



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



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

Korekta językowa:.....

Instrukcja do laboratorium z przedmiotu Chemia Nieorganiczna dla studentów kierunku Technologie Ochrony Środowiska

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+} , Al^{3+} , Zn^{2+} .
 4. Czwarta i piąta grupa: Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ .
 5. Mieszanina kationów zawartych w grupach 1-5.
- 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: metale, niemetale, 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+} , Al^{3+} , Zn^{2+}
4	Czwarta i piąta grupa kationów: Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+
5 (2 tyg.)	Mieszanina kationów zawartych w grupach 1-5
6	Pierwsza grupa anionów: Cl^- , Br^- , I^- , $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$
7	Druga i piąta grupa anionów: NO_2^- , CH_3COO^- , NO_3^- , MnO_4^-
8	Trzecia grupa anionów: SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , BO_3^{3-} , $C_2O_4^{2-}$, $C_4H_4O_6^{2-}$
9	Czwarta i szósta grupa anionów: PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , SO_4^{2-}
10 (2 tyg.)	Analiza soli (kationy i aniony jak w ćwiczeniach 1-9)
11	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^+ , ołowiu(II) Pb^{2+} oraz rtęci(I) Hg_2^{2+} . Jony te pod działaniem rozcieńczonego kwasu solnego tworzą osady trudno rozpuszczalnych w wodzie chlorków: $AgCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2 . Kwas solny umożliwia oddzielenie pierwszej grupy kationów od dalszych grup analitycznych kationów, jest to zatem odczynnik grupowy. Ze względu na pewną rozpuszczalność chlorku ołowiu(II) 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

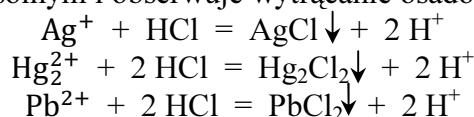
- reakcje kationów z odczynnikami grupowym (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność soli chlorkowych kationów I grupy w zasadach i kwasach;
- reakcje kationów I grupy ze stechiometryczną ilością jodku potasu i z nadmiarem;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

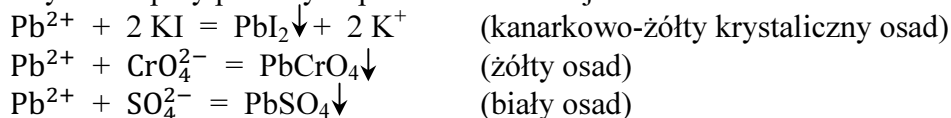
- poznanie charakterystyki poszczególnych kationów;
- zapoznanie się ze sprzętem laboratoryjnym;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z kationów w mieszaninie;

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.



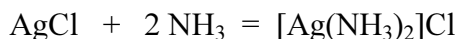
Całość sączy się a następnie pozostałe na sączku osady soli chlorkowych przemywa gorącą wodą. W takich warunkach rozpuszczeniu ulega $PbCl_2$ i przechodzi do roztworu, natomiast na sączku pozostają nadal $AgCl$ i Hg_2Cl_2 . Będące w roztworze jony Pb^{2+} można scharakteryzować przy pomocy odpowiednich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



Po wykryciu jonów ołowiu(II) 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 sączka pochodzące od szaroczarnej rozdrobnionej rtęci metalicznej. Szernienie świadczy o obecności jonów Hg_2^{2+} w mieszaninie. Przesącz po przemyciu amoniakiem 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 ponowne wytrącanie $AgCl$,

który powoli rozpada się na pierwiastki, przy czym wydzielające się srebro w stanie daleko posuniętego rozdrobnienia zabarwia osad 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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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: miedzi(II) Cu^{2+} , bizmutu(III) Bi^{3+} , rtęci(II) Hg^{2+} , ołowiu(II) Pb^{2+} i kadmu Cd^{2+} . Odczynnikiem grupowym tej grupy analitycznej kationów jest siarkowodor. Dzięki małym iloczynom rozpuszczalności siarczków tych metali siarkowodor 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

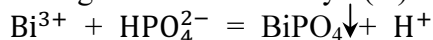
Student otrzymuje do analizy mieszaninę kationów 2 grupy. W skład badanej próbki mogą więc wchodzić jony: Cu^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} .

Wykrywanie jonów Cu^{2+} :

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

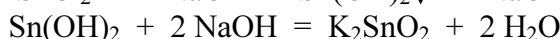
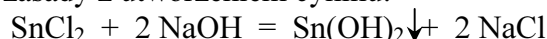
Wykrywanie jonów Bi^{3+} :

Do badanego roztworu zakwaszonego kwasem azotowym(V) dodać roztworu Na_2HPO_4 .

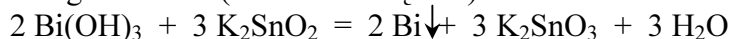


Wytrącony biały osad fosforanu(V) bizmutu(III) w odróżnieniu od fosforanów innych kationów tej grupy jest nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym.

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:



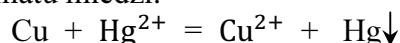
Cynin sodowy reaguje z wodorotlenkiem bizmutu redukując go do czarnego, silnie rozdrobnionego, wolnego bizmutu (szczernienie sączka).



Wykrywanie jonów Hg^{2+} :

Kroplę mieszaniny umieścić na blaszce miedzianej. W obecności jonów Hg^{2+} pokryje się ona

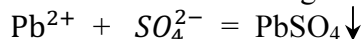
szarym nalotem rozdrobnionej rtęci, a po przetarciu kawałkiem tkaniny zaobserwować można srebrzysty nalot amalgamatu miedzi.



Po ogrzaniu rtęć ulatnia się i plamka znika.

Wykrywanie jonów 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 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 dodaje się nadmiar wody amoniakalnej. Po dodaniu NH_3 szary osad zawiera $\text{Pb}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$, $\text{Sn}(\text{OH})_2$, $\text{SnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, Hg , natomiast w roztworze znajdują się amoniakalne kompleksy jonów Cu^{2+} i Cd^{2+} .

Po odsączeniu osadu, do ciemnoniebieskiego przesącza dodaje się jonów cyjankowych i wykrywa 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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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: nikielu(II) Ni^{2+} , kobaltu(II) Co^{2+} , żelaza(III) Fe^{3+} , manganu(II) Mn^{2+} , chromowu(III) Cr^{3+} , glinu Al^{3+} , cynku(II) 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. Powstanie 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

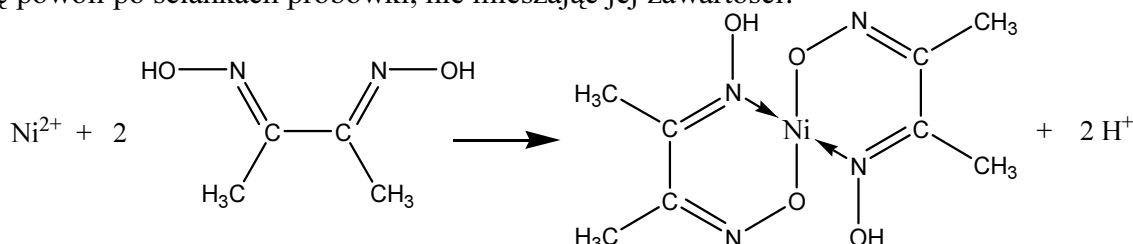
- poznanie charakterystyki poszczególnych kationów;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z kationów w mieszaninie;

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+} .

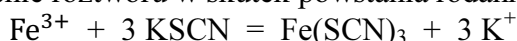
Wykrywanie jonów Ni^{2+}

Niewielką ilość mieszaniny umieszcza się w probówce i dodaje wody amoniakalnej do odczynu zasadowego. W warunkach tych wytrącają się wodorotlenki niektórych kationów 3 grupy, ale nie przeszkadzają one w wykryciu jonów Ni^{2+} . Do tak przygotowanego roztworu dodaje się dimetyloglioksymu. 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!

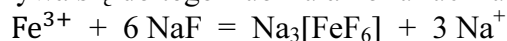


Wykrywanie jonów Co^{2+} i Fe^{3+}

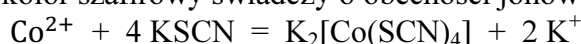
W probówce umieszcza się niewielką ilość badanego roztworu i dodaje kilka kropli rodanku potasu lub rodanku amonu. W przypadku obecności jonów Fe^{3+} rodanki litowców wywołują krwistoczerwone zabarwienie roztworu w skutek powstania rodanku żelazowego:



Powstały kolor przeszkadza w wykrywaniu jonów kobaltu, należy więc związać jony żelaza w bezbarwny kompleks. Używa się do tego fluorku amonu lub fluorku sodu.

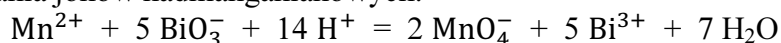


Fluorku sodu lub amonu dodaje się tylko i wyłącznie tyle, żeby odbarwić próbkę. Do bezbarwnego teraz roztworu dolewa się alkoholu izoamyłowego (górną warstwę w probówce) i dodaje tym razem stałego KSCN i solidnie wytrząsa. Zabarwienie się warstwy organicznej (górnej) na kolor szafirowy świadczy o obecności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



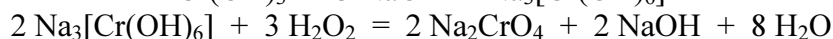
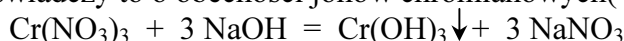
Wykrywanie jonów Mn^{2+}

W probówce umieszcza się ok. 2 mL badanej próbki i dodaje się niewielką ilość kwasu azotowego(V). 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.

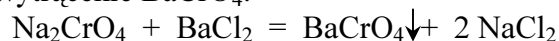


Wykrywanie jonów Cr^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+}

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 probówce. 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(VI).



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 tak przygotowanego roztworu dodaje się BaCl_2 , co powoduje wytrącenie BaCrO_4 .



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

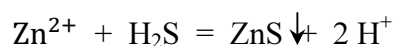
- **wykrywanie jonów Al^{3+}**

Do wykrycia jonów glinu można zastosować reakcję z aluminonem (sól amonowa kwasu aurynotrójkarboksylowego). 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 po podgrzaniu może pnieć się w skutek uwalniania CO_2 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.

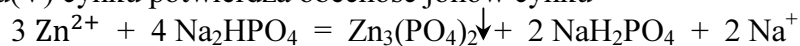
- **Wykrywanie jonów Zn^{2+}**

Do wykrycia jonów Zn^{2+} używa się dwóch reakcji. Do części roztworu dodaje się

siarkowodoru H₂S. Wytrącenie się białego osadu świadczy o powstaniu białego siarczku cynku.



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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ .

WSTĘP

Do czwartej grupy kationów należą jony: baru Ba^{2+} , strontu Sr^{2+} i wapnia Ca^{2+} . Odczynnikiem grupowym dla IV grupy kationów jest węglan amonu, który wytrąca z roztworów trudno rozpuszczalne węglany baru, strontu i wapnia. Przy wytrącaniu węglanów IV grupy, 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, strontu i wapnia. Ogólnie biorąc, 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

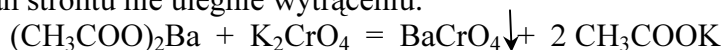
- poznanie charakterystyki poszczególnych kationów;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z kationów w mieszaninie;
- wykonanie analizy płomieniowej dla lotnych soli wybranych kationów 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+} , Sr^{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 .

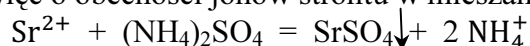
Wykrywanie jonów Ba^{2+} :

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. Reakcja ta odróżnia jony baru od jonów strontu, ponieważ w środowisku kwaśnym od kwasu octowego chromian strontu nie ulegnie wytrąceniu.



Wykrywanie jonów Sr^{2+} :

Po wytrąceniu jonów baru w postaci chromianu(VI) baru i odsączeniu osadu przesącz zawiera jony Sr^{2+} i Ca^{2+} . Do przesączu dodaje się niewielką ilość stałego $(NH_4)_2SO_4$ i lekko podgrzewa w celu rozpuszczenia siarczanu(VI) amonu. Jony siarczanowe tworzą z jonami strontu trudno rozpuszczalny biały osad siarczanu(VI) strontu. Pojawienie się w tej reakcji białego osadu świadczy więc o obecności jonów strontu w mieszaninie.

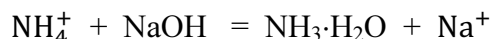


Wykrywanie jonów Ca^{2+} :

Po odsączeniu siarczanu(VI) strontu w przesączu pozostają tylko jony 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 NH_4^+ :

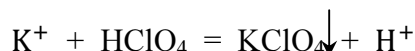
Jony NH_4^+ wykrywa się z próbki pierwotnej zawierającej kationy czwartej i piątej grupy. Próbę tę wykonuje się na początku przed strąceniem węglanów czwartej grupy, ponieważ w procesie strącania wprowadza się jony amonowe (odczynnik grupowy czwartej grupy). Na szkiełku zegarkowym umieszcza się niewielką 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^+ :

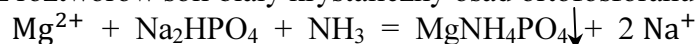
Jony K^+ wykrywa się także z próbki pierwotnej zawierającej kationy czwartej i piątej grupy. W reakcji z kwasem nadchlorowym jony potasu wytrącają biały krystaliczny osad nadchloranu potasu.



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 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 badanym 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

Sr^{2+} - karminowo-czerwony

Ca^{2+} - ceglasto-czerwony

K^+ - filoetowy

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”, Wydawnictwo PG 1999.
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”.
-

5. Mieszanina kationów zawartych w grupach 1-5.

WSTĘP

Mieszanina kationów zawiera jony, które do tej pory wchodziły w skład poszczególnych grup analitycznych 1-5. Wykorzystując odczynniki grupowe można odseparować kationy poszczególnych grup. Dalsza analiza polega już na wykorzystaniu reakcji dla poszczególnych grup w celu scharakteryzowania kationów.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

- reakcje kationów z odczynnikiem grupowym;
- schemat wykrywania kationów w mieszaninie;
- reakcje charakterystyczne dla części kationów, które pozwalają na wykrycie tych jonów bezpośrednio z mieszaniny;
- barwy płomieni lotnych soli kationów grupy IV i V;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

- umiejętność rozdzielania poszczególnych grup analitycznych kationów;
- roztwarzanie osadów siarczków dla drugiej i trzeciej grupy 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

Otrzymana do analizy mieszanina zawiera kationy wszystkich grup analitycznych: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ .

Do badanej mieszaniny dodaje się odczynnika grupowego pierwszej grupy kationów i wytrąca tę grupę w postaci soli chlorkowych. Powstały osad odsącza, przemywa wodą i przeprowadza analizę jak w instrukcji dla grupy pierwszej kationów (strona 4).

Następnie do zlewki zawierającej kationy grup 2-5 dodaje się siarkowodoru. W kwaśnym środowisku od wprowadzonego wcześniej kwasu solnego wytrąca się w postaci siarczków druga grupa kationów. Bardzo ważne w tym przypadku jest, żeby siarkowodoru użytego do strącenia siarczków było co najmniej trzy razy więcej (objętościowo) niż użytej do analizy próbki. Po dodaniu H_2S próbkę przez krótką chwilę miesza się a następnie sączy. Do otrzymanego przesącza dodaje się świeżą porcję kwasu siarkowodorowego w celu sprawdzenia całkowitości wytrącenia. Jeżeli po dodaniu H_2S nadal wytrąca się osad, to trzeba go odsączyć. Oddzielenie grupy drugiej jest całkowite w momencie, kiedy osad przy świeżej porcji H_2S się nie pojawia. Osad na sączku przemywa się wodą destylowaną a następnie sączek wyjmuje z lejka i wkłada do zlewki. Przy pomocy bagietki sączek się składa, układa go na dnie zlewki i zalewa 2 M HNO_3 . Kwasu azotowego(V) dodaje się tyle, żeby sączek był w nim cały zanurzony. Zawartość zlewki ogrzewa się przez kilka minut, przesącza i przesącz zawierający azotany kationów drugiej grupy bada wg analizy dla drugiej grupy kationów (strona 6).

Do zlewki zawierającej kationy grup 3-6 dodaje się amoniaku do pH zasadowego. W tych warunkach strącaniu ulegają siarczki i wodorotlenki trzeciej grupy. Zlewkę zawierającą osad trzeciej grupy podgrzewa się co powoduje koagulację osadu i lepszy jego rozdział w procesie sączenia. Otrzymany przesącz sprawdza się na całkowitość wytrącania, pamiętając, że przesącz zawierający już tylko grupy 4 i 5 powinien być bezbarwny. Osad kationów trzeciej

grupy przenosi się razem z sączkiem do zlewki i zalewa niewielką ilością stężonego kwasu solnego. Po lekkim podgrzaniu część osadu ulega rozpuszczeniu natomiast siarczki niklu i kobaltu pozostają w postaci osadu. Dopiero dodatek stężonego kwasu azotowego (powstaje woda królewska) powoduje, że siarczki tych dwóch kationów przechodzą również do roztworu. Roztwór po rozтворzeniu siarczków bada się wg analizy dla trzeciej grupy kationów (strona 8).

Przesącz po oddzieleniu grup 1-3 przenosi się do parowniczk i zateża do około 5 mL. Dopiero wtedy do tego roztworu dodaje się węglanu amonu, co powoduje wytrącenie czwartej grupy analitycznej kationów w postaci węglanów. Osad węglanów przemywa się wodą destylowaną, odsącza i postępujemy wg instrukcji ze strony 11. Analizę grupy 5 analitycznej kationów wykonuje się wg instrukcji ze strony 12.

W otrzymanej mieszaninie zawarta jest grupa kationów, które można wykryć przy pomocy jednej charakterystycznej reakcji z początkowej mieszaniny. Do tych kationów należą:

- jony amonowe – sprawdza się na samym początku (strona 11/12), ponieważ później na różnych etapach rozdziału wprowadza się te jony do mieszaniny;
- jony potasowe (strona 12);
- jony nikławe (strona 8);
- jony kobaltawe (strona 9);
- jony żelazowe (strona 9);
- jony manganawe (strona 9);

Próby płomieniowe dla kationów 4 i 5 grupy analitycznej można wykonać dopiero po oddzieleniu grup 1-3.

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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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 analityczna anionów obejmuje aniony, które z jonami srebra dają osady nierozpuszczalne w wodzie i w 2 M roztworze HNO_3 , natomiast chlorek baru osadów nie wytrąca. Należą tu jony: chlorkowy Cl^- , bromkowy Br^- , jodkowy I^- , heksacyjanożelazowy(II) (żelazocyjankowy) $[Fe(CN)_6]^{4-}$ i heksażelazocyjankowy(III) (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 przeprowadza analizę mieszaniny anionów, która zawiera jony: Cl^- , Br^- , I^- , $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$.

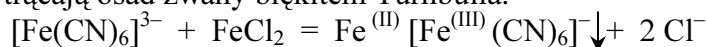
Wykrywanie jonów $[Fe(CN)_6]^{4-}$:

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

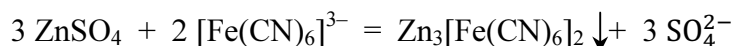
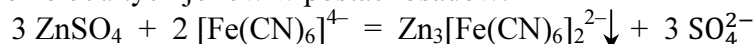


Wykrywanie jonów $[Fe(CN)_6]^{3-}$:

Do badanej próbki zawierającej aniony pierwszej grupy dodaje się soli żelaza(II) (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 żelazicyjankowych. Do mieszaniny wyjściowej dodaje się w tym celu siarczanu cynku, który powoduje wytrącenie obu tych jonów w postaci osadów.

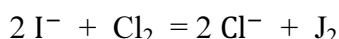


Wytrącone osady soli cynkowych odsączają się, natomiast przesącz sprawdza na całkowitą wytrącenia dodając do przesączu świeżą porcję siarczanu (VI) cynku. Przesącz po prawidłowym oddzieleniu żelazo- i żelazicyjanków powinien być bezbarwny.

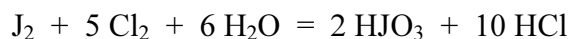
Wykrywanie jonów Br^- , I^- :

Przesącz wolny od jonów żelazo- i żelazicyjankowych można poddać badaniu na jony jodkowe i bromkowe. Analizę tych jonów przeprowadza się w jednej reakcji. Niewielką ilość badanego roztworu (ok. 0.5 mL) przenosi się do próbówki i dodaje również ok. 0.5 mL chloroformu. Chloroform nie miesza się z wodą, w próbówce widoczne są więc wyraźnie

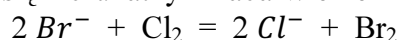
dwa roztwory, z czego chloroformowa warstwa jest na dole. Do tego dodaje się około 3 mL wody chlorowej Cl_2 i porządnie wytrząsa. Woda chlorowa reaguje najpierw z jonami jodkowymi utleniając je do wolnego jodu. Wolny jod zabarwia warstwę chloroformową (dolną) na kolor fioletowy.



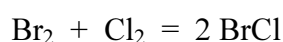
Dodanie większej ilości wody chlorowej powoduje, że wydzielony jod utlenia się dalej do kwasu jodowego.



Kwas jodowy jest już związkami bezbarwnym, więc kolor fioletowy warstwy chloroformowej znika. Dlatego w tej samej próbówce można 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.

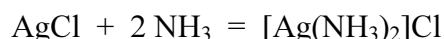


Nadmiar wody chlorowej przemienia wydzielony brom w zabarwiony na kolor winno-żółty chlorek bromu.



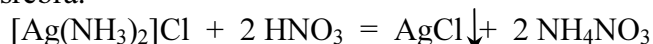
Wykrywanie jonów Cl^- :

Przesącz wolny od jonów żelazo – i żelazocyjankowych możemy poddać badaniu na jony chlorkowe. W próbówce umieszcza się około 5 mL roztworu zawierającego jony chlorkowe, bromkowe i jodkowe i dodaje ok. 3 mL azotanu srebra AgNO_3 . W tych warunkach z roztworów strącają się w postaci osadów sole srebrne wszystkich trzech anionów. Następnie do mieszaniny soli srebrnych dodaje się rozcieńczonego amoniaku (ok. 1 M). 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 odsącza się, natomiast do przesącza dodaje się kwasu azotowego(V). W środowisku kwaśnym związek kompleksowy $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$, przechodzi ponownie w chlorek srebra.



Chlorek srebra na świetle przybiera barwę szaro fioletową wskutek rozkładu z utworzeniem metalicznego 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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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 . Chlorek baru nie wytrąca osadu z roztworów anionów drugiej grupy. Należą do tej grupy jony: azotanowy(III) NO_2^- i octanowy 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(VII) 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(VII) zredukowane są do manganu na +2 stopniu utlenienia, natomiast jony azotanowe(III) utleniają się do jonów azotanowych(V).

Wykrywanie jonów NO_2^- :

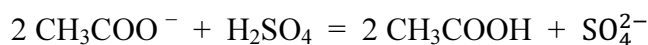
Jeżeli badana przez nas próbka nie jest fioletowa (nie zawiera jonów nadmanganianowych) to należy ją sprawdzić na obecność jonów azotanowych(III). W tym celu umieszcza się w probówce niewielką ilość badanego roztworu, zakwasza go rozcieńczonym kwasem siarkowym i dolewa niewielką ilość nadmanganianu(VII)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

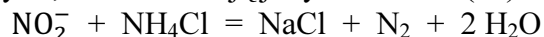
Jony octanowe można wykryć dodając, do mieszaniny anionów drugiej i piątej grupy analitycznej, rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI). Mocny kwas jakim jest kwas siarkowy(VI) wypiera z roztworów soli słaby kwas octowy, który można wykryć po zapachu.



Podobny efekt uzyskuje się w reakcji z wodorosiarczanem(VI) potasu. W tym celu próbkę odparowuje się do sucha a do stałej masy dodaje się stałego KHSO_4 i delikatnie uciera. Wydzielanie się charakterystycznego zapachu octu świadczy o obecności jonów octanowych.

Wykrywanie jonów NO_3^- :

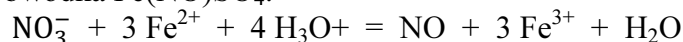
Aby przystąpić do wykrywania jonów azotanowych(V) należy wcześniej usunąć jony azotanowe(III) i nadmanganianowe. Żeby usunąć jony azotanowe(III) przeprowadza się reakcję z solami amonowymi, które redukują jony azotanowe(III) do wolnego azotu.



Jony nadmanganianowe usuwa się z mieszaniny w reakcji z wodą utlenioną w środowisku kwaśnym.



Usunawszy 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 chłodzi i następnie delikatnie po ściance probówki dolewa się nasyconego roztworu soli Mohra. Warstwa kwasu siarkowego stanowi dolną warstwę w probówce. Na granicy obu warstw powstaje brunatna obwódka $\text{Fe}(\text{NO})\text{SO}_4$.



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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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 . 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 srebrowych i soli baru anionów III grupy;
- wykrywanie obok siebie w mieszaninie jonów szczawianowych i winiakowych;

CELE DO OSIĄGNIĘCIA PRZEZ STUDENTA

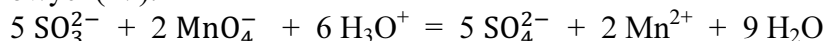
- poznanie charakterystyki anionów trzeciej grupy;
- przy pomocy zdobytej wiedzy teoretycznej i wsparciu prowadzącego samodzielne przeprowadzenie szeregu reakcji mających na celu scharakteryzowanie każdego z anionów w mieszaninie;

WYKONANIE

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

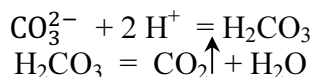
Wykrywanie jonów SO_3^{2-} :

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



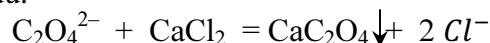
Wykrywanie jonów CO_3^{2-} :

Anion węglanowy jest resztą słabego kwasu i dlatego w reakcji z mocnymi kwasami jest wypierany z soli. W próbce umieszcza się niewielką ilość wyjściowego roztworu i dodaje 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 wykrywa się 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 próbki pobiera się niewielką ilość badanej mieszaniny, dodaje kwasu octowego i $CaCl_2$ i obserwuje się wytrącanie białego osadu.



Wykrywanie jonów BO_3^{3-} i $C_4H_4O_6^{2-}$.

Jony boranowe i winianowe wykrywa się w jednej reakcji. Do tygielka porcelanowego

wlewa się około 5 mL roztworu wyjściowego zawierającego aniony trzeciej grupy i odparowuje do sucha. Tygielkę się studzi i dolewa się do niej kilka kropeł stężonego kwasu siarkowego(VI), po czym całość ponownie się podgrzewa. Powstanie brunatnego zabarwienia i zapachu palonego cukru świadczy o obecności jonów winianowych w mieszaninie.

Do tego samego tygielka po reakcji na jony winianowe dodaje się niewielką ilość metanolu. Stężony kwas siarkowy i alkohol metylowy tworzy z boranami w trakcie ogrzewania lotne estry kwasu borowego $B(OCH_3)_3$. Dlatego po dodaniu metanolu zawartość tygielka podpala się. 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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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 szosta 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(V) PO_4^{3-} , tiosiarczanowy $S_2O_3^{2-}$ i chromianowy(VI) CrO_4^{2-} .

Szosta 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

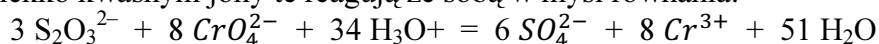
- reakcje anionów z odczynnikami grupowymi $AgNO_3$ i $BaCl_2$ (stany skupienia produktów reakcji i barwy ewentualnych osadów);
- rozpuszczalność soli srebrowych i soli baru anionów IV i VI grupy;
- wykrywanie obok siebie w mieszaninie jonów tiosiarczanowych i siarczanowych(VI).

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

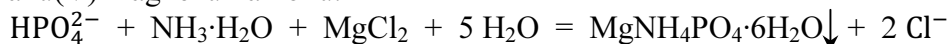
Student otrzymuje mieszaninę anionów, która zawiera jony: PO_4^{3-} , $S_2O_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} . Mieszanina tych jonów jest również bardzo specyficzna, ponieważ w mieszaninie obok siebie nie mogą występować jony $S_2O_3^{2-}$ i CrO_4^{2-} . Dzieje się tak dlatego, że już w środowisku lekko kwaśnym jony te reagują ze sobą w myśl równania:



Wynika z niego, że w środowisku lekko kwaśnym jony chromianowe(VI) zredukowane 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 6-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 chromianowych(VI) nie trzeba wykrywać w mieszaninie. Nie da się ich przeoczyć. Żółta barwa roztworu świadczy jednoznacznie o ich obecności.

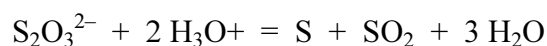
Wykrywanie jonów $S_2O_3^{2-}$:

Jeżeli badana przez nas próbka nie jest żółta (nie zawiera jonów chromianowych(VI)) to

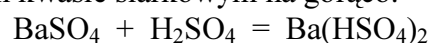
należy ją sprawdzić na obecność jonów tiosiarczanowych. W tym celu umieszcza się w probówce niewielką ilość badanego roztworu, zakwasza go rozcieńczonym kwasem siarkowym i dolewa niewielką ilość nadmanganianu(VI) potasu KMnO_4 . Jeżeli roztwór nadmanganianu potasu odbarwi się świadczy to o obecności $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$.

Wykrywanie jonów SO_4^{2-} :

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



Powstały osad siarki odsącza się a do klarownego przesącza dodaje 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 jest 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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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 5 próbek zawierających 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 probówce umieszcza się niewielką ilość soli w postaci stałej. Do próbówki dolewa się wody destylowanej i silnie wstrząsa. CoSO_4 przechodzi do roztworu w wyniku czego roztwór w probówce jest klarowny. Część roztworu przelewa się do nowej próbówki i dolewa się i dolewa się odczynników grupowych dla poszczególnych grup analitycznych kationów:

- kwasu solnego – brak osadu – nie jest to kation z pierwszej grupy analitycznej kationów;
- H_2S – brak osadu – nie jest to kation z drugiej grupy analitycznej kationów;
- NH_3 – czarny osad – wytrącenie czarnego siarczku w środowisku zasadowym świadczy jednoznacznie, że poszukiwany kation należy do trzeciej grupą analitycznej kationów. Czarna barwa osadu dodatkowo eliminuje niektóre z kationów trzeciej grupy ($\text{Cr}(\text{OH})_3$ – szarzielony, MnS – jasnoróżowy, ZnS – biały, $\text{Al}(\text{OH})_3$ – galaretowaty biały). Zawęża to grupę poszukiwanych kationów do jonów Ni^{2+} , Co^{2+} i Fe^{2+} . Do nowych czystych probówek wlewa się świeży roztwór rozpuszczonej w wodzie destylowanej soli CoSO_4 i wykonuje próby na każdy z kationów:

- reakcja na jony Ni^{2+} z dwumetyloglyoksymem w środowisku zasadowym od amoniaku – reakcja negatywna, brak malinowoczerwonego osadu – nie są to jony Ni^{2+} .
- reakcja z KSCN na jony Fe^{3+} - brak krwistoczerwonego koloru świadczy o braku w roztworze jonów żelazowych(III).
- reakcja z KSCN i alkoholem izoamyłowym na jony Co^{2+} - zabarwienie warstwy organicznej na kolor szafirowo-niebieski świadczy jednoznacznie o obecności jonów kobaltu(II).

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 jon siarczanowy(VI).

Analiza soli trudno rozpuszczalnej – BaCO_3 .

Część soli umieszcza się w probówce i dodaje wody destylowanej. Sól nie ulega rozpuszczeniu na zimno, jak również po podgrzaniu. Do probówki dodaje się rozcieńczonego kwasu solnego i obserwuje roztwarzanie się soli z wydzieleniem gazu (najczęściej pienie 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 CO_2 i H_2O .

Analiza kationu:

Do próbki zawierającej ok. 3 mL soli rozpuszczonej w kwasie solnym dodajemy:

- H_2S – brak osadu – nie jest to kation z drugiej grupy analitycznej kationów;
- NH_3 – brak osadu – nie jest to kation z trzeciej grupy analitycznej kationów;
- $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ – wytrąca się biały osad – nasza próbka może zawierać więc kationy z czwartej grupy analitycznej: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} . Wiedząc, że poszukiwaną solą jest BaCO_3 , SrCO_3 lub CaCO_3 rozpuszcza się jeszcze raz naszą wyjściową próbkę, ale tym razem w kwasie octowym. Następnie dodaje się do klarownego roztworu próbki roztwór K_2CrO_4 . Otrzymany żółty osad, nierozpuszczalny w kwasie octowym świadczy o obecności jonów Ba^{2+}

SPRAWOZDANIE

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

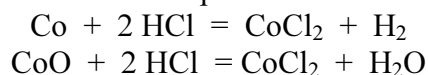
LITERATURA

1. Zenon Michałowski, Jerzy Prejzner „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej”, Wydawnictwo PG 1999.
 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: metale, niemetale, 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 i 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 KOLOKWIALNE

- 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 umieszcza się 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 dodaje się kwasu siarkowodorowego i obserwuje wytrącanie żółtego osadu. W środowisku kwaśnych od kwasu solnego (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 wskazuje zakres kwasowy. Naszym zadaniem więc jest znalezienie odpowiedniego anionu. Do badanej próbki dodaje się:

- 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 szukanym anionem jest NO_3^- . Żeby to potwierdzić przeprowadza się

próbę obrączkową (strona 17).

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”, Wydawnictwo PG 1999.
 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”.
-