

**Instrukcja do laboratorium z przedmiotu Chemia Nieorganiczna
dla studentów kierunku Zielone Technologie i Monitoring.**

Politechnika Gdańska, Wydział Chemiczny,

Katedra Chemii Nieorganicznej

Łukasz Ponikiewski

Spis treści

I. Wstęp do laboratorium

II. Analiza kationów

1. Pierwsza grupa: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} .
2. Druga grupa: Cu^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} .
3. Trzecia grupa: Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Al^{3+} .
4. Czwarta i piąta grupa: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ .

III. Analiza anionów

1. Pierwsza grupa: Cl^- , Br^- , I^- , $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$.
2. Druga i piąta grupa: NO_2^- , CH_3COO^- , NO_3^- , MnO_4^- .
3. Trzecia grupa: SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , BO_3^{3-} , $C_2O_4^{2-}$, $C_4H_4O_6^{2-}$.
4. Czwarta i szósta grupa: PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} .

IV. Analiza soli

V. Analiza substancji nieorganicznych: metali, niemetalu, tlenki, wodorotlenki, kwasy nieorganiczne.

I. Wstęp do laboratorium

Laboratorium z chemii nieorganicznej obejmuje 11 ćwiczeń z zakresu analizy jakościowej kationów i anionów. Ćwiczenia te studenci wykonują indywidualnie. Każde nowe ćwiczenie poprzedzane jest sprawdzianem teoretycznym z zakresu obowiązującego ćwiczenia. Po napisaniu sprawdzianu student przystępuje do analizy otrzymanej próbki.

Zakres poszczególnych ćwiczeń przedstawiono w poniższej tabeli:

Numer ćwiczenia	Zakres
1	Pierwsza grupa kationów: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}
2	Druga grupa kationów: Cu^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+}
3	Trzecia grupa kationów: Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Al^{3+} .
4	Czwarta i piąta grupa kationów: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ .
5	Pierwsza grupa anionów: Cl^- , Br^- , I^- , $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$
6	Druga i piąta grupa anionów: NO_2^- , CH_3COO^- , NO_3^- , MnO_4^-
7	Trzecia grupa anionów: SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , BO_3^{3-} , $C_2O_4^{2-}$, $C_4H_4O_6^{2-}$
8	Czwarta i szósta grupa anionów: PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , SO_4^{2-}
9	Analiza soli (kationy i aniony jak w ćwiczeniach 1-8)
10	Analiza substancji nieorganicznych: metali, niemetalu, tlenki, wodorotlenki, kwasy nieorganiczne.

II. Analiza kationów

1. Pierwsza grupa: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}

WSTĘP

W skład pierwszej grupy kationów wchodzi jony srebra Ag^+ , ołowiane Pb^{2+} oraz rtęciowe Hg_2^{2+} . Jony te w reakcji z rozcieńczonym kwasem solnym tworzą osady trudno rozpuszczalnych w wodzie soli chlorkowych: $AgCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2 . Kwas solny umożliwia oddzielenie pierwszej grupy od dalszych grup analitycznych kationów, jest to zatem odczynnik grupowy. Ze względu na pewną rozpuszczalność chlorku ołowianego w zimnej wodzie, wytrącenie jonów Pb^{2+} w pierwszej grupie kationów jest niecałkowite i dlatego wchodzi on również w skład drugiej grupy kationów.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

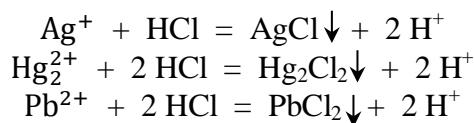
- reakcje kationów z odczynnikami grupowym (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność soli chlorkowych kationów I grupy w zasadach i kwasach;
- reakcje kationów I grupy ze stechiometryczną ilością jodku potasu i z nadmiarem;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

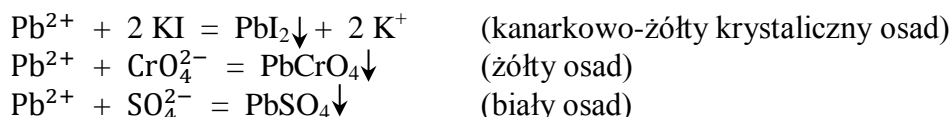
- poznanie charakterystyki poszczególnych kationów;
- zapoznanie się ze sprzętem laboratoryjnym;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z kationów w mieszaninie;

WYKONANIE

Student otrzymuje do analizy próbkę zawierającą mieszaninę kationów pierwszej grupy. W mieszaninie tej obok siebie mogą więc znaleźć się jony: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} . Otrzymaną mieszaninę zadaje się kwasem solnym i obserwuje wytrącanie osadów soli chlorkowych.



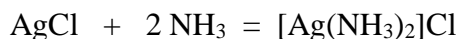
Całość sączy się a następnie pozostałe na sączku osady soli chlorkowych przemywa gorącą wodą. W takich warunkach rozpuszczeniu ulega $PbCl_2$ i przechodzi do roztworu, natomiast na sączku pozostają nadal $AgCl$ i Hg_2Cl_2 . Będące w roztworze jony Pb^{2+} można scharakteryzować przy pomocy odpowiednich reakcji.



Po wykryciu jonów ołowianych pozostawione na sączku osady $AgCl$, Hg_2Cl_2 przemywa się 2 M roztworem amoniaku. Hg_2Cl_2 reaguje z amoniakiem wg poniższego równania



wynikiem czego jest szernienie osadu na sączku pochodzące od szaroczarnej rozdrobnionej rtęci metalicznej. Szernienie świadczy o obecności jonów Hg_2^{2+} w mieszaninie. Przesącz po przemyciu roztworem amoniaku zawiera jony Ag^+ w postaci rozpuszczalnego związku kompleksowego – chlorku dwuamino srebra.



Przesącz zawierający związek kompleksowy srebra ma odczyn zasadowy. Dodanie do klarownego przesączu 2 M roztworu kwasu azotowego powoduje zobojętnienie odczynu zasadowego i w następstwie ponowne wytrącanie $AgCl$. Chlorek srebra powoli rozpada się z wydzieleniem koloidalnego srebra, które powoduje zabarwienie osadu na kolor fioletowy.

SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

2. Druga grupa: Cu^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+}

WSTĘP

W skład drugiej grupy kationów wchodzi jony: miedziowe Cu^{2+} , bizmutowe Bi^{3+} , rtęciowe Hg^{2+} , ołowiowe Pb^{2+} i kadmowe Cd^{2+} . Odczynnikiem grupowym tej grupy analitycznej kationów jest siarkowodór. Dzięki małym iloczynom rozpuszczalności siarczków tych metali siarkowodór wytrąca siarczki powyższych kationów w postaci osadów. Wytrącanie siarczków drugiej grupy przeprowadza się w roztworze kwaśnym (pH ~ 0.5). Zakwaszenie badanego roztworu przed dodaniem siarkowodoru najlepiej przeprowadzić przy użyciu kwasu solnego.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje kationów z odczynnikiem grupowym (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność siarczków kationów drugiej grupy w kwasach;
- reakcje kationów II grupy ze stechiometryczną ilością jodku potasu i z nadmiarem;
- reakcje kationów II grupy ze stechiometryczną ilością wodorotlenków litowców i z nadmiarem odczynnika;
- reakcje kationów II grupy ze stechiometryczną ilością amoniaku i z nadmiarem odczynnika;
- analiza mieszaniny kationów II grupy;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

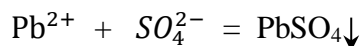
- poznanie charakterystyki poszczególnych kationów;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z kationów w mieszaninie;

WYKONANIE

Student otrzymuje do analizy mieszaninę kationów 2 grupy. W skład badanej próbki mogą więc wchodzić jony: Cu^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} .

Wykrywanie jonów Pb^{2+} :

Do próbki z badanym roztworem dodać rozcieńczonego roztworu H_2SO_4 .



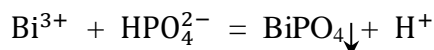
Wytrącenie białego, drobnokrystalicznego osadu $PbSO_4$ świadczy o obecności jonów Pb^{2+} w analizowanej próbce.

Wykrywanie jonów Cu^{2+} :

O obecności jonów Cu^{2+} świadczy niebieska barwa próbki spowodowana obecnością jonów $[Cu(H_2O)_6]^{2+}$.

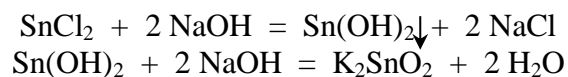
Wykrywanie jonów Bi^{3+} :

Do badanego roztworu zakwaszonego kwasem azotowym dodać roztworu Na_2HPO_4 .

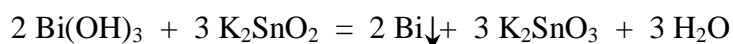


Wytrącony biały osad fosforanu(V) bizmutu(III) w odróżnieniu od fosforanów innych kationów tej grupy jest nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym.

Inną bardzo pomocną reakcją przy wykrywaniu jonów Bi^{3+} jest reakcja z cyninem sodowym. Cynin sodu otrzymuje się działaniem wodorotlenku sodu na roztwór chlorku cynawego. Początkowo wytrąca się biały osad wodorotlenku cynawego, który następnie rozpuszcza się w niewielkim nadmiarze zasady z utworzeniem cyninu:

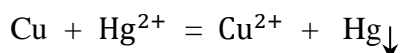


Cynin sodowy reaguje z wodorotlenkiem bizmutu redukując go do czarnego, silnie rozdrobnionego, wolnego bizmutu (szczernienie sączka).



Wykrywanie jonów Hg^{2+} :

Kroplę mieszaniny umieścić na blaszce miedzianej. W obecności jonów Hg^{2+} pokryje się ona szarym nalotem rozdrobnionej rtęci, a po przetarciu kawałkiem tkaniny zaobserwować można srebrzysty nalot amalgamatu miedzi.

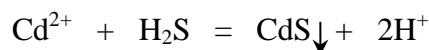


Po ogrzaniu rtęć ulatnia się i plamka znika.

Wykrywanie jonów Cd^{2+} :

Identyfikacja jonów Cd^{2+} nie jest możliwa z próbki pierwotnej i wymaga oddzielenia pozostałych kationów. W tym celu do badanego roztworu należy dodać SnCl_2 . Wprowadzenie jonów chlorkowych powoduje wytrącenie osadu PbCl_2 , natomiast jony Sn^{2+} redukują jony Hg^{2+} i wytrąca się osad Hg_2Cl_2 , który wobec nadmiaru reduktora ciemnieje i rozkłada się do rozdrobnionej i koloidalnej rtęci. Osad ten jest trudny do sączenia, dlatego też bezpośrednio do zlewki z osadem dodajemy nadmiar wody amoniakalnej. Po dodaniu NH_3 szary osad zawiera Pb(OH)_2 , Bi(OH)_3 , Sn(OH)_2 , $\text{SnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, Hg , natomiast w roztworze znajdują się amoniakalne kompleksy jonów Cu^{2+} i Cd^{2+} .

Po odsączeniu osadu, do ciemnoniebieskiego przesączu dodajemy jonów cyjankowych i wykrywamy jony Cd^{2+} w reakcji z siarkowodorem. Wytrącenie się żółtego siarczku kadmu potwierdza obecność jonów Cd^{2+} w mieszaninie.



SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy podać prawidłowy skład otrzymanej mieszaniny. Dodatkowo student powinien w zwięzły sposób (przy pomocy reakcji chemicznych) opisać przeprowadzone przez niego doświadczenia, które pomogły mu w wykryciu kationów

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.

-
3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

3. Trzecia grupa: Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+} .

WSTĘP

Do trzeciej grupy kationów należą jony: niklawy Ni^{2+} , kobaltawy Co^{2+} , żelazowy Fe^{3+} , manganawy Mn^{2+} , chromowy Cr^{3+} , glinu Al^{3+} i cynku Zn^{2+} . Odczynnikiem grupowym jest siarczek amonu $(NH_4)_2S$, który z roztworów obojętnych lub słabo alkalicznych wytrąca kationy Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} w postaci siarczków, zaś jony Al^{3+} , Cr^{3+} w postaci wodorotlenków. Siarczki te są trudno rozpuszczalne w wodzie, natomiast rozpuszczają się w kwasach. Siarczki trzeciej grupy nie wytrącają się pod wpływem siarkowodoru w środowisku kwaśnym, również wytrącenie siarczków z roztworów obojętnych jest niecałkowite. Przy wytrącaniu kationów trzeciej grupy konieczne jest dodanie chlorku amonu oprócz amoniaku i odczynnika grupowego. Obecność NH_4Cl zapobiega powstawaniu roztworów koloidalnych siarczków i wodorotlenków 3 grupy. Powstaniu roztworów koloidalnych zapobiega się również poprzez wytrącenie osadu z roztworów ogrzanych uprzednio do wrzenia.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje kationów z odczynnikiem grupowym (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność siarczków kationów trzeciej grupy w kwasach;
- reakcje kationów III grupy ze stechiometryczną ilością wodorotlenków litowców i z nadmiarem odczynnika;
- reakcje kationów III grupy ze stechiometryczną ilością amoniaku i z nadmiarem odczynnika;
- analiza mieszaniny kationów III grupy;
- reakcje charakterystyczne dla pojedynczych kationów;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

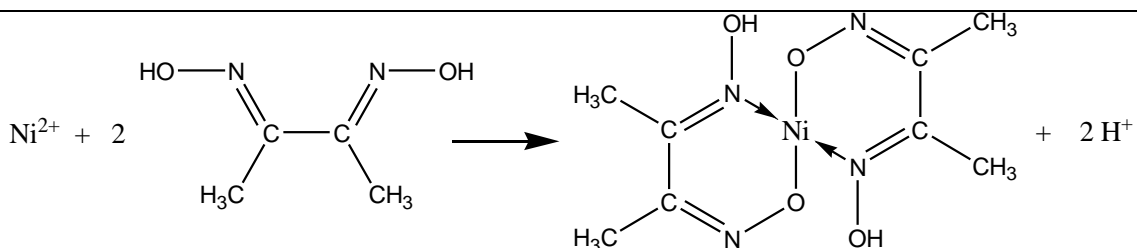
- poznanie charakterystyki poszczególnych kationów;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z kationów w mieszaninie;

WYKONANIE

Student otrzymuje do analizy mieszaninę kationów 3 grupy. W skład badanej próbki mogą więc wchodzić jony: Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+} .

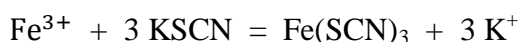
Wykrywanie jonów Ni^{2+}

Niewielką ilość mieszaniny umieszcza się w probówce i dodaje wody amoniakalnej do odczynu zasadowego. W warunkach tych wytrącają się wodorotlenki niektórych kationów 3 grupy. Roztwór ten można przesączyć i dalej wykonywać analizę, jednak osady wodorotlenków nie przeszkadzają w wykryciu jonów Ni^{2+} . Do tak przygotowanego roztworu dodaje się dimetyloglyoksymu. Odczynnik ten wytrąca z roztworów słabo amoniakalnych lub kwaśnych od kwasu octowego, czerwono-malinowy osad soli. Dimetyloglioksym dodaje się powoli po ściankach probówki, nie mieszając jej zawartości!



Wykrywanie jonów Co^{2+} i Fe^{3+}

W próbce umieszcza się niewielką ilość badanego roztworu i dodaje kilka kropli rodanku potasu lub rodanku amonu. W przypadku obecności jonów Fe^{3+} rodanki litowców wywołują krwistoczerwone zabarwienie roztworu w skutek powstania rodanku żelazowego:



Powstały kolor przeszkadza w wykrywaniu jonów kobaltu. Dodatek do roztworu fluorku amonu lub fluorku sodu powoduje powstanie kompleksu $\text{Na}_3[\text{FeF}_6]$, który jest już bezbarwny.

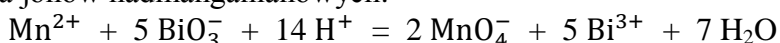


Fluorku sodu lub amonu dodaje się tylko i wyłącznie tyle, żeby odbarwić próbkę. Do bezbarwnego teraz roztworu dolewa się alkoholu izoamyłowego (górną warstwę w próbce) i dodaje tym razem stałego KSCN i solidnie wytrząsa. Zabarwienie się warstwy organicznej (górnej) na kolor szafirowy świadczy o obecności jonów kobaltu.



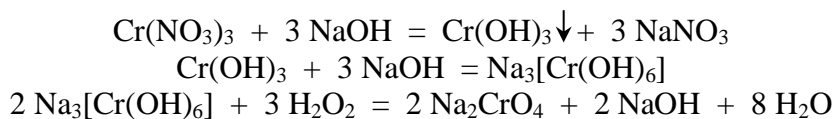
Wykrywanie jonów Mn^{2+}

W próbce umieszcza się ok. 2 mL badanej próbki i dodaje się niewielką ilość kwasu azotowego. Po wymieszaniu zawartości próbki dodaje się szczyptę bizmutanu sodu (żółty proszek) i obserwuje się jego opadanie w cieczy (nie wstrząsać i nie mieszać). W trakcie opadania bizmutanu sodu można już zaobserwować fioletowe zabarwienie roztworu w skutek powstania jonów nadmanganianowych.



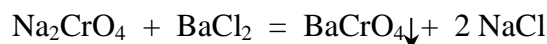
Wykrywanie jonów Cr^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+}

W zlewce umieszcza się około 10 mL wyjściowej mieszaniny zawierającej wszystkie kationy trzeciej grupy. Do zlewki wsypuje się niewielką ilość stałej zasady sodowej (do wyraźnego odczynu zasadowego) i dolewa porcjami po 2 – 3 mL wody utlenionej. Wodę utlenioną dodaje się ostrożnie i małymi porcjami, ponieważ reakcja ta zachodzi bardzo burzliwie – bardzo często obwicie się pieni. Reakcji tej nie wykonuje się w próbce. Po dodaniu wody utlenionej zawartość zlewki ogrzewa się do wrzenia (nie gotuje) i sączy. Jeżeli otrzymany przesącz jest żółty to świadczy to o obecności jonów chromianowych.



Żeby móc dalej prowadzić analizę należy pH roztworu doprowadzić do obojętnego lub lekko kwaśnego od kwasu octowego. Biorąc pod uwagę, że w procesie utleniania dodano stałego

NaOH (roztwór jest silnie zasadowy) i żeby zminimalizować rozcieńczenie, do procesu zakwaszenia używa się stężonego kwasu octowego. Do już zubożonego roztworu i w przypadku obecności jonów chromianowych, dodaje się BaCl₂, co powoduje wytrącenie BaCrO₄.



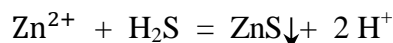
Osad chromianu baru odsącza się a klarowny przesącz dzieli na dwie części:

- **wykrywanie jonów Al³⁺**

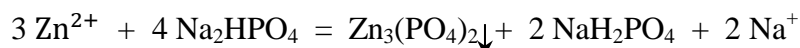
Do wykrycia jonów glinu można zastosować reakcję z aluminonem (sól amonowa kwasu aurynotrójkarboksyłowego). Do próbki (ok. 2mL) dodaje się taką samą ilość aluminonu i ogrzewa do wrzenia (roztwór jest czerwony). Następnie dodaje się rozcieńczonego roztworu amoniaku do pojawienia się zapachu amoniaku i nieco węglanu amonu (uwaga, jeżeli próbka jest nadal gorąca to po dodaniu węglanu może nastąpić intensywne pienienie w skutek uwalniania CO₂ z węglanu). Powstanie czerwonych płatków laku (kłaczkowaty osad) wskazuje na obecność jonów glinu. W momencie, jeżeli próbka nie zawiera jonów glinu po dodaniu amoniaku początkowo czerwony roztwór ulega odbarwieniu, nie ma osadu.

- **Wykrywanie jonów Zn²⁺**

Do wykrycia jonów Zn²⁺ używa się dwóch reakcji. Do części roztworu dodaje się siarkowodoru H₂S. Wytrącenie się białego osadu świadczy o powstaniu białego siarczku cynku. Należy zwrócić uwagę na fakt, że osad ZnS powinien wytrącić się od razu. Pojawienie się białego osadu po pewnym czasie (5 – 10 minut) świadczy raczej o wytrąceniu koloidalnej siarki, nie ZnS.



Do części roztworu można dodać także wodorofosforanu litowca. Wytrącenie się białego osadu fosforanu(V) cynku potwierdza obecność jonów cynku.



SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy podać prawidłowy skład otrzymanej mieszaniny. Dodatkowo student powinien w zwięzły sposób (przy pomocy reakcji chemicznych) opisać przeprowadzone przez niego doświadczenia, które pomogły mu w wykryciu kationów

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

4. Czwarta i piąta grupa: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ .

WSTĘP

Do czwartej grupy kationów należą jony: baru Ba^{2+} i wapnia Ca^{2+} . Odczynnikiem grupowym dla IV grupy kationów jest węglan amonu, który wytrąca z roztworów trudno rozpuszczalne w wodzie sole węglanu baru i wapnia. Przy wytrącaniu węglanów IV grupy i w trakcie analizy systematycznej, dodaje się do badanego roztworu – oprócz odczynnika grupowego – niewielką ilość chlorku amonu, aby uniemożliwić wytrącenie jonów magnezu w grupie czwartej. Nadmiar soli amonowych jest jednak niepożądany, gdyż utrudnia całkowite wytrącenie węglanów baru i wapnia. Podsumowując, węglany czwartej grupy należy wytrącać węglanem amonu w obecności chlorku amonu i amoniaku.

Do piątej grupy analitycznej należą jony: magnezu Mg^{2+} , amonu NH_4^+ , potasu K^+ i sodu Na^+ . Grupa ta nie posiada odczynnika grupowego.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje kationów czwartej grupy z odczynnikiem grupowym;
- rozpuszczalność węglanów IV;
- reakcje charakterystyczne dla kationów grupy IV i V;
- barwy płomieni lotnych soli kationów grupy IV i V;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

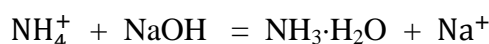
- poznanie charakterystyki poszczególnych kationów;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z kationów w mieszaninie;
- wykonanie analizy płomieniowej dla lotnych soli wybranych kationów grupy IV i V;

WYKONANIE

Student otrzymuje do analizy próbkę zawierającą mieszaninę kationów czwartej i piątej grupy. W mieszaninie tej obok siebie mogą więc znaleźć się jony: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ . W celu oddzielenia grupy czwartej od piątej do zlewki z roztworem dodaje się chlorku amonu, amoniaku i węglanu amonu. W warunkach tych strąceniu ulegają kationy czwartej grupy w postaci węglanów. Całość sączy się a pozostały na sączku osad roztwarza w 2 M kwasie octowym CH_3COOH .

Wykrywanie jonów NH_4^+ :

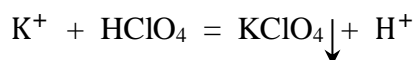
Jony NH_4^+ wykrywa się z próbki pierwotnej zawierającej kationy czwartej i piątej grupy. Próbę tę wykonuje się na początku przed strąceniem węglanów czwartej grupy, ponieważ w procesie strącania wprowadza się jony amonowe (odczynnik grupowy czwartej grupy). Na szkiełku zegarkowym umieszcza się niewielką ilość $NaOH$ i zalewa to badanym roztworem. W myśl zasady, że mocne wypiera słabe, w tym przypadku mocna zasada $NaOH$ wypiera amoniak z soli amonowych.



Wydzielający się amoniak można scharakteryzować po zapachu lub trzymając nad badaną próbką zwilżony wodą destylowaną papierek wskaźnikowy (zabarwia się na niebiesko).

Wykrywanie jonów K^+ :

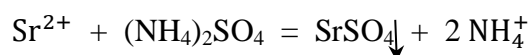
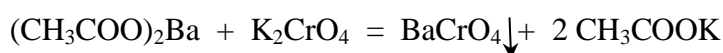
Jony K^+ wykrywa się także z próbki pierwotnej zawierającej kationy czwartej i piątej grupy. W reakcji z kwasem nadchlorowym jony potasu wytrącają biały krystaliczny osad nadchloranu potasu.



Przystępując do wykrywania jonów potasowych należy najpierw sprawdzić, czy badany roztwór nie zawiera jonów amonowych. Jony amonowe reagują w podobny sposób z kwasem nadchlorowym dając biały osad. W razie obecności jonów amonowych badaną próbkę rozcieńcza się trzykrotnie i dopiero wtedy wykonuje próbę na jony potasowe.

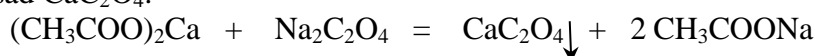
Wykrywanie jonów Ba^{2+} :

Roztworzony w kwasie octowym osad po strąceniu węglanów zawiera jony baru w postaci $(CH_3COO)_2Ba$. Również środowisko reakcji jest kwaśne od kwasu octowego. W tych warunkach po dodaniu K_2CrO_4 strąca się chromian(VI) baru w postaci żółtego osadu.



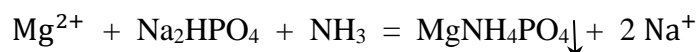
Wykrywanie jonów Ca^{2+} :

Do roztworu dodaje się jonów szczawianowych w postaci roztworu szczawianu amonu lub szczawianu sodu. W warunkach kwaśnych od kwasu octowego jony wapnia wytrącają biały krystaliczny osad CaC_2O_4 .



Wykrywanie jonów Mg^{2+}

Po oddzieleniu kationów czwartej grupy jony magnezowe można wykryć przeprowadzając reakcję z wodorofosforanem sodu Na_2HPO_4 . W obecności amoniaku i chlorku amonu Na_2HPO_4 wytrąca z roztworów soli biały krystaliczny osad ortofosforanu amonu i magnezu.



Drugą reakcją charakterystyczną dla jonów magnezu jest reakcja z wodorotlenkiem sodu, w wyniku której z roztworów soli magnezu wytrąca się biały galaretowaty osad wodorotlenku magnezu.

Wykrywanie jonów Na^+

Najlepszą metodą pozwalającą na wykrycie jonów sodu jest metoda płomieniowa. W tym celu drucik platynowy zanurza się w naszym roztworze i umieszcza w górnej warstwie płomienia. Zabarwienie płomienia na kolor żółto-pomarańczowy świadczy o obecności jonów sodu (pomarańczowa barwa płomienia powinna być widoczna przez około 10 do 15 sekund)

Inne kationy zawarte w grupie czwartej i piątej zabarwiają płomień na kolor:

Ba^{2+} - żółto-zielony

Ca^{2+} - ceglasto-czerwony

K^+ - fioletowy

SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien

również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

III. Analiza anionów

1. Pierwsza grupa: Cl^- , Br^- , I^- , $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$.

WSTĘP

Grupa pierwsza obejmuje aniony, które z jonami srebra dają osady nierozpuszczalne w wodzie i w 2 M roztworze HNO_3 . Należą tu jony: chlorkowy Cl^- , bromkowy Br^- , jodkowy I^- , żelazocyjankowy $[Fe(CN)_6]^{4-}$ i żelazicyjankowy $[Fe(CN)_6]^{3-}$.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje anionów z odczynnikiem grupowym (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność soli srebrnych anionów I grupy;
- wykrywanie obok siebie w mieszaninie jonów jodkowych, chlorkowych i bromkowych;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

- poznanie charakterystyki anionów pierwszej grupy;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z anionów w mieszaninie;

WYKONANIE

Student otrzymuje mieszaninę anionów, która zawiera jony: Cl^- , Br^- , I^- , $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$.

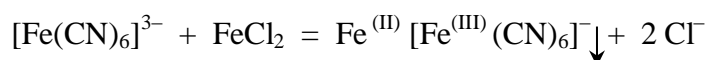
Wykrywanie jonów $[Fe(CN)_6]^{4-}$:

Do badanej próbki zawierającej aniony pierwszej grupy dodajemy soli żelazowych (np. $FeCl_3$), które z równoważnymi ilościami żelazocyjanków tworzą ciemnoniebieski koloidalny osad tzw. błękitu pruskiego.

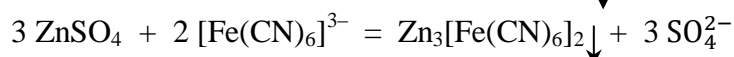
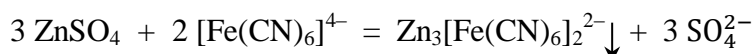


Wykrywanie jonów $[Fe(CN)_6]^{3-}$:

Do badanej próbki zawierającej aniony pierwszej grupy dodajemy soli żelazowych (np. $FeCl_2$ albo soli Mohra – $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4$), które z kwaśnych i obojętnych roztworów żelazicyjanków wytrącają osad zwany błękitem Turnbulla.



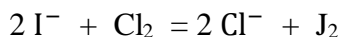
Prowadzenie dalszej analizy grupy pierwszej anionów wymaga usunięcia jonów żelazo- i żelazocyjankowych. Do mieszaniny wyjściowej dodajemy w tym celu siarczanu cynku, który powoduje wytrącenie obu tych jonów w postaci osadów.



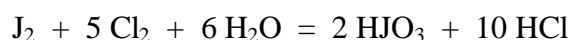
Wytrącone osady soli cynkowych odsączają się, natomiast przesącz sprawdza się na całkowitą wytrącenia dodając do przesączu świeżą porcję siarczanu(VI) cynku. Przesącz po prawidłowym oddzieleniu żelazo- i żelazicyjanków powinien być bezbarwny.

Wykrywanie jonów , Br⁻, I⁻:

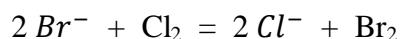
Przesącz wolny od jonów żelazo – i żelazocyjankowych możemy poddać badaniu na jony jodkowe i bromkowe. Analizę tych jonów przeprowadza się w jednej reakcji. Niewielką ilość badanego roztworu (ok. 0.5 mL) przenosimy do próbówki i dodajemy również ok. 0.5 mL chloroformu. Chloroform nie miesza się z wodą, w próbówce widoczne są więc wyraźnie dwa roztwory, z czego chloroformowa warstwa jest na dole. Do tego dodajemy teraz około 3 mL wody chlorowej Cl₂ i porządnie wytrząsamy. Woda chlorowa reaguje najpierw z jonami jodkowymi utleniając je do wolnego jodu. Wolny jod zabarwia warstwę chloroformową (dolną) na kolor fioletowy.



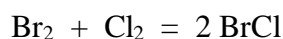
Dodanie większej ilości wody chlorowej powoduje, że wydzielony jod utlenia się dalej do kwasu jodowego.



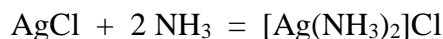
Kwas jodowy jest już związkiem bezbarwnym, więc kolor fioletowy warstwy chloroformowej znika. Dlatego w tej samej próbówce możemy wykrywać równocześnie jony bromkowe, które również reagują z wodą chlorową. Woda chlorowa wypiera z bromków wolny brom, który rozpuszcza się z brunatnym zabarwieniem w chloroformie.



Nadmiar wody chlorowej przemienia wydzielony brom w zabarwiony na kolor winno-żółty chlorek bromu.

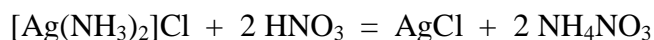
**Wykrywanie jonów Cl⁻:**

Przesącz wolny od jonów żelazo – i żelazocyjankowych możemy poddać badaniu na jony chlorkowe. Do próbówki przelewamy około 5 mL roztworu zawierającego jony chlorkowe, bromkowe i jodkowe i dodajemy ok. 3 mL azotanu srebra AgNO₃. W tych warunkach z roztworów strącają się w postaci osadów sole srebrne wszystkich trzech anionów. Następnie do mieszaniny soli srebrnych dodajemy rozcieńczonego amoniaku (ok. 1M). W rozcieńczonym amoniaku rozpuszcza się tylko i wyłącznie chlorek srebra przechodząc w związek kompleksowy.



Jodek srebra jest praktycznie nie rozpuszczalny w roztworze amoniaku, natomiast bromek srebra rozpuszcza się w stężonym roztworze amoniaku.

Osad soli srebrnych AgBr i AgJ odsączamy i w przesączu mamy już tylko [Ag(NH₃)₂]Cl, który po dodaniu kwasu azotowego przechodzi ponownie w chlorek srebra.



Chlorek srebra na świetle przybiera barwę szaro fioletową wskutek rozkładu z utworzeniem koloidalnego srebra.

SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

2. Druga i piąta grupa: NO_2^- , CH_3COO^- , NO_3^- , MnO_4^- .

WSTĘP

Grupa druga obejmuje aniony, które z jonami srebra dają osady trudno rozpuszczalne w wodzie, natomiast dobrze rozpuszczalne w 2 M roztworze HNO_3 . Należą do tej grupy jony: azotanowy(III) NO_2^- i octowy CH_3COO^- . Do grupy piątej należą aniony, które nie tworzą osadów ani z azotanem srebra, ani z chlorkiem baru w środowisku kwaśnym lub obojętnym. Do grupy tej zaliczamy jony: azotanowy(V) NO_3^- i nadmanganianowy MnO_4^- .

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje anionów z odczynnikami grupowym (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność soli srebrnych anionów II grupy;
- wykrywanie obok siebie w mieszaninie jonów azotanowych(III) i azotanowych(V);

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

- poznanie charakterystyki anionów drugiej i piątej grupy;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z anionów w mieszaninie;

WYKONANIE

Student otrzymuje mieszaninę anionów, która zawiera jony: NO_2^- , CH_3COO^- , NO_3^- , MnO_4^- . Mieszanina tych jonów jest bardzo specyficzna, ponieważ w mieszaninie obok siebie nie mogą występować jony NO_2^- i MnO_4^- . Dzieje się tak dlatego, że już w środowisku lekko kwaśnym jony te reagują ze sobą w myśl równania:



Wynika z niego, że w środowisku lekko kwaśnym jony nadmanganianowe zredukowane są do manganu na II stopniu utlenienia, natomiast jony azotanowe(III) utleniają się do jonów azotanowych(V).

Wykrywanie jonów NO_2^- :

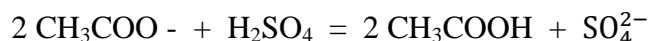
Jeżeli badana przez nas próbka nie jest fioletowa (nie zawiera jonów nadmanganianowych) to należy ją sprawdzić na obecność jonów azotanowych(III). W tym celu umieszczamy w probówce niewielką ilość badanego roztworu, zakwaszamy go rozcieńczonym kwasem siarkowym i dolewamy niewielką ilość nadmanganianu potasu KMnO_4 . Jeżeli roztwór nadmanganianu potasu odbarwi się świadczy to o obecności NO_2^- .

Wykrywanie jonów MnO_4^- :

Jonów nadmanganianowych nie trzeba wykrywać w mieszaninie. Nie da się ich przeoczyć. Fioletowa barwa roztworu świadczy jednoznacznie o ich obecności.

Wykrywanie jonów CH_3COO^- :

Jony octanowe można wykryć dodając do mieszaniny anionów drugiej i piątej grupy rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI). Mocny kwas jakim jest kwas siarkowy(VI) wypiera z roztworów soli słaby kwas octowy, który można wykryć po zapachu.



Podobny efekt uzyskamy w reakcji z wodorosiarczanem potasu. W tym celu naszą próbkę

odparowujemy do sucha a do suchej masy dodajemy stałego KHSO₄ i delikatnie ucieramy. Wydzielanie się charakterystycznego zapachu octu świadczy o obecności jonów octanowych.

Wykrywanie jonów NO₃⁻:

Aby przystąpić do wykrywania jonów azotanowych(V) należy wcześniej usunąć jony azotanowe(III) i nadmanganianowe. Żeby usunąć jony azotanowe(III) przeprowadza się reakcję z solami amonowymi, które redukują jony azotanowe(III) do wolnego azotu.



Jony nadmanganianowe możemy usunąć z naszej mieszaniny w reakcji z wodą utlenioną w środowisku kwaśnym.



Usunąwszy z mieszaniny jony nadmanganianowe i azotanowe(III) można przystąpić do wykrywania jonów azotanowych(V). W tym celu wykonuje się tzw. reakcję obrączkową. Do roztworu badanej próbki dolewa się stężonego kwasu siarkowego(VI), silnie się schładza i następnie delikatnie po ściance próbówki dolewa nasyconego roztworu soli Mohra. Na granicy obu warstw powstaje brunatna obwódka Fe(NO)SO₄.



SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

3. Trzecia grupa: SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , BO_3^{3-} , $C_2O_4^{2-}$, $C_4H_4O_6^{2-}$.

WSTĘP

Grupa trzecia obejmuje aniony, które z jonami srebra dają osady trudno rozpuszczalne w wodzie, natomiast dobrze rozpuszczalne w 2 M roztworze HNO_3 . W grupie tej chlorek baru wytrąca białe osady, praktycznie nierozpuszczalne w wodzie, a rozpuszczalne w 2 M kwasie azotowym. Do tej grupy należą jony: siarczanowy(IV) SO_3^{2-} , węglanowy CO_3^{2-} , boranowy BO_3^{3-} , szczawianowy $C_2O_4^{2-}$ i winianowy $C_4H_4O_6^{2-}$.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje anionów z odczynnikami grupowymi $AgNO_3$ i $BaCl_2$ (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność soli srebrnych i soli baru anionów III grupy;
- wykrywanie obok siebie w mieszaninie jonów szczawianowych i winiakowych;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

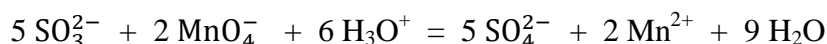
- poznanie charakterystyki anionów trzeciej grupy;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z anionów w mieszaninie;

WYKONANIE

Student otrzymuje mieszaninę anionów, która zawiera jony: SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , BO_3^{3-} , $C_2O_4^{2-}$, $C_4H_4O_6^{2-}$.

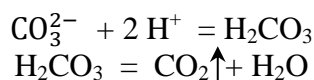
Wykrywanie jonów SO_3^{2-} :

Jony siarczanowe(IV) mają silne właściwości redukujące i jako jedyne w tej grupie redukują na zimno nadmanganian potasu w środowisku kwaśnym. Do próbówki pobieramy niewielką ilość mieszaniny wyjściowej anionów trzeciej grupy i zakwaszamy 2 M kwasem siarkowym(VI). Następnie wprowadzamy do zakwaszonej próbki rozcieńczony wodą destylowaną roztwór nadmanganianu potasu. Odbarwienie roztworu świadczy o obecności jonów siarczanowych(IV).



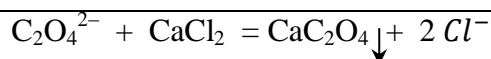
Wykrywanie jonów CO_3^{2-} :

Anion węglanowy jest resztą słabego kwasu i dlatego w reakcji z mocnymi kwasami jest wypierany z soli. W próbówce umieszczamy niewielką ilość wyjściowego roztworu i dodajemy roztwór 2 M kwasu siarkowego. Dodatek kwasu siarkowego(VI) powoduje powstawanie kwasu węglowego, który rozkłada się z wydzielaniem dwutlenku węgla (pienie, bądź wydzielanie bąbelków w cieczy).



Wykrywanie jonów $C_2O_4^{2-}$:

Jony szczawianowe z mieszaniny anionów trzeciej grupy możemy wykryć przy pomocy jednej reakcji, reakcji z chlorkiem wapnia. $CaCl_2$ strąca biały trudno rozpuszczalny, krystaliczny osad szczawianu wapnia. Osad ten nie rozpuszcza się w kwasie octowym. Do próbówki pobieramy niewielką ilość badanej mieszaniny, dodajemy kwasu octowego i $CaCl_2$.



Wykrywanie jonów BO_3^{3-} i $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$.

Jony boranowe i winianowe można wykryć w jednej reakcji. Do tygielka porcelanowego wlewamy około 5 mL roztworu wyjściowego zawierającego aniony trzeciej grupy i odparowujemy do sucha. Czekamy aż tygielek z suchą zawartością trochę ostygnie i dolewamy do niego kilka kropel stężonego kwasu siarkowego(VI). Całość ponownie podgrzewamy, powstanie brunatnego zabarwienia i zapachu palonego cukru świadczy o obecności jonów winianowych w mieszaninie.

Do tego samego tygielka po reakcji na jony winianowe dodajemy niewielką ilość metanolu. Stężony kwas siarkowy i alkohol metylowy tworzy z boranami w trakcie ogrzewania lotne estry kwasu borowego $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$. Dlatego po dodaniu metanolu zawartość tygielka należy podpalić. W obecności boranów płomień na swoim obwodzie wykazuje zielone zabarwienie.

SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

4. Czwarta i szósta grupa: PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} .

WSTĘP

Do czwartej grupy należą aniony, których sole srebra, barwne lub białe, są trudno rozpuszczalne w wodzie, natomiast roztwarzają się w kwasie azotowym(V). Chlorek baru wytrąca białe osady soli trudno rozpuszczalnych w wodzie, które roztwarzają się w kwasie azotowym(V). Do tej grupy należą jony: ortofosforanowy PO_4^{3-} , tiosiarczanowy $S_2O_3^{2-}$ i chromianowy(VI) CrO_4^{2-} .

Szósta grupa anionów to jony, które nie tworzą osadów z azotanem srebra. Z chlorkiem baru powstają osady praktycznie nierozpuszczalne w kwasach. Do tej grupy zalicza się tylko jon siarczanowy(VI) SO_4^{2-} .

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje anionów z odczynnikami grupowymi $AgNO_3$ i $BaCl_2$ (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność soli srebrnych i soli baru anionów IV i VI grupy;
- wykrywanie obok siebie w mieszaninie jonów tiosiarczanowych i siarczanowych(VI).

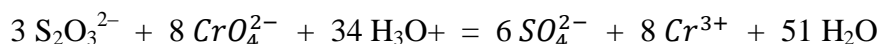
CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

- poznanie charakterystyki anionów czwartej i szóstej grupy;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z anionów w mieszaninie;

WYKONANIE

Student otrzymuje mieszaninę anionów, która zawiera jony: PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} .

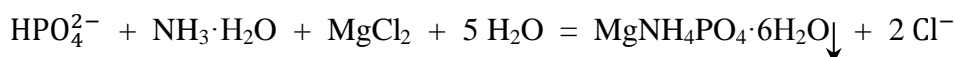
Mieszanina tych jonów jest również bardzo specyficzna, ponieważ w mieszaninie obok siebie nie mogą występować jony $S_2O_3^{2-}$ i CrO_4^{2-} . Dzieje się tak dlatego, że już w środowisku lekko kwaśnym jony te reagują ze sobą w myśl równania:



Wynika z niego, że w środowisku lekko kwaśnym jony chromianowe(VI) redukowane są do chromu na +3 stopniu utlenienia, natomiast jony tiosiarczanowe utleniają się do jonów siarczanowych(VI).

Wykrywanie jonów PO_4^{3-} :

Mieszanina magnezowa dodana do mieszaniny anionów czwartej i szóstej grupy wytrąca nawet z bardzo rozcieńczonych roztworów fosforanów(V) biały krystaliczny osad hydratu ortofosforanu(V) magnezu i amonu.



Optymalne wytrącenie osadu fosforanu amonu i magnezu osiąga się przy pH = 8.5-9.0. Osad jest nierozpuszczalny w rozcieńczonym roztworze amoniaku, łatwo roztwarza się nawet w słabych kwasach mineralnych. W celu dalszej identyfikacji osad $MgNH_4PO_4$ odsącza się, przemywa wodą, i zwilża rozcieńczonym roztworem $AgNO_3$. Żółte zabarwienie osadu, pochodzące od powstającego powierzchniowo Ag_3PO_4 , potwierdza obecność jonów ortofosforanowych(V).

Wykrywanie jonów CrO_4^{2-} :

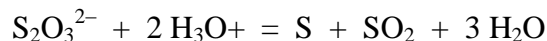
Jonów nadmanganianowych nie trzeba wykrywać w mieszaninie. Nie da się ich przeoczyć. Żółta barwa roztworu świadczy jednoznacznie o ich obecności.

Wykrywanie jonów $S_2O_3^{2-}$:

Jeżeli badana przez nas próbka nie jest żółta (nie zawiera jonów chromianowych(VI)) to należy ją sprawdzić na obecność jonów tiosiarczanowych. W tym celu umieszczamy w probówce niewielką ilość badanego roztworu, zakwaszamy go rozcieńczonym kwasem siarkowym i dolewamy niewielką ilość nadmanganianu potasu $KMnO_4$. Jeżeli roztwór nadmanganianu potasu odbarwi się świadczy to o obecności $S_2O_3^{2-}$.

Wykrywanie jonów SO_4^{2-} :

Przed przystąpieniem do wykrywania jonów siarczanowych(VI) należy pozbyć się najpierw jonów tiosiarczanowych. W tym celu część mieszaniny wyjściowej wlewamy do zlewki i dodajemy kwasu solnego HCl . W tych warunkach jon tiosiarczanowy ulega rozkładowi w myśl równania:



Powstały osad siarki odsączamy a do klarownego przesączu dodajemy $BaCl_2$. Wprowadzony wcześniej kwas solny powoduje, że w tej reakcji chromian(VI) baru i fosforan(V) baru nie wytrącają się w postaci osadów. Jedynym osadem powstałym w tej reakcji będzie osad siarczanu(VI) baru $BaSO_4$. Siarczan baru jest solą bardzo trudno rozpuszczalną, można go rozpuścić dopiero w stężonym kwasie siarkowym na gorąco.



SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

IV. Analiza soli

WSTĘP

Analiza soli polega na analizie 3 próbek zawierający pojedyncze sole. Student sprawdza rozpuszczalność każdej próbki w wodzie, kwasach lub zasadach. Otrzymane w postaci stałej sole należy najpierw przeprowadzić do roztworu i dopiero wtedy rozpocząć analizę próbki. Analiza ta polega na wykryciu zarówno kationu, jak i anionu.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- rozpuszczalność soli w wodzie, kwasach lub zasadach;
- przy pomocy zdobytej wcześniej wiedzy opisanie toku postępowania w wyniku którego można wykryć kation z próbki soli;
- przy pomocy zdobytej wcześniej wiedzy opisanie toku postępowania w wyniku którego można wykryć anion z próbki soli;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

- umiejętność przeprowadzenia soli w postaci stałej do roztworu;
- umiejętność przyporządkowania kationu i anionu do odpowiedniej grupy analitycznej i następnie wykrycie ich przy pomocy odpowiednich reakcji

WYKONANIE

Analiza przykładowej soli rozpuszczalnej w wodzie – CoSO_4 .

Analiza kationu:

W próbówce umieszczamy niewielką ilość naszej soli w postaci stałej. Do próbówki dolewamy wody destylowanej i silnie wstrząsamy. CoSO_4 przechodzi do roztworu w wyniku czego roztwór w próbówce jest klarowny. Część roztworu przelewamy do nowej próbówki i dolewamy:

- kwasu solnego – brak osadu – nie jest to więc kation z pierwszej grupy analitycznej kationów;

- H_2S – brak osadu – nie jest to więc kation z drugiej grupy analitycznej kationów;

- NH_3 – czarny osad – wytrącenie czarnego siarczku w środowisku zasadowym świadczy jednoznacznie, że mamy do czynienia z trzecią grupą analityczną kationów. Czarna barwa osadu dodatkowo eliminuje niektóre z kationów trzeciej grupy ($\text{Cr}(\text{OH})_3$ – szarozielony, MnS – jasnoróżowy, ZnS – biały, $\text{Al}(\text{OH})_3$ – galaretowaty biały). Zawęża więc to grupę poszukiwanych kationów do jonów Ni^{2+} , Co^{2+} i Fe^{2+} . Do nowych czystych probówek wlewamy świeży roztwór rozpuszczonej w wodzie destylowanej soli CoSO_4 i wykonujemy próby na każdy z kationów:

1) reakcja na jony Ni^{2+} z dwumetyloglyoksymem w środowisku zasadowym od amoniaku – reakcja negatywna, brak malinowoczerwonego osadu – nie są to jony Ni^{2+} .

2) reakcja z KSCN na jony Fe^{3+} - brak krwistoczerwonego koloru świadczy o braku w roztworze jonów żelazowych.

3) reakcja z KSCN i alkoholem izoamylovym na jony Co^{2+} - zabarwienie warstwy organicznej na kolor szafirowo-niebieski świadczy jednoznacznie o obecności jonów kobaltowych.

Analiza anionu:

Do niewielkiej ilości roztworu wodnego soli CoSO_4 dodajemy:

- AgNO_3 – brak osadu świadczy jednoznacznie, że nie mamy do czynienia z anionem z grup analitycznych 1, 2, 3, 4, i 5.

- BaCl_2 – wytrąca się biały osad. Dodatek kwasu azotowego nie powoduje rozpuszczenia osadu. Świadczy to jednoznacznie, że poszukiwanym anionem jest anion siarczanowy(VI).

Analiza soli trudno rozpuszczalnej – BaCO₃.

Część soli umieszczamy w probówce i dodajemy wody destylowanej. Sól nie ulega rozpuszczeniu na zimno, jak również po podgrzaniu. Do probówki dodajemy rozcieńczonego kwasu solnego i obserwujemy roztwarzanie się soli z wydzieleniem się gazu (najczęściej pienienie się). Wydzielanie się gazu w trakcie roztwarzania soli świadczy o tym, że mocny kwas jakim jest kwas solny wypiera z soli słabszy kwas. Taka sytuacja ma miejsce dla jonów węglanowych, które są z soli wypierane w postaci kwasu węglowego, który rozkłada się do CO₂ i H₂O.

Analiza kationu:

Do próbki naszej soli rozpuszczonej w kwasie solnym dodajemy:

- H₂S – brak osadu – nie jest to więc kation z drugiej grupy analitycznej kationów;
- NH₃ – brak osadu – nie jest to więc kation z drugiej grupy analitycznej kationów;
- (NH₄)₂CO₃ – wytrąca się biały osad – nasza próbka może zawierać więc kationy z czwartej grupy analitycznej: Ba²⁺, Ca²⁺. Wiedząc, że poszukiwaną solą jest BaCO₃ lub CaCO₃ rozpuszczamy jeszcze raz naszą wyjściową próbkę, ale tym razem w kwasie octowym. Następnie dodajemy do klarownego roztworu K₂CrO₄. Otrzymany żółty osad, nierozpuszczalny w kwasie octowym świadczy o obecności jonów Ba²⁺

SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

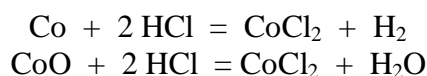
LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-

V. Analiza substancji nieorganicznych: metali, niemetalu, tlenki, wodorotlenki, kwasy nieorganiczne.

WSTĘP

Student otrzymuje do analizy 3 próbki zawierające metal, niemetal, tlenek metalu, zasadę bądź kwas. Otrzymane substancje są najczęściej w postaci stałej (wyjątkiem są kwasy i wodorotlenki, które można otrzymać w postaci roztworu), należy więc przeprowadzić je do roztworu. Większość metali i niemetalu roztwarza się w rozcieńczonych kwasach mineralnych po lekkim podgrzaniu. Należy pamiętać, że reakcje roztwarzania przebiegają najczęściej z wydzielaniem energii, dlatego roztwarzanie postępuje dalej bez dalszego ogrzewania. Żeby odróżnić metal od niemetalu trzeba bardzo uważnie obserwować zawartość próbki w trakcie roztwarzania np.:



W procesie roztwarzania metalu widoczny jest wydzielający się gaz (wodór), natomiast w procesie roztwarzania tlenku gaz się nie wydziela.

Inaczej analizuje się kwasy i zasady. Jeżeli są to substancje w postaci stałej to rozpuszcza się je w wodzie destylowanej bada pH otrzymanego roztworu. pH w zakresie od 0 do 7 świadczy o tym, że naszą substancją jest kwas. Dlatego analiza takiej substancji opiera się na znalezieniu anionu. pH w zakresie od 7 do 14 świadczy o tym, że naszą substancją jest zasada i w tym przypadku poszukujemy tylko i wyłącznie kationu.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- roztwarzanie metali w kwasach;
- analiza powstałych po roztworzeniu w kwasach soli metali. Identyfikacja przy pomocy reakcji chemicznych kationu z otrzymanej soli.
- analiza kwasów i zasad. Wykrywanie kationów i anionów.

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

- umiejętność roztworzenia metalu w kwasie lub zasadzie;
- umiejętność przyporządkowania kationu i anionu do odpowiedniej grupy analitycznej i następnie wykrycie ich przy pomocy odpowiednich reakcji

WYKONANIE

Analiza przykładowego metalu – Cd

Otrzymany metal roztwarzamy w niewielkiej ilości kwasu solnego. Kadm roztwarza się powoli po ogrzaniu w kwasie solnym przechodząc w CdCl_2 , który jest solą dobrze rozpuszczalną w wodzie. Do otrzymanego roztworu dodajemy kwasu siarkowodorowego i obserwujemy wytrącanie się żółtego osadu. W warunkach kwaśnych (roztwarzanie w kwasie solnym) wytrącają się w postaci soli siarczkowych tylko kationy drugiej grupy analitycznej. W grupie tej tylko Cd^{2+} daje żółty siarczek.

Analiza przykładowego kwasu – HNO_3

Otrzymana próbka jest w postaci ciekłej i bezbarwnej. Sprawdzamy pH, które wskazują zakres kwasowy. Naszym zadaniem więc jest znalezienie odpowiedniego anionu. Do badanej próbki dodajemy:

- AgNO_3 – nie wytrąca się osad;
- BaCl_2 – nie wytrąca się osad;

Brak osadu z azotanem(V) srebra i chlorkiem baru wskazuje, że badany anion pochodzi z

piątej grupy analitycznej anionów, do której należą NO_3^- , MnO_4^- . Jon nadmanganianowy ma barwę fioletową, więc naszym szukanym anionem jest NO_3^- . Żeby to potwierdzić bierzemy świeżą próbkę i wykonujemy próbę obrączkową (strona 19).

SPRAWOZDANIE

W sprawozdaniu należy przedstawić skład otrzymanej mieszaniny. Student powinien również w zwięzły sposób, najlepiej przy pomocy reakcji chemicznych, udokumentować przeprowadzone tego dnia doświadczenia.

LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”
 2. Jerzy Prejzner „Chemia Nieorganiczna. Laboratorium”, Wydawnictwo PG 2004.
 3. Jerzy Minczewski, Zygmunt Marczenko „Chemia analityczna. Tom 1 i 2”.
 4. Adam Bielański „Podstawy Chemii Nieorganicznej. Tom 1 i 2”.
-