

CHEMIA ANALITYCZNA I - LABORATORIUM

(I ROK CHEMII)

INSTRUKCJE

ANALIZA JAKOŚCIOWA

HARMONOGRAM ĆWICZEŃ Z CHEMII ANALITYCZNEJ I (I ROK CHEMII)

1	Zajęcia organizacyjne. Zasady BHP.
2	Podział kationów na grupy analityczne. Reakcje kationów I grupy analitycznej: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} .
3	Próbka kontrolna na wykrywanie kationów I grupy analitycznej w mieszaninie. Reakcje kationów II grupy analitycznej: IIa) Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , IIb) As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} .
4	Próbka kontrolna na wykrywanie w mieszaninie kationów grupy IIa. Próbka kontrolna na wykrywanie w mieszaninie kationów grupy IIb.
5	Reakcje kationów III grupy analitycznej: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} .
6	Próbka kontrolna na wykrywanie w mieszaninie kationów grupy III.
7	Analiza kationów IV (Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}) i V grupy (Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+).
8	Próbka kontrolna na wykrywanie IV i V grupy kationów w mieszaninie.
9	Reakcje analityczne anionów.
10	Próbka kontrolna na wykrywanie w mieszaninie anionów grup I – III.
11	Próbka kontrolna na wykrywanie w mieszaninie anionów grup IV – VII.
12	Analiza wodnych roztworów soli.
13	Analiza próbki soli stałej I.
14	Analiza próbki soli stałej II.
15	Pracownia uzupełniająca i zaliczeniowa.

INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 1

Wprowadzenie do analizy jakościowej. Reakcje grupowe kationów

Przeprowadź niżej opisane próby z roztworami soli: Ag^+ , Cd^{2+} , As^{3+} , Co^{2+} , Al^{3+} , Ba^{2+} , Na^+ .

- a) Do 7 probówek odmierz po 10 kropli roztworów odpowiednich kationów (do każdej probówki inny). Dodaj 10 kropli HCl o stężeniu 3 mol/L. Ogrzewaj ostrożnie na łaźni wodnej. Zbadaj rozpuszczalność powstałych osadów w nadmiarze odczynnika.
- b) Przygotuj analogiczną jak w punkcie (a) serię roztworów. Dodaj kroplami roztwór HCl o stężeniu 3 mol/L do uzyskania środowiska kwaśnego (wobec papierka uniwersalnego), a następnie 15 kropli tioacetamidu i ogrzewaj na łaźni wodnej.
- c) Przygotuj ponownie serię roztworów, tak jak w punkcie poprzednim. Do każdej probówki dodaj 10 kropli NH_4Cl , 15 kropli roztworu $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ o stężeniu 3 mol/L a następnie 15 kropli tioacetamidu. Ogrzewaj roztwory na łaźni wodnej.
- d) Przygotuj serię roztworów, tak jak poprzednio. Do każdej probówki dodaj 10 kropli roztworu NH_4Cl o stężeniu 4 mol/L, 15 kropli $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ o stężeniu 3 mol/L oraz kilka kropli roztworu $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ o stężeniu 4 mol/L. Ogrzewaj na łaźni wodnej.

Wyniki doświadczeń opisz w tabeli. Znakiem “+” oznacz powstawanie osadu i określ jego barwę, znakiem “-” oznacz brak osadu. Podaj wnioski dotyczące kolejności rozdziału grup analitycznych, odczynników grupowych oraz zapisz równania reakcji chemicznych przebiegających w roztworach.

Wymagania:

Podział kationów na grupy analityczne, odczynniki grupowe, systematyczny tok analizy kationów, reakcje grupowe, selektywne, specyficzne i charakterystyczne; znajomość i umiejętność zapisywania równań reakcji wykonywanych podczas ćwiczenia.

Odczynnik Jon	HCl	AKT +HCl	AKT $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$
Ag^+				
Cd^{2+}				
As^{3+}				
Co^{2+}				
Al^{3+}				
Ba^{2+}				
Na^+				

INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 2

Analiza jakościowa kationów I grupy analitycznej

1. Przeprowadź następujące próby wstępne. Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w następującej tabelce.

- Do 3 probówek odmierz kolejno po 10 kropli roztworów soli następujących kationów; Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} . Do każdej probówki dodaj po 10 kropli 3 mol/L roztworu HCl. Oddziel osady od roztworów dodaj wody i ogrzewaj je ostrożnie na łaźni wodnej.
- Do 3 probówek odmierz kolejno po 10 kropli roztworów soli następujących kationów; Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} . Do każdej probówki dodaj po 10 kropli 3 mol/L roztworu HCl. Oddziel osady od roztworów i zbadaj ich rozpuszczalność w roztworze amoniaku ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Następnie do probówki zawierającej jony Ag^+ dodaj 10 kropli 6 mol/L roztworu HNO_3 .
- Do 3 probówek wlej po 10 kropli roztworów soli kationów: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , a następnie do każdej z nich dodaj kilka kropli roztworu NaOH. Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w nadmiarze odczynnika strącającego.
- Do 3 probówek wlej po 10 kropli roztworów soli kationów: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , a następnie do każdej z nich dodaj kilka kropli roztworu KI. Przenieś nieco każdego osadu na szkiełka zegarkowe i sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w nadmiarze odczynnika strącającego.
- Do 3 probówek wlej po 10 kropli roztworów soli kationów: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , a następnie do każdej z nich dodaj kilka kropli roztworu K_2CrO_4 . Zlej roztwór z nad osadu i sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w roztworze NaOH.

Poczynione obserwacje, równania zachodzących reakcji oraz wnioski należy przedstawić w sprawozdaniu.

<i>Badany jon</i>	<i>Dodany odczynnik</i>	<i>Obserwacje</i>	<i>Równania reakcji</i>

2. Przeprowadź analizę otrzymanej próbki nieznannej mieszaniny kationów I grupy korzystając z załączonego schematu rozdzielania. Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w następującej tabelce.

Analiza mieszaniny kationów I grupy

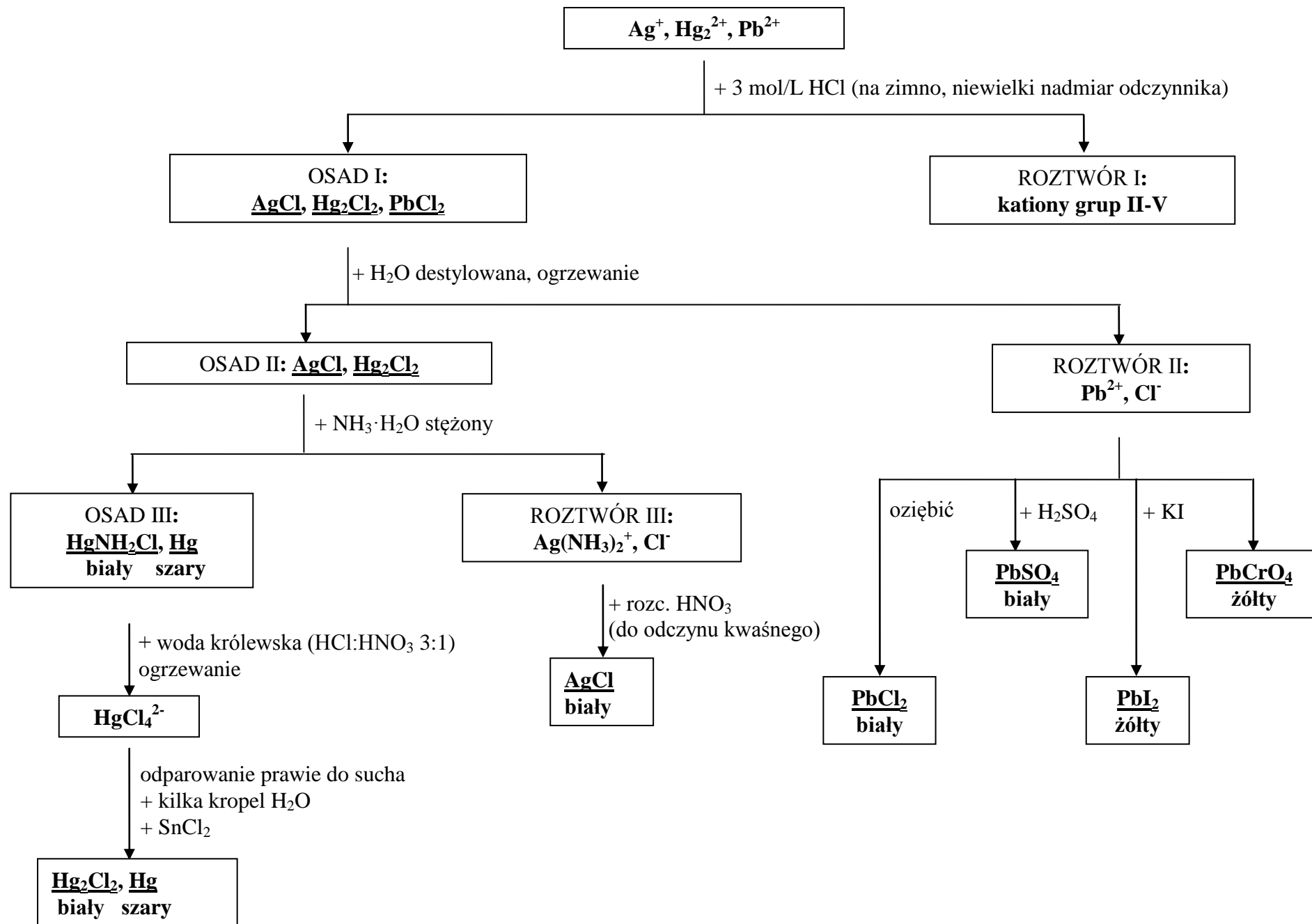
<i>Dodany odczynnik</i>	<i>Obserwacje</i>	<i>Próbka może zawierać</i>	<i>Równania reakcji</i>

Analiza mieszaniny kationów I grupy

Do 0,5 mL badanego roztworu dodać ok. 10 kropeł 3 mol/L HCl i po sprawdzeniu całkowitego wytrącenia odwirować.	
Osad I: AgCl, PbCl₂, Hg₂Cl₂ Osad przemyć rozcieńczonym HCl; dodać 1 mL wody i gotować przez 10 minut; odwirować na gorąco.	Roztwór I: Jeśli nie zawiera kationów grup II-V – wyłąć.
Osad II: AgCl, Hg₂Cl₂ Dodać pod dygestorium ok. 10 kropeł stężonego amoniaku, dokładnie wymieszać i odwirować.	Roztwór II: Pb²⁺ Podzielić na 4 części, a następnie badać je następująco: 1) oziębic – wytrąca się kryształki PbCl ₂ 2) dodać rozc. H ₂ SO ₄ – wytrąci się biały osad PbSO ₄ 3) dodać K ₂ CrO ₄ – wytrąci się żółty osad PbCrO ₄ 4) dodać KI – wytrąci się żółty PbI ₂ rozpuszczalny w nadmiarze KI
Osad III. Ciemny osad wskazujący na obecność Hg przenieść do parowniczk, dodać wody królewskiej (mieszana 6 kropeł 6 mol/L HCl i 2 kropeł 6 mol/L HNO ₃) i ogrzewać do rozpuszczenia osadu i odparowania prawie do sucha roztworu*. Po rozpuszczeniu osadu w kilku kroplach wody, dodać 2-3 krople SnCl ₂ . Powstanie białego osadu Hg ₂ Cl ₂ lub szarego (Hg ₂ Cl ₂ + Hg) wskazuje na obecność Hg ²⁺	
Roztwór III: zawiera jony Ag(NH ₃) ₂ ⁺ , Cl ⁻ oraz nadmiar amoniaku. Dodać rozcieńczonego HNO ₃ do zakwaszenia wobec papierka lakmusowego. Wytrącenie się białego osadu AgCl wskazuje na obecność jonu Ag ⁺	

*powstały HgCl₂ (sublimat) może się ulotnić

Analiza mieszaniny kationów I grupy



INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 3

Analiza jakościowa kationów II grupy analitycznej

1. Przeprowadź następujące próby wstępne. Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w tabelce.

- a) Do 7 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów podanych kationów: Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sn^{4+} , a następnie dodaj roztwór 2 mol/L NaOH. Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w nadmiarze odczynnika.
- b) Do 7 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów następujących kationów: Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sn^{4+} , a następnie dodaj roztwór $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w nadmiarze odczynnika.
- c) Do 4 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów podanych kationów: Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , As^{5+} , a następnie dodaj roztwór KJ. Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w nadmiarze odczynnika. W przypadku reakcji z As^{5+} roztwór zakwasz kilkanaście kroplami H_2SO_4 .
- d) Do 3 probówek dodaj po około 0,5 mL roztworów następujących kationów: Hg^{2+} , As^{5+} , Bi^{3+} , a następnie do pierwszej dodaj roztwór SnCl_2 (w nadmiarze), do drugiej $\text{SnCl}_2 + \text{stęż. HCl}$, do trzeciej Sn(OH)_3^- .*.
- *W oddzielnej probówce przygotować Sn(OH)_3^- poprzez dodanie do roztworu SnCl_2 rozcieńczonego roztworu NaOH do chwili rozpuszczenia powstałego początkowo białego osadu, następnie Sn(OH)_3^- dodać do próbki zawierającej jony Bi^{3+} .
- e) Do 2 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów następujących kationów: As^{3+} , As^{5+} , a następnie dodaj roztwór AgNO_3 .

2. Przeprowadź identyfikację pojedynczych kationów podgrupy IIA i IIB

W otrzymanych próbkach (każda zawiera roztwór jednej soli) należy zidentyfikować znajdujące się w nich kationy. Identyfikację należy przeprowadzić wg tabeli 1 (podgrupa IIA) i tabeli 2 (podgrupa IIB). Do probówek wlewać po kilka kropli badanego roztworu i kroplami dodawać roztwory poszczególnych odczynników. Poczynione obserwacje, równania zachodzących reakcji oraz wnioski należy przedstawić w sprawozdaniu.

3. Przeprowadź analizę otrzymanej próbki nieznannej mieszaniny kationów II grupy korzystając z załączonego schematu rozdziału. Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w tabelce.

Ad.2. IDENTYFIKACJA POJEDYNCZYCH KATIONÓW PODGRUPY IIA

Tabela 1. Przegląd reakcji chemicznych kationów podgrupy IIA

Odczynnik	Hg ²⁺	Cu ²⁺	Cd ²⁺	Bi ³⁺
HCl, AKT, ogrzać	<u>HgS</u> czarny, rozp. w wodzie królewskiej, nierozp. w rozc. HNO ₃	<u>CuS</u> czarny, rozp. w HNO ₃ , nierozp. w KOH	<u>CdS</u> żółty do pomarańczowego zależnie od temp. rozp. w HNO ₃ , nierozp. w KOH	<u>Bi₂S₃</u> brunatny, rozp. w HNO ₃ , nierozp. w KOH
NaOH lub KOH	<u>HgO</u> żółty nierozp. w nadmiarze NaOH i KOH	<u>Cu₂(OH)₂SO₄</u> niebieski rozp. w NH ₃ ·H ₂ O dając ciemnoniebieski roztwór	<u>Cd(OH)₂</u> biały nierozp. w nadmiarze NaOH	<u>Bi(OH)₃</u> biały nierozp. w nadmiarze NaOH
NH₃·H₂O	<u>HgNH₂Cl</u> biały	<u>Cu(OH)₂</u> niebieski rozp. w nadmiarze amoniaku dając ciemnoniebieski roztwór	<u>Cd(OH)₂</u> biały rozp. w nadmiarze amoniaku, dając [Cd(NH ₃) ₄] ²⁺	<u>Bi(OH)₃</u> biały
KI	<u>HgI₂</u> czerwony rozp. w nadmiarze KI z utworzeniem bezbarwnego [HgI ₄] ²⁻	<u>Cu₂I₂</u> , biały osad maskowany brunatnym roztworem I ₂	–	<u>BiI₃</u> brunatnoczarny rozp. w nadmiarze KI dając żółty roztwór [BiI ₄] ⁻
SnCl₂ lub Na[Sn(OH)₃]	<u>Hg₂Cl₂</u> biały i <u>Hg</u> czarnieje w nadmiarze SnCl ₂	–	–	<u>Bi</u> metal. czarny
K₄[Fe(CN)₆]	<u>Hg₂[Fe(CN)₆]</u> biały	<u>Cu₂[Fe(CN)₆]</u> czerwono-brunatny rozp. w NH ₃ ·H ₂ O	<u>Cd₂[Fe(CN)₆]</u> biały	<u>Bi₄[Fe(CN)₆]₃</u> jasnozielonożółty
KCN	–	<u>Cu(CN)₂</u> zielonożółty, rozp. w nadmiarze odczynnika dając [Cu(CN) ₄] ³⁻	<u>Cd(CN)₂</u> biały, rozp. w nadmiarze odczynnika dając [Cd(CN) ₄] ²⁻	<u>Bi(CN)₃</u> ulega hydrolyzie dając biały Bi(OH) ₃

Tabela 1. Przegląd reakcji chemicznych kationów podgrupy IIB

Odczynnik	As ³⁺	As ⁵⁺	Sb ³⁺	Sn ²⁺	Sn ⁴⁺
HCl, AKT, ogrzać	<u>As₂S₃</u> żółty rozp. w KOH i w (NH ₄) ₂ CO ₃	<u>As₂S₅</u> żółty rozp. w KOH i w (NH ₄) ₂ CO ₃	<u>Sb₂S₃</u> pomarańczowy rozp. w KOH i stęż. HCl, nierozp. w (NH ₄) ₂ CO ₃	<u>SnS</u> brunatny nierozp. w KOH i (NH ₄) ₂ CO ₃	<u>SnS₂</u> żółty rozp. w KOH i stęż. HCl, nierozp. w (NH ₄) ₂ CO ₃
NaOH, KOH	–	–	<u>Sb₂O₃·nH₂O</u> biały rozp. w nadmiarze odczynnika dając SbO ₂ ⁻	<u>Sn(OH)₂</u> biały rozp. w nadmiarze odczynnika Sn(OH) ₃	<u>Sn(OH)₄</u> rozp. w nadmiarze odczynnika Sn(OH) ₆ ²⁻
NH ₃ ·H ₂ O	–	–	<u>Sb₂O₃·nH₂O</u> biały rozp. w KOH dając SbO ₂ ⁻	<u>Sn(OH)₂</u> biały rozp. w KOH dając Sn(OH) ₃	<u>Sn(OH)₄</u> rozp. w KOH dając Sn(OH) ₆ ²⁻
Fe met. + HCl	–	–	<u>Sb⁰</u> met. czarny	–	Redukcja Sn ⁴⁺ do Sn ²⁺
AgNO ₃	z jonem AsO ₃ ³⁻ powstaje <u>Ag₃AsO₃</u> żółty rozp. w NaOH i NH ₃ ·H ₂ O	z jonem AsO ₄ ³⁻ powstaje <u>Ag₃AsO₄</u> czekoladowy, rozp. w NaOH i NH ₃ ·H ₂ O	–	–	--
mieszanina magnezowa (NH ₄ Cl, NH ₃ ·H ₂ O, MgCl ₂)	–	z jonem AsO ₄ ³⁻ powstaje <u>MgNH₄AsO₄</u> biały krystaliczny	–	–	–
(NH ₄) ₂ MoO ₄ stęż. HNO ₃ na gorąco	–	z jonem AsO ₄ ³⁻ powstaje <u>(NH₄)₃[As(Mo₃O₁₀)₄]</u> żółty rozp. w NaOH	–	–	–
H ₂ O	–	–	<u>SbOCl</u> biały rozp. w kwasach	–	–

Ad. 3. ANALIZA MIESZANINY KATIONÓW PODGRUPY II A

Po oddzieleniu kationów I grupy analitycznej w roztworze znajdują się kationy grup II-V oraz nadmiar HCl. Do roztworu dodajemy kroplami, mieszając $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (1+1) do otrzymania odczynu obojętnego wobec papierka lakmusowego.

Następnie do 2 ml badanego roztworu dodajemy 1,5 ml 1 M HCl, aby roztwór był około 0,3 M w stosunku do HCl. Do otrzymanego roztworu dodajemy 1,5 ml AKT (lub przepuszczamy gazowy H_2S)¹ i ogrzewamy na łaźni wodnej przez 15 minut (nie krócej). Otrzymany osad odwirowujemy i po stwierdzeniu całkowitości wytrącenia oddzielamy od roztworu.

Do roztworu po oddzieleniu osadu dodajemy 1 ml stężonego roztworu HCl* i 1 ml AKT. Mieszaninę ogrzewamy w łaźni wodnej (5 minut). Wytrącony osad odwirowujemy, oddzielamy przez dekantację i dołączamy do osadu.

*W środowisku mocno kwaśnym aniony: AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} i AsO_2^- przechodzą w kationy As^{5+} i As^{3+} i tracą się w postaci siarczków.

<p>Osad I: HgS, Bi₂S₃, CuS, CdS, As₂S₃, As₂S₅, Sb₂S₃, SnS, SnS₂ i S.</p> <p>Osad przemyć kilkoma kroplami ogrzanego do wrzenia roztworu zawierającego NH_4Cl i AKT lub H_2S. Do osadu dodać około 1 mL 1mol/L KOH^2 i 5 kropel 3% H_2O_2, zamieszać. Ogrzewać na łaźni wodnej ok. 3 minuty i wirować. Oddzielić osad od roztworu. Osad dwukrotnie przemyć 6 kroplami wody i wodę z przemycia dołączyć do roztworu.</p>	<p>Roztwór I:</p> <p>Jeśli zawiera kationy grupy III-V zachować do dalszego badania.</p>
<p>Osad II: zawiera podgrupę II A: HgS, Bi₂S₃, CuS, CdS.</p> <p>Do osadu dodać około 1 mL 6 mol/L HNO_3 i gotować ok. 2 min, następnie wirować.</p>	<p>Roztwór II: Zawiera kationy podgrupy II B</p>
<p>Osad III: HgS (brunatny) lub HgS·Hg(NO₃)₂ (biały) + S.</p> <p>Przemyć 6 kroplami wody, dodać 6 kropel 6 mol/L HCl i 2 krople 6 mol/L HNO_3. Ogrzać do rozpuszczenia się osadu. Odparować prawie do sucha, dolać kilka kropel wody, oddzielić od wydzielonej siarki (sączyć) i dodać kilka kropel SnCl_2. Powstanie białego, szarzejącego osadu wskazuje na obecność jonu Hg^{2+}.</p>	<p>Roztwór III: Bi³⁺, Cu²⁺, Cd²⁺ oraz nadmiar HNO₃.</p> <p>Dodać kroplami stężonego $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ do odczynu zasadowego, po czym kilka kropel w nadmiarze³. Wirować. Osad oddzielić od roztworu.</p> <p>Osad IV: Bi(OH)₃ (biały).</p> <p>Przemyć dwukrotnie 5 kroplami wody destylowanej. Dodać roztwór SnCl_2 i alkaliczować roztworem 3 mol/L NaOH. Sczernienie osadu od wydzielonego metalicznego bizmutu świadczy o obecności jonu Bi^{3+}.</p> <p>Roztwór IV: jeżeli jest niebieski, zawiera $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ i ew. $\text{Cd}(\text{NH}_3)_4^{2+}$.</p> <p>Dodać AKT, ogrzać. Wirować. Do osadu (CuS i CdS) dodać 6 mol/L HCl. Odwirować. Osad CuS odrzucić.</p> <p>Roztwór V: CdCl₄²⁻</p> <p>Dodać stężonego $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ do odczynu lekko zasadowego i AKT. Ogrzewać. Żółtopomarańczowy osad CdS świadczy o obecności jonu Cd^{2+}.</p>

Uwagi

¹ szybkość przepuszczania H_2S nie powinna być duża, gdyż wytrącenie nie będzie wtedy całkowite. Szybkość powinna być taka, aby można było liczyć wydzielające się pęcherzyki gazu.

² Rozdzielenie za pomocą KOH grupy II na podgrupy A i B polega na tworzeniu się rozpuszczalnych tiosoli arsenu, antymonu i cyny. Nie stosuje się do rozdzielania NaOH, ze względu na możliwość utworzenia nierozpuszczalnego heksahydroksoantymonianu(V) sodu – $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$. Dodatek H_2O_2 jest konieczny do utlenienia Sn^{2+} do Sn^{4+} , gdyż SnS nie rozpuszcza się całkowicie w KOH.

³ Nadmiar $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ jest konieczny w celu rozpuszczenia hydroksosoli miedzi i wodorotlenku kadmu, które w nadmiarze $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ tworzą jony kompleksowe: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ i $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.

ANALIZA MIESZANINY KATIONÓW PODGRUPY II B

Roztwór po oddzieleniu podgrupy A może zawierać jony: AsO_4^{3-} ⁽¹⁾, SO_4^{2-} , SbOS^- , SbS_2^- , Sn(OH)_6^{2-} , SnS_3^{2-} , OH^- .

Roztwór zakwasić rozc. HCl wobec papierka lakmusowego, dodać 5-10 kropeł AKT lub przepuścić H_2S , ogrzewać przez parę minut i odwirować. Po sprawdzeniu całkowitości wytrącenia - ciecz znad osadu wylać.

Osad I: As_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS_2 , S.

Dodać 5-10 kropeł stęż. HCl, ogrzewać ostrożnie w ciągu paru minut i wirować.

Osad II: As_2S_3 , S.

Osad przemyć wodą destylowaną i podzielić na dwie części.

1) Do osadu dodać stęż. HNO_3 , ogrzewać i oddzielić przez sączenie od wydzielone siarki. Do roztworu zawierającego jony AsO_4^{3-} dodać roztworu molibdenianu(VI) amonu $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ i ogrzewać do wrzenia. Żółty osad wskazuje na obecność As^{5+} .

2) Dodać do osadu roztworu $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Oddzielić od siarki i dodać mieszaniny magnezowej. Biały osad świadczy o obecności As^{5+} .

Roztwór I: Sb^{3+} , SnCl_6^{2-} , nadmiar HCl i H_2S .

Ogrzewać do usunięcia H_2S . Roztwór podzielić na 2 części. W pierwszej części roztworu wykryć Sn^{2+} . W tym celu dodać opiłków żelaznych i ogrzewać. Zachodzi wówczas redukcja Sn^{4+} do Sn^{2+} oraz Sb^{3+} do Sb^0 . Odwirować i do roztworu zawierającego Sn^{2+} dodać 1-2 krople HgCl_2 . Biały lub szarzejący osad świadczy o obecności jonu Sn^{2+} . Drugą część roztworu bada się na obecność jonu Sb^{3+} .

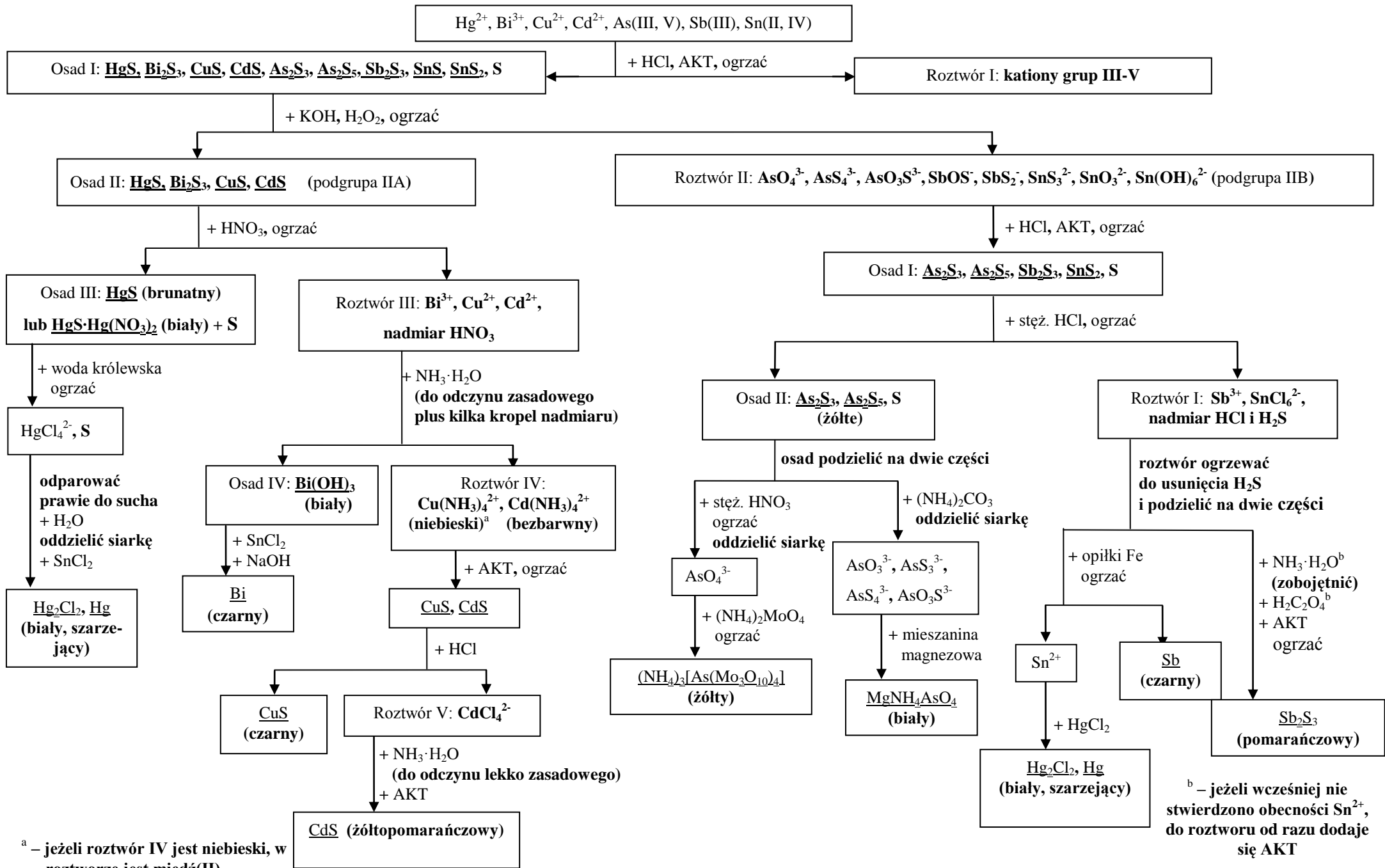
a) jeżeli nie stwierdzono uprzednio obecności Sn^{2+} , roztwór rozcieńczyć wodą do podwójnej objętości, dodać 5 kropeł AKT lub H_2S i ogrzewać; pomarańczowy osad Sb_2S_3 , wskazuje na obecność jonu Sb^{3+} .

b) jeżeli obecność Sn^{2+} została stwierdzona, roztwór zobojętnić $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, dodać stałego. kwasu szczawowego $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ⁽²⁾, 5 kropeł roztworu AKT lub H_2S i ogrzewać; pomarańczowy osad Sb_2S_3 , wskazuje na obecność jonu Sb^{3+} .

Uwagi

¹ podczas rozpuszczaniu As_2S_3 w KOH wobec H_2O_2 powstaje jon arsenianowy(V) AsO_4^{3-} z którego pod działaniem kwasu nie wytrącają się siarczki arsenu. W celu wytrącenia siarczku arsenu dodaje się ponownie AKT.

² W obecności nadmiaru jonów $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ powstaje trwały jon kompleksowy $[\text{Sn}(\text{C}_2\text{O}_4)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^{4-}$, wskutek czego SnS_2 nie wytraca się (w odróżnieniu od Sb^{3+}).



INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 4

Właściwości chemiczne kationów III grupy analitycznej

1. Przeprowadź następujące próby wstępne. Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w tabelce.

- a) Do 8 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów podanych kationów: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , a następnie dodawaj kroplami w nadmiarze roztwór NaOH.
- b) Do 8 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów podanych kationów: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , a następnie dodaj w nadmiarze roztworów NaOH i 3% H_2O_2 . Roztwory ogrzej.
- c) Do 8 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów następujących kationów: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , dodaj kilka kropeł roztworu NH_4Cl a następnie dodawaj kroplami roztwór $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
- d) Do 8 probówek wlej po około 0,5 mL roztworów podanych kationów: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , a następnie dodaj roztwór Na_2HPO_4 . Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w kwasie octowym.
- e) Do 2 probówek pobierz po około 0,5 mL roztworów Fe^{2+} , Fe^{3+} , a następnie dodaj do obydwu kilka kropeł roztworu $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.
- f) Zmieszaj po kilka kropli roztworów soli żelaza(III) i niklu(II) – przygotuj dwie identyczne próbki. Do każdej z nich dodaj kroplę 6 mol/L roztworu HNO_3 (do odczynu słabo kwaśnego) i po 5 kropli roztworu dimetylogliksymu. Następnie do jednej z nich wprowadź ok. 1 mL roztworu winianu sodu. Do obu probówek dodaj roztworu amoniaku do uzyskania $\text{pH} = 8$. Przesącz roztwory przez sączki i porównaj wygląd osadów. Jaką rolę spełnił w tym doświadczeniu winian sodu? Wyciągnij wnioski odnośnie możliwości rozdziału i identyfikacji jonów Fe(III) i Ni(II) w mieszaninie.
- g) Zmieszaj po kilka kropli roztworów soli Fe(III) i Co(II) – przygotuj dwie identyczne próbki. Do każdej z nich wprowadź kroplę rodanku potasu lub amonu. Do pierwszej probówki dodawaj NH_4F aż do odbarwienia się roztworu i następnie wprowadź do obydwu probówek kilka kropli alkoholu amylowego. Silnie wstrząsaj roztwory przez ok. 1 min. Zanotuj barwę warstwy alkoholowej w obydwu roztworach. Wyciągnij wnioski odnośnie możliwości rozdziału i identyfikacji jonów Fe(III) i Co(II) w mieszaninie.

2. Przeprowadź identyfikację pojedynczych kationów grupy III

W otrzymanych próbkach (każda zawiera roztwór jednej soli) należy zidentyfikować znajdujące się w nich kationy. Identyfikację należy przeprowadzić wg tabeli 3. Do probówek wlewać po kilka kropli badanego roztworu i kroplami dodawać roztwory poszczególnych odczynników. Poczynione obserwacje, równania zachodzących reakcji oraz wnioski należy przedstawić w sprawozdaniu.

3. Przeprowadź analizę otrzymanej próbki nieznannej mieszaniny kationów III grupy korzystając z załączonego schematu rozdziału.

ANALIZA MIESZANINY KATIONÓW GRUPY III

Przed przystąpieniem do analizy III grupy należy stwierdzić stopień utlenienia ewentualnie obecnego kationu żelaza.

<p>Po oddzieleniu II grupy kationów roztwór odparować do objętości 1-2 mL, dodać 1 ml 4 mol/l NH_4Cl¹, kilka kropel stęż. $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ do uzyskania odczynia zasadowego oraz 20-25 kropel roztworu CH_3CSNH_2 lub $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Ogrzewać przez 15 min (nie krócej!) na wrzącej łaźni wodnej. Odwirować, zdekantować, sprawdzić całkowitość wytrącenia. Osad przemyć dwukrotnie uprzednio przegotowanym roztworem*. Jeżeli nie ma kationów dalszych grup, roztwór uzyskany po przemyciu wyłać. Osad odstawić na 5-10 min.</p>	
<p>Osad I: CoS, NiS, MnS, ZnS, FeS, Fe₂S₃, Al(OH)₃, Cr(OH)₃ i ewent. Mg(OH)₂**.</p> <p>Do osadu dodać 2 mL 1 mol/l (nie mocniejszego) HCl². Mieszać bagietką przez 5 min (nie ogrzewać!). Odwirować.</p>	<p>Roztwór I: ewent. kationy grupy IV i V. Zachować do badania.</p>
<p>Osad II: CoS, NiS.</p> <p>Przemyć 2 razy wodą destylowaną. Dodać do osadu 10-15 kropel 6 mol/l HCl i 5-7 kropel 3% H_2O_2. Ogrzewać na łaźni wodnej aż do rozpuszczenia, następnie odsączyć od wydzielonej siarki. Przesącz podzielić na 3 części. I część zbadać na obecność Ni^{2+}. W tym celu dodać stęż. $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ do otrzymania odczynu zasadowego oraz kilka kropel roztworu dimetylogliksymu. Powstanie różowego osadu świadczy o obecności Ni^{2+}. II część badać na obecność Co^{2+}. Dodać kilka kropel 5-mol/l (nie słabszego) roztworu KSCN. W razie powstania czerwonego zabarwienia roztworu dodać kroplami NH_4F³ aż do odbarwienia, a następnie kilka kropel alkoholu amylnego. Silnie wstrząsnąć probówką. Niebieskie zabarwienie warstwy alkoholowej świadczy o obecności Co^{2+}. III część badać również na obecność Co^{2+}. Dodać 3 krople CH_3COOH, 3 krople CH_3COONa oraz ok. 0,2 g stałego KNO_2. Powstanie żółtego osadu $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_3)_6]$ świadczy o obecności jonu Co^{2+}.</p>	<p>Roztwór II: Mn²⁺, Zn²⁺, Fe²⁺, Fe³⁺, Al³⁺, Cr³⁺ oraz nadmiar HCl i H_2S i ewent. Mg^{2+}.</p> <p>Do roztworu dodać 10 kropel 3 mol/l HNO_3 i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 10 min⁴. Do roztworu dodać 6 mol/l NaOH do uzyskania odczynu zasadowego i 2-3 krople nadmiaru⁵ oraz kilka kropel 3% $\text{H}_2\text{O}_2$⁶. Ogrzewać na łaźni wodnej aż do rozłożenia się nadmiaru H_2O_2.</p>
<p>Osad III: Fe(OH)₃, MnO•MnO₂ i ewent. Mg(OH)₂.</p> <p>Przemyć 2 razy wodą destylowaną. Dodać 1 ml 4 mol/l roztworu NH_4Cl mieszać bagietką ok. 5 min. Odwirować.</p>	<p>Roztwór III: Al(OH)₄⁻, Zn(OH)₄²⁻, CrO₄²⁻ oraz nadmiar NaOH.</p> <p>Dodać 6 mol/l CH_3COOH do odczynu kwaśnego i jeszcze 3-4 krople nadmiaru⁸. Następnie, jeżeli roztwór ma zabarwienie pomarańczowe, zbadać na obecność jonu $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$:</p> <p>a) do 2 kropel roztworu na szkiełku lub płytce porcelanowej dodać 2 krople $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ – żółty osad PbCrO_4 świadczy o obecności w badanej próbce jonów Cr^{3+};</p> <p>b) przygotować mieszaninę Lehnera (równe objętości 1,5 mol/l H_2SO_4, 3% H_2O_2 i eteru), dodać do niej kilka kropel badanego roztworu i silnie wstrząsnąć - niebieskie zabarwienie warstwy eterowej od powstałego CrO_5 świadczy o obecności chromu. Jeżeli obecność jonów $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ została stwierdzona, należy je usunąć przez wytrącenie w postaci BaCrO_4.</p> <p>W tym celu należy dodać kilka kropel $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, odwirować i osad odrzucić (w razie nie stwierdzenia obecności $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ dodanie $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ jest zbędne). Roztwór badać.</p> <p>Do roztworu, w którym są jony Al^{3+}, Zn^{2+}, dodać stęż. $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ do uzyskania odczynu zasadowego i kilka kropel nadmiaru⁹. Odwirować.</p>
<p>Osad IV: Fe(OH)₃, MnO•MnO₂.</p> <p>Osad podzielić na dwie części. I część osadu rozpuścić w 6 mol/l HCl. Badać na obecność Fe^{3+};</p> <p>a) dodać KSCN - czerwone zabarwienie świadczy o obecności Fe^{3+};</p> <p>b) dodać $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ - szafirowy osad błękitu pruskiego świadczy o obecności Fe^{3+}.</p> <p>II część osadu badać na Mn^{2+}. Dodać stęż. H_2SO_4 i ogrzewać aż do ukazania się białych dymów⁷. Następnie dodać stałego PbO_2 lub Pb_3O_4 i 5 kropel stęż. HNO_3. Ogrzewać w parownicze przez 1 min i następnie dodać wody destylowanej i jeszcze raz ogrzać do wrzenia. Odwirować. Czerwonofioletowe zabarwienie roztworu (od powstałego MnO_4^-) świadczy o obecności Mn^{2+} (reakcja Cruma).</p>	<p>Roztwór IV: Mg²⁺ i nadmiar NH_4^+.</p> <p>Do roztworu dodać 3 krople stęż. $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ i kilka kropel Na_2HPO_4. Powstanie białego osadu MgNH_4PO_4 świadczy o obecności jonu Mg^{2+}.</p>
<p>Osad V: Al(OH)₃. Przemyć 2 razy wodą dest. Rozpuścić w 6 mol/l CH_3COOH, dodać 4-5 kropli aluminonu, 3-4 krople $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$¹⁰ i wstać na kilka minut na wrzącą łaźnię wodną. Powstanie czerwonego laku (osadu) świadczy o obecności Al^{3+}</p>	<p>Roztwór V: Zn(NH₃)₆²⁺ Roztwór podzielić na dwie części. Do I części dodać AKT i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 10 min. Powstanie białego osadu ZnS świadczy o obecności Zn^{2+}. Do II części dodać 3 mol/l HCl do odczynu kwaśnego oraz kilka kropli $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ i 2-3 krople 0,02% CoCl_2. Powstanie niebieskawego krystalicznego osadu (czasem dopiero po kilku minutach) świadczy o obecności Zn^{2+}</p>

Uwagi

* Przyrządzenie roztworu do przemywania: do 5 kropli $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dodać 5 kropli AKT lub $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, ogrzać do wrzenia i dodać 5 kropli NH_4Cl .

** W razie gdy przy wytraceniu wodorotlenków i siarczków III grupy kationów pH roztworu przekroczy wartość 8,5 – wytraci się również częściowo $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

¹ Dodatek NH_4Cl zmniejsza stężenie jonów OH^- . Przy tak obniżonym pH roztworu nie wytraca się $\text{Mg}(\text{OH})_2$ i nie rozpuszczają się amfoteryczne wodorotlenki $\text{Al}(\text{OH})_3$ i $\text{Cr}(\text{OH})_3$. Poza tym obecność NH_4Cl zapobiega tworzeniu się koloidalnych roztworów wodorotlenków i siarczanów.

² W razie użycia HCl o większym stężeniu niż 1 mol/l mogą częściowo rozpuścić się CuS i NiS .

³ czerwone zabarwienie może powstać na skutek obecności Fe^{3+} . NH_4F wiąże jony żelaza z utworzeniem trwałego, bezbarwnego jonu kompleksowego FeF_6^{3-} .

⁴ Ogrzewanie roztworu z 3 mol/l HNO_3 powoduje utlenienie przeszkadzającego H_2S do S^0 .

⁵ nadmiar NaOH jest konieczny w celu rozpuszczenia amfoterycznych wodorotlenków $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$ i $\text{Zn}(\text{OH})_2$.

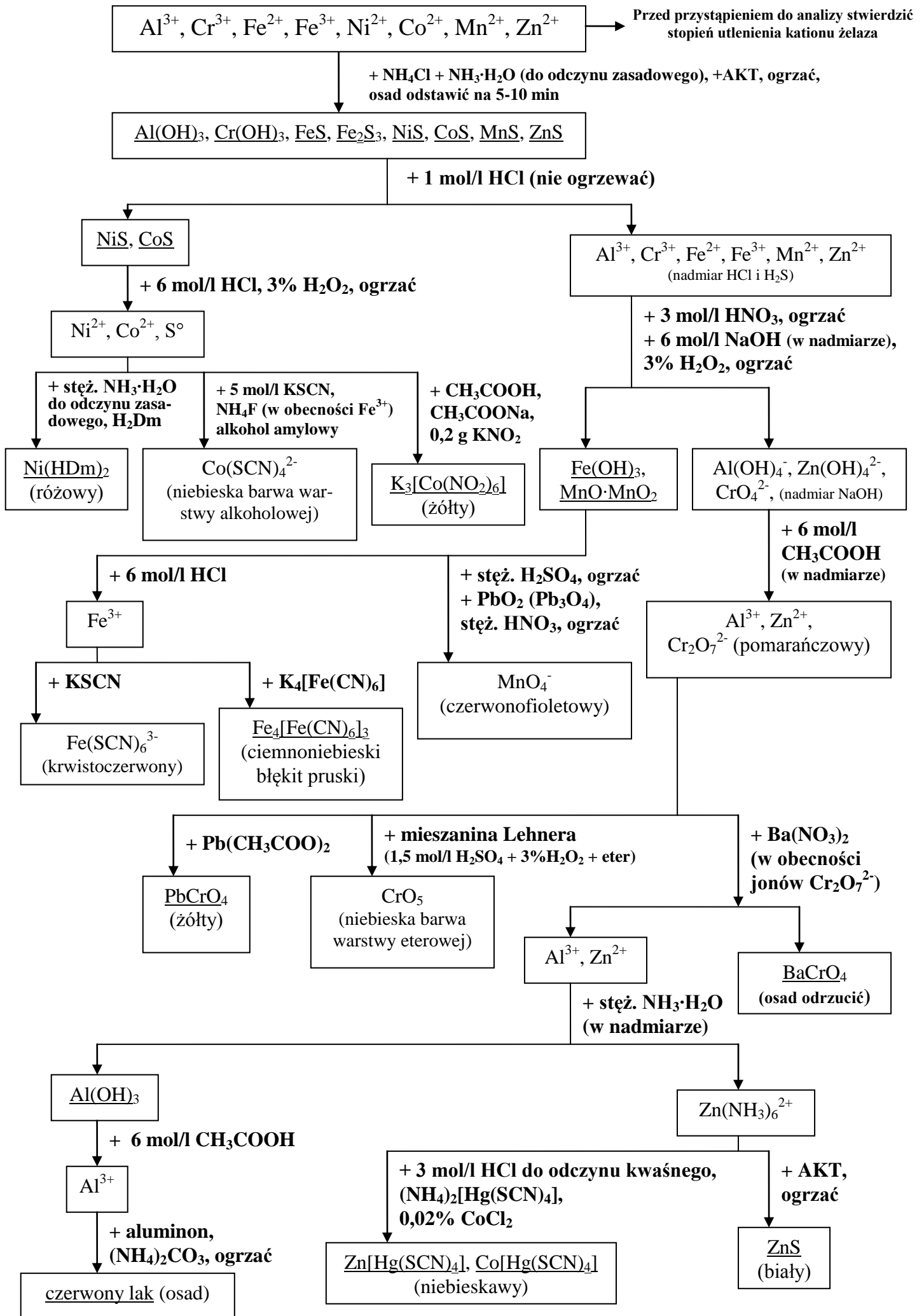
⁶ Woda utleniona (3% roztwór H_2O_2) utlenia: $\text{Cr}(\text{OH})_4^-$ do CrO_3^{2-} , Fe^{2+} do Fe^{3+} oraz Mn^{2+} do Mn^{4+} .

⁷ Ukazanie się białych dymów SO_3 świadczy o tym, że bardziej lotny HCl został usunięty z roztworu.

⁸ CH_3COOH jest potrzebny do rozpuszczania wodorotlenków $\text{Al}(\text{OH})_3$ i $\text{Zn}(\text{OH})_2$

⁹ Nadmiar $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ jest konieczny do powstania rozpuszczalnego jonu kompleksowego $\text{Zn}(\text{NH}_3)_6^{2+}$ (w odróżnieniu od $\text{Al}(\text{OH})_3$)

¹⁰ Aluminon daje w podobnych warunkach osad z solami Fe^{3+} , Cr^{3+} i Ca^{2+} , które w obecności $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ rozkładają się.



INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 5

Właściwości chemiczne kationów IV grupy analitycznej

1. Przeprowadź następujące próby wstępne. Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w tabelce.

1. Do trzech probówek wprowadź po ok. 0,5 mL roztworów następujących kationów: Ba^{2+} , Sr^{2+} i Ca^{2+} , następnie do każdej z nich dodaj roztworu węglanu amonu lub sodu. Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w 6 mol/L kwasie octowym.
2. Do trzech probówek wprowadź po ok. 0,5 mL roztworów następujących kationów: Ba^{2+} , Sr^{2+} i Ca^{2+} , następnie do każdej z nich dodaj roztworu szczawianu amonu lub sodu. Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w 6 mol/L kwasie octowym na gorąco.
3. Przeprowadź reakcję kationów Ba^{2+} i Sr^{2+} z wodą gipsową (nasycony roztwór CaSO_4). Uwaga! Osad SrSO_4 może wytrącić się po pewnym czasie.
4. Do trzech probówek wprowadź po ok. 0,5 mL roztworów: Ba^{2+} , Sr^{2+} i Ca^{2+} , następnie do każdej z nich dodaj roztworu chromianu(VI) potasu lub sodu. Sprawdź rozpuszczalność powstałych osadów w kwasie octowym.
5. Do trzech probówek wprowadź po ok. 0,5 mL roztworów: Ba^{2+} , Sr^{2+} i Ca^{2+} , następnie do każdej z nich dodaj roztworu chlorku amonu i kilka mililitrów heksacyjanożelazianu(II) potasu. UWAGA!!!. Osady w probówkach z kationami Ba^{2+} i Sr^{2+} wytrącają się tylko z bardzo stężonych roztworów.
6. Sprawdź zabarwienie płomienia palnika gazowego, powstające pod wpływem lotnych soli kationów należących do IV grupy.

Właściwości chemiczne kationów V grupy analitycznej

2. Przeprowadź następujące próby wstępne. Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w tabelce.

1. Do probówki wprowadź ok. 0,5 mL roztworu zawierającego jony Mg^{2+} . Dodaj roztwór NaOH i sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w chlorku amonu. Zanotuj poczynione obserwacje.
2. Przeprowadź reakcję kationów K^+ z kwasem chlorowym (VII) (HClO_4). Aby zaobserwować zajście reakcji roztwory pozostaw w probówce na kilka minut.
3. Przeprowadź następujące operacje z jonem NH_4^+ :
 - ◆ Do probówki zawierającej obojętny roztwór jonu NH_4^+ wprowadź roztwór NaOH. Probówkę lekko ogrzej, trzymając u wylotu probówki zwilżony papierek lakmusowy.
 - ◆ Do probówki zawierającej roztwór NH_4^+ dodaj odczynnik Nesslera. Zanotuj obserwacje.
- d) Sprawdź zabarwienie płomienia pod wpływem soli K^+ i Na^+ .

ANALIZA KATIONÓW IV GRUPY ANALITYCZNEJ

Do ok. 3 mL roztworu zawierającego kationy IV grupy dodać 10 kropli roztworu NH_4Cl 15 kropli roztworu $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Po ogrzaniu roztworu do temperatury ok. 70°C dodawać powoli roztworu $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ aż do całkowitego strącenia węglanów. Ogrzewać ciecz z osadem jeszcze przez 5 minut, oddzielić osad i przemyć go gorącą wodą.

OSAD I: BaCO_3 , SrCO_3 , CaCO_3

Osad rozpuścić w małej ilości 6 mol/L CH_3COOH . W próbce roztworu (1 – 2 krople) sprawdzić obecność jonów Ba^{2+} przy użyciu K_2CrO_4 (żółte zmętnienie pochodzące od BaCrO_4). Jeżeli obecność jonów Ba^{2+} nie została stwierdzona, całość roztworu bada się jak roztwór III. Jeżeli stwierdzono obecność jonów Ba^{2+} , do roztworu dodać K_2CrO_4 . Wytrącony żółty osad BaCrO_4 odwirować.

ROZTWÓR I: może zawierać kationy grupy V

OSAD II: BaCrO_4

Osad rozpuścić w 3 mol/L HCl i sprawdzić obecność jonów Ba^{2+} w płomieniu palnika na druciku platynowym (zabarwienie żółtozielone).

Do roztworu dodać 1 kroplę 2 mol/L H_2SO_4 . Wytrącenie białego osadu nierozpuszczalnego w kwasach mineralnych potwierdza obecność jonów Ba^{2+} .

ROZTWÓR II: Sr^{2+} i Ca^{2+} , CrO_4^{2-}

Do roztworu dodać 6 mol/L $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, aż do odczynu zasadowego i ogrzać do temp. $60-70^\circ\text{C}$. Następnie dodać ok. 1 mL 1 mol/L $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Wytrącony osad odwirować, przemyć wodą destylowaną do odmycia jonów CrO_4^{2-} , rozpuścić na gorąco w 6 mol/L CH_3COOH .

ROZTWÓR III: Sr^{2+} , Ca^{2+}

Do roztworu dodać kilka kropli NH_4Cl i 8-10 kropli $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Odczekać 5 min. Wytrącenie się w białego kryształicznego osadu świadczy o obecności jonów Ca^{2+} . Osad odwirować. Do roztworu dodać ok. 1 mL roztworu $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Biały osad wytrącający się w ciągu ok. 5 min świadczy o obecności jonów Sr^{2+} . Osad przemyć gorącą wodą, zwilżyć stęż. HCl i zbadać na zabarwienie płomienia (sole strontu barwią płomień na kolor karminowy).

ROZTWÓR III (drugi sposób): Sr^{2+} , Ca^{2+}

Do roztworu dodać 1 - 1,5 mL nasyc. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez kilka minut. Osad odwirować i zdekantować.

OSAD III: SrSO_4

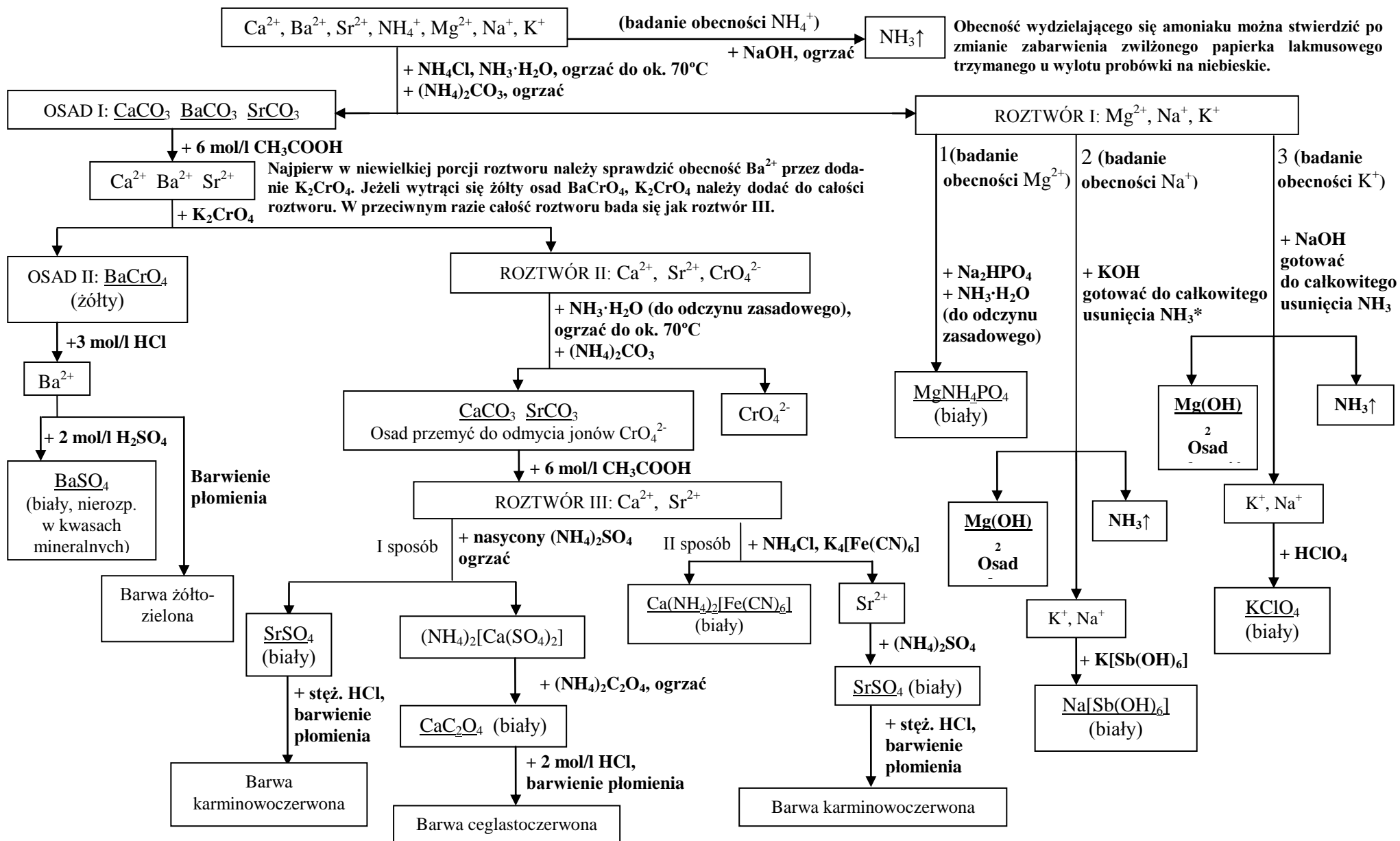
Przemyć gorącą wodą. Dodać 2 – 3 krople stęż. HCl i badać otrzymaną mieszaninę na zabarwienie płomienia. Karminowe zabarwienie płomienia potwierdza obecność jonów Sr^{2+} .

ROZTWÓR IV: $(\text{NH}_4)_2[\text{Ca}(\text{SO}_4)_2]$

Roztwór zadać kilkoma kroplami 2 mol/L $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ i ogrzewać przez kilka minut na wrzącej łaźni wodnej. Wytrącenie białego osadu (CaC_2O_4) wskazuje na obecność jonów Ca^{2+} . Osad rozpuścić w HCl i sprawdzić w płomieniu. Ceglastoczerwone zabarwienie płomienia potwierdza obecność jonów Ca^{2+} .

Analiza mieszaniny kationów IV i V grupy analitycznej

Ponieważ w trakcie oddzielania kationów IV grupy analitycznej za pomocą odczynnika grupowego ((NH₄)₂CO₃, NH₄Cl, NH₃·H₂O) wprowadza się jony NH₄⁺, badania na obecność tych jonów wykonuje się z częścią próbki pierwotnej.



*Jony NH₄⁺ i Mg²⁺ przeszkadzają w stwierdzeniu obecności jonów Na⁺ na podstawie reakcji z K[Sb(OH)₆], ponieważ również wytrącają białe osady. Są to odpowiednio: H[Sb(OH)₆] i Mg[Sb(OH)₆]₂. Jony NH₄⁺ usuwa się przez wygotowanie z KOH. Jony Mg²⁺ usuwa się przez wytrącenie za pomocą KOH w postaci Mg(OH)₂.

INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 6

Reakcje analityczne anionów

1. Przeprowadź niżej opisane próby z roztworami zawierającymi jony: Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} (w postaci soli sodowych). Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w tabelce.

a) Do 9 próbek wlej po 1 mL roztworów wyżej wymienionych anionów. Roztwory rozcieńcz dwukrotnie wodą destylowaną i do każdego dodaj 5 kropeł roztworu AgNO_3 . Oddziel osady od roztworów i zbadaj ich rozpuszczalność w 2 mol/L HNO_3 . Zapisz w tabelce swoje obserwacje.

b) Przygotuj identyczną serię roztworów jak w punkcie a. Do każdej próbki dodaj po kilka kropeł roztworu $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Oddziel osady od roztworów i zbadaj ich rozpuszczalność w 2 mol/L HNO_3 . Zapisz w tabelce swoje obserwacje.

Wyciągnij wnioski dotyczące rozpuszczalności soli srebrnych i barowych badanych anionów w kwasie azotowym(V) oraz możliwości podziału anionów na grupy analityczne.

c) Przygotuj trzecią identyczną z poprzednimi serię roztworów anionów. Do każdej próbki dodaj po kilka kropeł 3 mol/L H_2SO_4 (do odczynu kwaśnego), a następnie 1 kroplę roztworu KMnO_4 . Jeśli na zimno nie następuje odbarwienie, roztwór podgrzej ostrożnie na łaźni wodnej. Zapisz poczynione obserwacje i wyciągnij wnioski dotyczące własności redoks badanych jonów.

d) Przygotuj kolejną, identyczną z poprzednimi serię roztworów anionów. Do każdej próbki dodaj rozc. H_2SO_4 lub HCl (do odczynu kwaśnego), a następnie 1-2 mL roztworu KI i 1 mL kleiku skrobiowego. Zapisz obserwacje i wyciągnij wnioski dotyczące własności redoks badanych jonów.

e) Przygotuj kolejną, identyczną z poprzednimi serię roztworów anionów. W oddzielnej próbce zmieszaj roztwór I_2 w KI z jednakową objętością kleiku skrobiowego i rozcieńcz wodą, aby uzyskać roztwór przeświecający (niebieski). Tak sporządzony roztwór dodawaj małymi porcjami do zakwaszonych (rozc. H_2SO_4 lub HCl) roztworów odpowiednich anionów. Zapisz swoje obserwacje i wyciągnij wnioski dotyczące własności redoks badanych anionów.

Podaj wnioski dotyczące możliwości rozdziałów oraz identyfikacji poszczególnych anionów. Zapisz równania przeprowadzanych reakcji.

2. Wykrywanie obok siebie jonów Br^- i I^- .

Do próbki wlej po 0,5 mL roztworów zawierających jony Br^- oraz I^- . Do badanego roztworu dodaj kroplę kwasu siarkowego(VI), kilka kropeł chloroformu i kroplami wodę chlorową lub chloroaminę T. Po dodaniu każdej kropli utleniacza roztwór wstrząśnij, a po rozwarstwieniu się dwóch faz obserwuj zmiany zabarwienia warstwy chloroformowej.

Wyjaśnij obserwowane zmiany i napisz odpowiednie równania reakcji.

3. Reakcja obrączkowa.

Do 0,5 mL nasyconego roztworu FeSO_4 dodajemy kilka kropeł roztworu zawierającego jony NO_3^- i wstrząsamy. Następnie po ścięciu próbki wlewamy powoli stężony H_2SO_4 , tak aby ciecze się nie mieszały. Na granicy obu cieczy powinna powstać brunatna obrączka, stąd nazwa reakcja obrączkowa. Reakcję obrączkową dają również jony NO_2^- , jednakże wówczas należy zastosować rozcieńczony H_2SO_4 .

Wyjaśnij obserwowane zmiany i napisz odpowiednie równania reakcji.

UWAGA! Reakcję należy wykonać pod wyciągiem.

4. Przeprowadź analizę otrzymanej próbki nieznannej mieszaniny anionów grup I-III (I analiza) oraz grup IV-VII (II analiza). Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w tabelce.

Analiza anionów

1. Klasyfikacja anionów do grupy analitycznej.

Z otrzymanej do analizy próbki przelej do 2 czystych probówek ok 0,5 mL roztworu, roztwory w probówkach rozcieńcz dwukrotnie wodą destylowaną i do pierwszej probówki dodaj 5 kropli roztworu azotanu(V) srebra a do drugiej 5 kropli roztworu azotanem(V) baru. Zapisz w tabelce swoje obserwacje.

Odczynnik	Obserwacje	Zbadaj rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HNO ₃
AgNO ₃		
Ba(NO ₃) ₂		

2. Wykrywanie anionów słabych kwasów (CN⁻, S²⁻, CH₃COO⁻, NO₂⁻, SO₃²⁻, CO₃²⁻).

Z otrzymanej do analizy próbki przelej do czystej probówek ok 0,5 mL roztworu, a następnie dodaj do probówki kilka kropli rozcieńczonego H₂SO₄. Sprawdź czy wydziela się gaz o charakterystycznej barwie lub zapachu.

3. Wykrywanie reduktorów i utleniaczy.

Z otrzymanej do analizy próbki przelej do czystej probówki ok 1,5 mL roztworu, roztwór w probówce rozcieńcz dwukrotnie wodą destylowaną i dodaj kilka kropel 3 mol/L H₂SO₄ (do odczynu kwaśnego). Tak przygotowany roztwór podziel na 3 części, a następnie dodaj do:

I części - 1 kroplę roztworu KMnO₄. Jeśli na zimno nie następuje odbarwienie, roztwór podgrzej ostrożnie na łaźni wodnej.

II części - 1 mL roztworu KI i 1 mL kleiku skrobiowego

III części – kilka kropli rozcieńczonego roztworu I₂ w KI zmieszanego z kleikiem skrobiowym.

Zapisz w tabeli swoje obserwacje i wyciągnij wnioski dotyczące własności redoks badanych anionów.

Odczynnik	Obserwacje	Reakcje
KMnO ₄		
KI + kleik skrobiowy		
I ₂ w KI + kleik skrobiowy		

4. Dla anionów, których obecność podejrzewasz w swojej próbce wykonaj reakcje charakterystyczne.

INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 8

Analiza wodnych roztworów soli.

W ośmiu probówkach znajdujących się na stanowisku pracy, oznaczonych numerami od 1 do 8 obecna są roztwory następujących substancji:

Chlorku baru
Wodorotlenku potasu
Siarczanu(VI) glinu
Węglanu(IV) amonu
Azotanu(V) ołowiu
Chlorku potasu
Siarczanu(VI) potasu
Jodku potasu

W danej próbce znajduje się roztwór tylko jednej substancji. W zestawie reprezentowane są wszystkie wymienione wyżej substancje. Posługując się wyłącznie tymi roztworami jako odczynnikami oraz korzystając z papierków uniwersalnych umożliwiających określenie odczynu roztworu, ustal zawartość poszczególnych probówek. Do twojej dyspozycji jest także woda destylowana i palnik. Podaj zwięzły tok analizy i uzasadnienie identyfikacji. Zapisz jonowo równania reakcji, które umożliwiły Ci identyfikację poszczególnych substancji.

INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA 9

Analiza próbki soli stałej.

Aby przeprowadzić analizę otrzymanej próbki nieznanej soli w postaci stałej, należy zidentyfikować kation i anion, które ją tworzą. Najpierw przeprowadza się wstępne oględziny próbki (barwa, zapach, rozpuszczalność, barwienie płomienia). Następnie przeprowadza się reakcje z odczynnikami grupowymi na kationy, co umożliwia zaliczenie kationu do określonej grupy. Za pomocą reakcji specyficznych określa się ostatecznie kation wchodzący w skład soli. Wykrycie kationu i poznanie rozpuszczalności soli eliminuje większość mogących wchodzić w jej skład anionów. Po przeprowadzeniu wstępnych reakcji na aniony (strącanie soli srebra, soli baru, reakcje utlenienia i redukcji) można ustalić, jaki anion wchodzi w skład badanej soli.

1. Wstępne oględziny próbki:

a) **barwa soli** - pozwala zawęzić obszar poszukiwań

Barwy niektórych związków nieorganicznych

Czarna:	Hg ₂ O, CuO, NiO, FeO, Fe ₃ O ₄ , MnO ₂ , Ag ₂ S, HgS, PbS, Cu ₂ S, CuS, FeS, Fe ₂ S ₃ , CoS, NiS, Hg ₂ S.
Brunatna:	Ag ₂ O, PbO ₂ , Bi ₂ O ₃ , CdO, uwodniony Fe ₂ O ₃ , Bi ₂ S ₃ , SnS, CuCrO ₄ , CuBr.
Niebieska:	uwodnione sole miedzi i bezwodne sole kobaltu.
Zielona:	uwodnione sole Fe(II), Cu ₂ (OH) ₂ CO ₃ , CuCl ₂ , Cu(AsO ₂) ₂ , sole niklu i chromu, Cr ₂ O ₃ .
Żółta:	większość chromianów(VI), HgO, PbO, CdS, SnS ₂ , As ₂ S ₃ , As ₂ S ₅ , niektóre sole Fe(III), AgI, AgBr, PbI ₂ , Ag ₃ PO ₄ , Ag ₃ AsO ₃ , FePO ₄ , cyjanożelaziany(II), cyjanożelaziany(III).
Czerwona:	HgO, Cu ₂ O, Pb ₃ O ₄ , Fe ₂ O ₃ , Bi ₂ O ₅ , HgS, Sb ₂ S ₃ , As ₂ S ₃ , BiIO ₃ , HgI ₂ , bezwodny FeCl ₃ , CoCl ₃ , uwodniony CoCl ₂ , Ag ₂ Cr ₂ O ₇ , K ₃ [Fe(CN) ₆].
Różowa:	sole manganu, uwodnione sole kobaltu.
Fioletowa:	niektóre sole Cr(III), KMnO ₄ .
Pomarańczowa:	Sb ₂ S ₅ , CdS, dwuchromiany(VI).

- b) **zapach** – niektóre sole wydzielają charakterystyczny zapach (np. siarczany(IV) – zapach SO₂; siarczki – zapach siarkowodoru (zgniłych jaj); octany – zapach octu)
- c) **rozpuszczalność w H₂O** – sprawdź rozpuszczalność soli w zimnej wodzie (lub w gorącej wodzie jeżeli sól nie rozpuszcza się na zimno).

Następnie sprawdź **pH** roztworu wodnego soli:

- odczyn zasadowy – sugeruje obecność anionów słabych kwasów (takich jak: octan, węglan, siarczek, fosforan(V), boran, itd.)
- odczyn obojętny – sugeruje obecność soli mocnych zasad i mocnych kwasów lub słabych zasad i słabych kwasów
- odczyn kwasowy – sugeruje obecność soli żelaza, cynku, glinu, itd.

Oceń **barwę** roztworu wodnego:

- fioletowa → jony MnO₄⁻
- żółtozielona → jony [Fe(CN)₆]³⁻
- żółta → jony [Fe(CN)₆]⁴⁻, CrO₄²⁻, Fe³⁺
- pomarańczowa → Cr₂O₇²⁻
- niebieska → Cu²⁺
- zielona → Ni²⁺, Cr³⁺, Fe²⁺
- różowa → Co²⁺
- jasnoróżowa → Mn²⁺

d) jeżeli sól nie rozpuszcza się w wodzie to **rozpuść ją w kwasie** (rozc. HCl, H₂SO₄ lub HNO₃)

e) sprawdź czy po dodaniu rozcieńczonego (1 mol/dm³) kwasu H₂SO₄ nie wydzielają się gazy - CO₂ (widoczne pęcherzyki), SO₂ (słabo widoczne pęcherzyki), H₂S (zapach zgniłych jaj), NO₂ (brunatne opary), CH₃COOH (zapach octu). Natomiast dodanie kilku kropeł stężonego kwasu H₂SO₄ do kilku kropeł badanej próbki soli na szkiełku zegarkowym pozwala wykryć jony Cl⁻ (białe dymy po zbliżeniu bagietki zwilżonej stężonym NH₃)

2. Wykrywanie anionu

- zakwalifikuj anion do określonej grupy analitycznej przeprowadzając **reakcje z AgNO₃ i Ba(NO₃)₂** oraz sprawdzając rozpuszczalność osadu w 2 mol/dm³ HNO₃
- sprawdź obecność anionów o charakterze **utleniającym** (reakcja z KI wobec kleiku skrobiowego) i **redukującym** (reakcja z I₂ wobec kleiku skrobiowego oraz z KMnO₄ na zimno i na gorąco)
- przeprowadź **reakcje charakterystyczne** potwierdzające obecność anionu (np. reakcja obrączkowa na aniony NO₂⁻ i NO₃⁻ itp.)

3. Wykrywanie kationu

- zakwalifikuj kation do określonej grupy analitycznej przeprowadzając **reakcje z odczynnikami grupowymi** (HCl (3 mol/dm³) – I grupa kationów, AKT w środowisku kwasowym i zasadowym – odpowiednio II i III grupa kationów, NH₄CO₃ w środowisku zasadowym – IV grupa kationów, brak odczynnika grupowego – V grupa kationów)
- przeprowadź **reakcje charakterystyczne** potwierdzające obecność kationu (np. reakcja z odczynnikiem Nesslera – pozwala wykryć jon NH₄⁺, reakcja z K₃[Fe(CN)₆] pozwala wykryć jon Fe²⁺, reakcja z K₄[Fe(CN)₆] pozwala wykryć jon Fe³⁺, itd.)

Wszystkie wykonane próby, poczynione obserwacje, wnioski oraz równania przeprowadzonych reakcji zapisz w sposób podany w przykładzie.

Przykład analizy soli stałej:

Postać próbki.....	Bezbarwne, grube kryształy
Rozpuszczalność.....	Rozpuszcza się w wodzie
Próba z rozc. kwasem solnym.....	Roztwór wodny po zakwaszeniu mętnieje, jednocześnie wyczuwa się charakterystyczny zapach SO ₂ $S_2O_3^{2-} + 2H^+ \rightarrow S \downarrow + SO_2 \uparrow + H_2O$
Próba z AgNO ₃	Początkowo wytraca się biały osad, który szybko żółknie i czernieje: $S_2O_3^{2-} + 2Ag^+ \rightarrow Ag_2S_2O_3 \downarrow$ $Ag_2S_2O_3 \downarrow + H_2O \rightarrow H_2SO_4 + Ag_2S \downarrow$
Próba z Ba(NO ₃) ₂	Wytraca się biały krystaliczny osad rozpuszczalny w HNO ₃ $S_2O_3^{2-} + Ba^{2+} \rightarrow Ba_2S_2O_3 \downarrow$
Próba z roztworem I ₂ w Ki + kleik skrobiowy.....	Granatowy roztwór odbarwia się $2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^-$
Próba z roztworem KMnO ₄	Fioletowy roztwór jest odbarwiony w środowisku kwaśnym. (rozc. H ₂ SO ₄) przez wodny roztwór próbki $8MnO_4^- + 5S_2O_3^{2-} + 14H^+ \rightarrow 10SO_4^{2-} + 8Mn^{2+} + 7H_2O$
Barwienie płomienia.....	Zakwaszony kwasem solnym roztwór barwi płomień na intensywny żółty kolor

Wnioski: badana próbka soli to tiosiarczan sodu (Na₂S₂O₃)