

- ✓ Znajomość rozpuszczalności soli.
- ✓ Reakcje rozpuszczania trudno rozpuszczalnych i nierozpuszczalnych soli w wodzie
- ✓ Podział kationów i anionów na grupy analityczne
- ✓ Reakcje kationów i anionów z odczynnikami grupowymi
- ✓ Reakcje charakterystyczne dla obowiązujących kationów i anionów

3. Cele do osiągnięcia przez studenta:

- ✓ Student potrafi dokonać analizy mieszaniny soli
- ✓ Student umie określić rozpuszczalność soli i potrafi przeprowadzić substancje stałą do roztworu
- ✓ Potrafi zapisać reakcje rozpuszczania soli w kwasach
- ✓ Student zna podział anionów i kationów na grupy analityczne
- ✓ Student potrafi napisać reakcje z odczynnikami grupowymi
- ✓ Potrafi zapisać reakcje charakterystyczne dla poszczególnych jonów
- ✓ Zna barwy osadów

4. Wykonanie

W ćwiczeniu 4 student określa skład jakościowy mieszaniny soli (kationy i aniony). Obowiązują kationy z ćwiczenia 3 (Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+) i aniony z ćwiczenia 2 (Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} , CH_3COO^- , SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , BO_2^- , PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , NO_3^- i SO_4^{2-}).

W mieszaninie soli nie wydaje się jonów: siarczkowych S^{2-} i siarczanowych (IV) SO_3^{2-} (zwiększają one trudność i wydłużają czas analizy) oraz żelaza (II) Fe^{2+} (jony łatwo ulegają utlenieniu do Fe^{3+} tlenem z powietrza). Należy pamiętać o zjawisku wytrącania następczego. Przykładowo w otrzymanej mieszaninie znajdują się sole $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ i CuSO_4 . Po rozpuszczeniu ich w wodzie jony Pb^{2+} reagują z jonami SO_4^{2-} i powstaje nowy osad $\text{PbSO}_4\downarrow$.

Do zlewki należy odsypać część otrzymanej próbki, dodać wody destylowanej i całość podgrzać. Mieszaninę przesączyć. Osad (1) zachować. Przesącz (1) zawiera jony soli rozpuszczalnych w wodzie. Dzielimy go na mniejsze porcje. Z jednej części wykonujemy analizę systematyczną kationów (wg. instrukcji z semestru II). Kolejną część roztworu analizujemy na obecność anionów, postępując według opisu z ćwiczenia 2. Do osadu (1) dodajemy kwasu HNO_3 i podgrzewamy. Jeżeli po dodaniu HNO_3 zaobserwujemy wydzielanie się $\text{CO}_2\uparrow$ to świadczy o obecności węglanów w osadzie. Mieszaninę przesączyć. Przesącz (2) dzielimy na dwie części. Jedną poddajemy analizie na kationy, drugą na aniony. Jeżeli zostanie nam osad (2) to może być $\text{BaSO}_4\downarrow$, który jest nierozpuszczalny w rozcieńczonych kwasach mineralnych.

5. Sprawozdanie

W sprawozdaniu należy podać skład otrzymanej mieszaniny soli. Należy zapisać równania chemiczne najważniejszych z przeprowadzonych reakcji.

6. Literatura

- a) J. Prejzner: Chemia nieorganiczna. Laboratorium, Wydawnictwo PG, 2004
- b) Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna, Tom 1, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2005.
- c) Szmal S., Lipiec T., Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, 1997.

Ćwiczenie 5 Analiza jakościowa substancji nieorganicznych.

1. Wstęp

Jakościowa analiza substancji nieorganicznej ma na celu określenie czy badanym związkiem jest: tlenek, wodorotlenek, kwas, sól, metal czy stop.

Większość tlenków metali ma biały kolor bez połysku (np. CaO, MgO, ZnO), jednak znanych jest też wiele tlenków barwnych, np. czarny - tlenek kobaltu, tlenek żelaza (II), tlenek miedzi (II), czerwono-brązowy tlenek żelaza(III), żółty tlenek ołowiu(II), tlenek ołowiu (II i IV) - tzw. minia występuje zwykle jako pomarańczowo-czerwony proszek, tlenek ołowiu (IV) występuje pod postacią czerwonych tetragonalnych kryształów lub brązowego albo brunatnego proszku, brązowo-czarny tlenek kadmu czy też zielony tlenek chromu(III).

Wodorotlenki to w większości białe, ciała stałe (proszek, granulki, pastylki). Wodorotlenki metali alkalicznych np. NaOH, KOH są bardzo dobrze rozpuszczalne w wodzie są to bardzo mocne zasady. Wodorotlenki metali ziem alkalicznych np. Mg(OH)₂, Ca(OH)₂, Sr(OH)₂, Ba(OH)₂ są dość mocnymi zasadami, jednak niezbyt dobrze rozpuszczalnymi w wodzie. Wodorotlenki amfoteryczne np. Be(OH)₂, Zn(OH)₂, Pb(OH)₂, Sn(OH)₂, Al(OH)₃, Sb(OH)₃ należą do słabo rozpuszczalnych w wodzie związków.

Kwasy występują najczęściej w postaci ciekłej (HCl, HNO₃), z wyjątkiem kwasu borowego i kwasów organicznych. Kwas borowy i kwasy organiczne np. kwas szczawiowy, kwas octowy i kwas winowy to białe krystaliczne substancje.

Sole zostały scharakteryzowane w ćwiczeniu 3.

Metale w temperaturze pokojowej i w normalnym ciśnieniu z wyjątkiem rtęci (ciecz) występują w stałym stanie skupienia. Metale nie mają zapachu. Barwa większości metali jest srebrzysto-szara, (wyjątek np. miedź i złoto). W przeważającej większości wykazują tworzenie połyskliwej, gładkiej powierzchni w stanie stałym (bardziej reaktywne metale tworzą na powierzchni warstwę tlenków). Inne cechy metali to twardość, kowalność, ciągliwość.

Stopy są połączeniami dwu lub większej liczby składników (metali) . Do najważniejszych zaliczamy stopy: żelaza (stal, żeliwo), miedzi - kolorowe (brąz, mosiądz, tombak), ołowiu, cyny, glinu i magnezu - stopy lekkie (magnal) lub niklu (alni).

2. Zagadnienia kolokwialne:

- ✓ Znajomość roztwarzania metali i stopów.
- ✓ Znajomość związków amfoterycznych
- ✓ Reakcje rozpuszczania tlenków, wodorotlenków, trudno rozpuszczalnych soli
- ✓ Podział kationów i anionów na grupy analityczne
- ✓ Reakcje kationów i anionów z odczynnikami grupowymi
- ✓ Reakcje charakterystyczne dla obowiązujących kationów i anionów

3. Cele do osiągnięcia przez studenta:

- ✓ Student potrafi dokonać analizy substancji nieorganicznej
- ✓ Student umie określić rozpuszczalność i potrafi przeprowadzić substancje stałą do roztworu
- ✓ Potrafi zapisać reakcje roztwarzania metali
- ✓ Potrafi zapisać reakcje rozpuszczania substancji stałych
- ✓ Student zna podział anionów i kationów na grupy analityczne
- ✓ Student potrafi napisać reakcje z odczynnikami grupowymi
- ✓ Potrafi zapisać reakcje charakterystyczne dla poszczególnych jonów

4. Wykonanie

Ćwiczenie 5 to analiza jakościowa 5 substancji nieorganicznych. Do analizy student może otrzymać tlenek, wodorotlenek, kwas, sól, metal lub stop.

Przystępując do badań na początku należy zwrócić uwagę na zabarwienie, zapach, formę występowania próbki (ciekła, stała krystaliczna, bezpostaciowa). Jeżeli wydana substancja jest ciałem stałym należy ją rozpuścić lub roztworzyć (metale). Jeżeli ulega ona rozpuszczeniu w wodzie lub otrzymamy w postaci ciekłej, należy zbadać odczyn roztworu. Odczyn zasadowy może sugerować, że jest to tlenek metalu, zasada lub sól mocnej zasady i słabego kwasu. Odczyn kwaśny – kwasy, sól mocnych kwasów i słabych zasad. Odczyn obojętny sole mocnych kwasów i mocnych zasad, sole słabych kwasów i słabych zasad, **kwasy borowe**.

Jeżeli analizowanym związkiem jest **tlenek metalu**, **wodorotlenek** bądź **metal** (roztworzony w kwasie), to próbka zawiera tylko jeden kation (w przypadku **stopu** kilka kationów). Badanie takiej próbki sprowadza się do stwierdzenia przynależności kationu do

odpowiedniej grupy analitycznej - za pomocą odczynników grupowych oraz zidentyfikowanie danego kationu - za pomocą reakcji charakterystycznych (patrz semestr II).

Tlenki metali bardzo łatwo łąpią CO_2 z powietrza i zawierają w swoim składzie węglany. Obecność węglanów zmniejsza ich rozpuszczalność w wodzie. W tej sytuacji należy dodać kwas HCl . Barwa roztworu może świadczyć o obecności w nim określonych jonów: Cu^{2+} (niebieska), Ni^{2+} (zielona), Mn^{2+} (jasnoróżowa), Co^{2+} (czerwona), Cr^{3+} (zielona lub fioletowa). Tlenki amfoteryczne np. ZnO należy rozpuścić w HCl , ale Al_2O_3 i Cr_2O_3 przeprowadza się do roztworu przez stapianie z Na_2CO_3 i rozpuszczenie otrzymanego NaAlO_2 i NaCrO_2 w rozcieńczonych kwasach.

Wodorotlenki po rozpuszczeniu w wodzie należy zbadać odczyn roztworu i wykonać analizę na obecność kationu.

Metale wydawane do analizy mogą być w postaci wstążki, granulek, folii, drutu, czy też pyłu. Metale zajmujące w szeregu napięciowym miejsce za wodorem, np. Bi , Cu , Hg , Ag roztwarzają się w kwasach utleniających. Do ich roztworzenia używa się kwasu HNO_3 lub rzadziej stężonego H_2SO_4 . Podczas roztwarzania w tych kwasach zamiast wolnego wodoru wydzielają się NO , NO_2 lub SO_2 , powstałe na skutek redukcji HNO_3 lub H_2SO_4 . Roztwarzając pozostałe metale (np. Cd , Ni , Co , Mn , Pb , Fe , Mg) stosujemy kolejno: kwas HCl , kwas HNO_3 przy braku efektu podgrzewamy. W trakcie roztwarzania metali wydziela się $\text{H}_2\uparrow$. Al i Zn roztwarzają się w roztworach mocnych zasad z wydzieleniem $\text{H}_2\uparrow$.

Jeżeli otrzymanym związkiem jest **kwas** to badanie takiej próbki sprowadza się do zidentyfikowania danego anionu - za pomocą reakcji charakterystycznych (patrz ćwiczenie 1).

Sole poddajemy analizie jak w ćwiczeniu 3.

5. Sprawozdanie

W sprawozdaniu należy podać skład otrzymanych substancji. Należy zapisać równania chemiczne najważniejszych z przeprowadzonych reakcji.

6. Literatura

- a) J. Prejzner: Chemia nieorganiczna. Laboratorium, Wydawnictwo PG, 2004
- b) Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna, Tom 1, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2005.
- c) Szmal S., Lipiec T., Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, 1997.
- d) Poradnik fizykochemiczny (praca zbiorowa), WNT Warszawa 1974.