



MINISTERSTWO EDUKACJI
NARODOWEJ



Halina Bielecka

Wykonywanie podstawowych analiz jakościowych 815[01].O2.02

Poradnik dla ucznia

Wydawca
Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy
Radom 2007

Recenzenci:
dr inż. Rafał Bator
mgr Urszula Ciosk–Rawluk

Opracowanie redakcyjne:
dr inż. Krzysztof Bielecki

Konsultacja:
mgr inż. Kazimierz Olszewski

Poradnik stanowi obudowę dydaktyczną programu jednostki modułowej 815[01].O2.02 Wykonywanie podstawowych analiz jakościowych, zawartego w modułowym programie nauczania dla zawodu operator urządzeń przemysłu chemicznego.

Wydawca
Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy, Radom 2007

SPIS TREŚCI

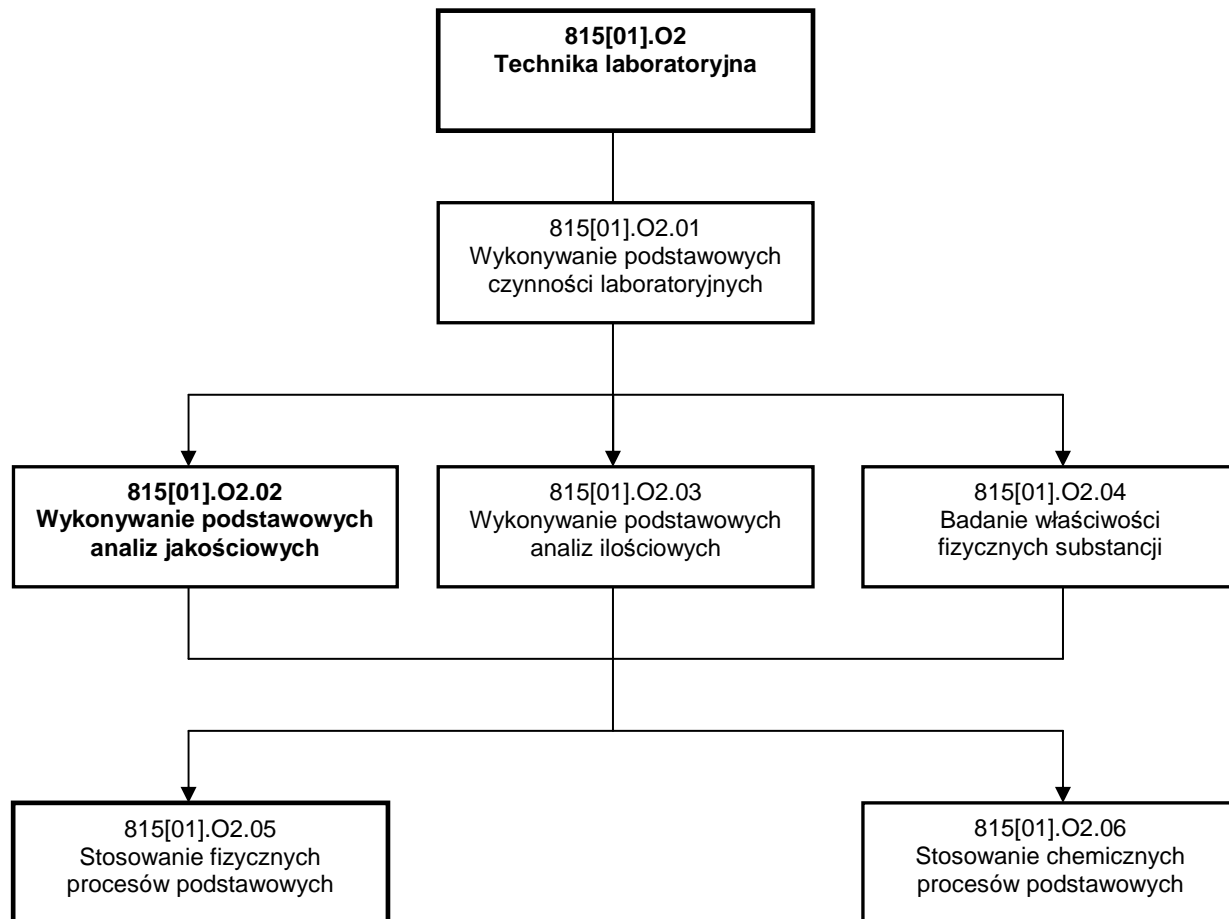
1. Wprowadzenie	3
2. Wymagania wstępne	5
3. Cele kształcenia	6
4. Materiał nauczania	7
4.1. Techniki i znaczenie analizy jakościowej. Zasady pracy w laboratorium	7
4.1.1. Materiał nauczania	7
4.1.2. Pytania sprawdzające	11
4.1.3. Ćwiczenia	11
4.1.4. Sprawdzian postępów	13
4.2. Operacje rozpuszczania, strącania, roztwarzania osadów. Grupy analityczne kationów i anionów	14
4.2.1. Materiał nauczania	14
4.2.2. Pytania sprawdzające	20
4.2.3. Ćwiczenia	20
4.2.4. Sprawdzian postępów	24
4.3. Wykrywanie kationów i anionów	25
4.3.1. Materiał nauczania	25
4.3.2. Pytania sprawdzające	38
4.3.3. Ćwiczenia	39
4.3.4. Sprawdzian postępów	41
4.4. Identyfikacja prostych soli rozpuszczalnych w wodzie	42
4.4.1. Materiał nauczania	42
4.4.2. Pytania sprawdzające	46
4.4.3. Ćwiczenia	46
4.4.4. Sprawdzian postępów	47
5. Sprawdzian osiągnięć	47
6. Literatura	53

1. WPROWADZENIE

Poradnik będzie Ci pomocny w przyswajaniu wiedzy o podstawowych analizach jakościowych i kształtowaniu umiejętności wykonywania analiz kationów, anionów i soli.

W poradniku znajdziesz:

- wymagania wstępne – wykaz umiejętności, jakie powinieneś mieć już ukształtowane, abyś bez problemów mógł korzystać z poradnika,
- cele kształcenia – wykaz umiejętności, jakie ukształtujesz podczas pracy z poradnikiem,
- materiał nauczania – wiadomości teoretyczne niezbędne do opanowania treści jednostki modułowej,
- zestaw pytań, abyś mógł sprawdzić, czy już opanowałeś określone treści,
- ćwiczenia, które pomogą Ci zweryfikować wiadomości teoretyczne oraz ukształtować umiejętności praktyczne,
- sprawdzian postępów,
- sprawdzian osiągnięć, przykładowy zestaw zadań. Zaliczenie testu potwierdzi opanowanie materiału całej jednostki modułowej,
- literaturę uzupełniającą.



Schemat układu jednostek modułowych

2. WYMAGANIA WSTĘPNE

Przystępując do realizacji programu jednostki modułowej, powinieneś umieć:

- korzystać z różnych źródeł informacji,
- posługiwać się poprawną nomenklaturą i symboliką chemiczną,
- posługiwać się pojęciami: reakcje hydrolizy, strącania, przemiana fizyczna i chemiczna,
- zapisywać równania reakcji w formie cząsteczkowej i jonowej,
- wykonywać obliczenia związane ze stężeniem procentowym i stężeniem molowym roztworu z rozpuszczalnością substancji,
- rozpoznawać podstawowy sprzęt laboratoryjny,
- planować i organizować pracę laboratoryjną,
- wykonywać podstawowe czynności laboratoryjne,
- dokumentować pracę laboratoryjną,
- dobierać środki ochrony indywidualnej do pracy z substancjami niebezpiecznymi,
- przestrzegać przepisów bhp w pracowni chemicznej.

3. CELE KSZTAŁCENIA

W wyniku realizacji programu jednostki modułowej powinieneś umieć:

- zorganizować stanowisko pracy laboratoryjnej,
- scharakteryzować techniki makroanalizy jakościowej,
- scharakteryzować techniki półmikroanalizy jakościowej,
- przygotować podstawowe odczynniki stosowane w analizie jakościowej,
- posłużyć się odczynnikami analitycznymi,
- wyjaśnić zasadę podziału kationów i anionów na grupy analityczne,
- przeprowadzić operacje wytrącania, rozpuszczania i roztwarzania osadów,
- zidentyfikować kationy w badanych próbkach prostych,
- zidentyfikować aniony w badanych próbkach prostych,
- zidentyfikować w badanych próbkach sole rozpuszczalne w wodzie,
- zapisać równania reakcji zachodzących w czasie wykonywania analiz jakościowych,
- racjonalnie wykorzystać sprzęt i aparaturę laboratoryjną,
- racjonalnie wykorzystać substancje i czynniki energetyczne,
- prowadzić dokumentację laboratoryjną,
- zinterpretować wyniki przeprowadzonych analiz,
- zastosować przepisy bezpieczeństwa i higieny pracy oraz przeciwpożarowe podczas wykonywania analiz jakościowych.

4. MATERIAŁ NAUCZANIA

4.1. Techniki i znaczenie analizy jakościowej. Zasady pracy w laboratorium

4.1.1. Materiał nauczania

Znaczenie analizy jakościowej

Analiza jakościowa jest działem chemii analitycznej zajmującym się badaniem składu chemicznego określonej substancji lub mieszaniny substancji, zarówno nieorganicznych, jak i organicznych. Zakres badań obejmuje metody wykrywania i identyfikacji pierwiastków oraz związków chemicznych wchodzących w skład analizowanej próbki. W przypadku związków organicznych analiza jakościowa ma na celu określenie ich składu elementarnego (czyli obecności pierwiastków: C, O, S, N i innych), a także identyfikacji grup funkcyjnych.

Wykrywanie to postępowanie mające na celu stwierdzenie obecności lub nieobecności określonego jonu lub związku w badanej próbce, a identyfikacja to ustalenie tożsamości badanej substancji. Termin oznaczanie odnosi się do postępowania analitycznego mającego na celu określenie ilościowej zawartości danego składnika w próbce. Ustalaniem składu ilościowego substancji lub oznaczaniem niektórych składników badanej próbki zajmuje się analiza ilościowa.

Analiza jakościowa ma duże znaczenia ze względu na szerokie powiązania ze wszystkimi dziedzinami nauki, gospodarki i życia. Z koniecznością ustalania lub sprawdzania składu różnych materiałów spotykamy się na każdym kroku. Poszukiwania geologiczne opierają się na analizie próbek odwiertów, w toku badań naukowych istnieje konieczność badania składu otrzymanych produktów. Towary konsumpcyjne muszą być sprawdzane, czy nie zawierają składników szkodliwych dla zdrowia, a medycyna coraz szerzej stosuje dane analityczne jako podstawę diagnostyki. Szczególne znaczenie analiza jakościowa ma w kontroli procesów produkcyjnych: bada się skład surowców, często obecność niektórych substancji (lub ich brak) jest miernikiem jakości procesu technologicznego. W pracy – na stanowisku operatora urządzeń przemysłu chemicznego – analiza jakościowa, w pełnym zakresie nie jest wykonywana. Operator, wykonując analizę pobranej próbki, na ogół tylko potwierdza obecność lub brak, wskazanej substancji lub jonu.

Analizę jakościową wykonuje się na drodze mokrej lub suchej.

Analiza na drodze suchej, czyli bez udziału rozpuszczalnika, najczęściej prowadzona jest jako:

- próby barwienia płomienia,
- stapianie z pewnymi solami prowadzące do utworzenia szklistych barwnych mas.

Częściej analizę jakościową wykonuje się na drodze mokrej, badając próbki po rozpuszczeniu w wodzie, kwasie lub zasadzie. Badania analityczne w takich przypadkach polegają na przeprowadzeniu z jonami w roztworze tzw. reakcji charakterystycznych, w wyniku, których zmienia się barwa badanego roztworu lub powstają osady.

Techniki makroanalizy i półmikroanalizy jakościowej

W zależności od ilości analizowanej substancji, objętości roztworów i sposobu przeprowadzania reakcji analitycznych rozróżnia się, między innymi, techniki makro- i półmikroanalizy.

Tabela 1. Klasyfikacja technik analitycznych

L.p.	Nazwa techniki	Masa w mg
1	makroanaliza – technika decygramowa	> 100
2	półmikroanaliza – technika centygramowa	10–100
3	mikroanaliza- technika miligramowa	1–10
4	submikroanaliza	0,1–1
5	ultramikroanaliza	< 0,1

W jakościowej makroanalizie bada się próbki o masie od 0,1 do 1 g i objętości roztworów od 1 do 100 cm³. Reakcje przeprowadza się w probówkach. Wytrącone osady są duże objętościowo i oddziela się je od roztworu, stosując sączenie przez lejki z sączkiem bibułowym.

W technice półmikroanalizy jakościowej można wyróżnić następujące operacje (czynności):

- ogrzewanie roztworu,
- wytrącanie osadu,
- badania całkowitości wytrącenia osadu,
- wirowanie osadu,
- przemywanie osadu,
- rozpuszczenie osadu,
- odparowywanie roztworu,
- prażenie osadu.

W półmikroanalizie używa się próbek o masie od 0,1 do 0,01 g badanej substancji i objętości roztworów od 0,5 do 5 cm³. Podstawowymi naczyniami są probówki zwykłe i wirówkowe (z dnem stożkowym) ze szkła o pojemności 4–5 cm³, przy czym coraz częściej używa się probówek wirówkowych wykonanych z tworzyw sztucznych. Probówki zwykłe służą do przeprowadzania reakcji i do przechowywania roztworów w toku analizy. Probówki wirówkowe mogą być zastosowane do przeprowadzania większości operacji analitycznych, ale przede wszystkim służą do odwirowywania osadów, gdyż dzięki zwięźeniu części dolnej warstewka osadu jest grubsza i łatwiejsza do oceny wizualnej.

Wirowanie prowadzi się w wirówkach laboratoryjnych (rys. 1).

**Rys. 1.** Wirówka laboratoryjna [6]**Rys. 2.** Waga do równoważenia masy probówek przeznaczonych do wirowania [7]

Wirującym elementem wirówki jest wirnik (rotor), w którym umieszcza się probówkę z zawartością do odwirowania. Wirówka powinna być obsługiwana zgodnie z jej instrukcją obsługi. W szczególności należy przestrzegać podanych w instrukcji przepisów bezpieczeństwa. Obsługując wirówkę należy pamiętać o symetrycznym obciążeniu wirnika – w tym celu probówkę z zawartością równoważy się probówką z wodą. Do równoważenia masy probówek służy specjalna waga (rys. 2).

Do mieszania roztworów służą bagietki (pręciki) szklane. Zamiast probówek, do przeprowadzania reakcji w niewielkich objętościach roztworów, można zastosować szkiełka

zegarkowe różnej wielkości. W tym celu można też używać płytek porcelanowych z 12 wgłębieniami, na których można przeprowadzić jednocześnie 12 reakcji. Podczas nanoszenia roztworów na szkiełka zegarkowe i płytki porcelanowe pipetkami obowiązuje ta sama zasada co przy pracy w probówkach, tzn. końcówka pipetki nie może dotykać analizowanego roztworu.

Roztwory ogrzewa się na łaźni wodnej, rzadziej bezpośrednio w płomieniu palnika. W płomieniu palnika nie należy ogrzewać probówek z niewielką ilością roztworu, gdyż wskutek gwałtownego wrzenia roztwór może być wyrzucony z probówki. Większe ilości roztworu można, w wyjątkowych przypadkach, ogrzewać małym płomieniem palnika. Do temperatury wrzenia ogrzewa się roztwory w zlewkach szklanych lub w parowniczkach porcelanowych pod wyciągiem. W parowniczkach porcelanowych odparowuje się też roztwory do sucha.

Odparowywanie roztworów, niezbędne dla zwiększenia stężenia wykrywanego jonu, przeprowadza się w tygielkach, parowniczkach, zlewkach lub na szkiełkach zegarkowych, ogrzewając je na łaźni wodnej. Można też odparowywać roztwory w tygielkach, parowniczkach lub zlewkach na płytkach metalowych, ogrzewając je małym płomieniem. Przy zbyt silnym ogrzewaniu, pod koniec odparowywania osad może się rozpryskiwać i ulatniać z parą wodną.

W celu usunięcia związków organicznych, soli amonowych lub wody, osady praży się w tyglach lub parowniczkach. Tygiel lub parowniczkę z suchym osadem umieszcza się na trójkącie kaolinowym i ogrzewa, początkowo ostrożnie, później mocniej, palnikiem. Osady można także prażyć w piecach laboratoryjnych do temperatury 1273–1473 K. Po zakończeniu prażenia, tygielek lub parowniczkę studzi się na płycie metalowej do temperatury pokojowej, a następnie przenosi na stół laboratoryjny. Gorący tygiel lub parowniczkę zdejmuje się z trójkąta szczypcami metalowymi.

Analiza kroplowa

Podczas wykonywania analizy jakościowej w skali półmikro można stosować tzw. analizę kroplową. Reakcje wykonuje się umieszczając krople roztworu badanego i odczynników na bibule do sączenia, płytkach porcelanowych z wgłębieniami lub szkiełkach zegarkowych. Najlepiej jednak do tego celu nadaje się bibuła filtracyjna. Krople nanosi się za pomocą cienkich pipetek lub mikropipet. Wielkość kropli nie powinna być mniejsza niż dostrzegana nieuzbrojonym okiem, czyli ok. $0,001 \text{ cm}^3$. W przypadku stosowania bibuły, naniesiony za pomocą kapilary badany roztwór, szybko rozprzestrzenia się po powierzchni tworząc plamkę. Następnie na środek plamki nanosi się roztwór odczynnika tworzącego z jonami poprzedniego roztworu barwny związek. W procedurze tej woda, będąca rozpuszczalnikiem, dyfunduje ku brzegom plamki i następuje samorzutna operacja „odsączenia” osadu.

Coraz częściej – zwłaszcza tam, gdzie zależy na czasie – do wykonania analizy stosuje się gotowe testy w formie papierków wskaźnikowych. W tym przypadku oprócz stwierdzenia obecności danej substancji można określić w sposób przybliżony jej ilość. Takie testy stosuje się również na stanowiskach pracy operatora urządzeń przemysłu chemicznego.

W porównaniu z metodą probówkową, analiza kroplowa posiada szereg zalet:

- czas analizy skraca się 3–10-krotnie,
- wyposażenie aparaturowe jest znacznie prostsze i tańsze,
- zużywa się bardzo mało odczynników, dzięki temu można wykorzystywać droższe odczynniki.

Wadą jest to, że efekty reakcji prowadzonych z tak małymi objętościami roztworów można obserwować tylko wówczas, gdy w ich wyniku tworzą się barwne związki.

Zasady pracy w laboratorium analiz jakościowych

W każdym laboratorium analitycznym znajdują się:

- stoły laboratoryjne z półką na sprzęt ogólny i stosowane odczynniki, z szufladami i szafkami do przechowywania przydzielonego szkła laboratoryjnego oraz sprzętu metalowego,
- wyciąg,
- specjalne stołki laboratoryjne,
- instalacje: wodno-ściekowa, gazowa, próżniowa, elektryczna, wentylacyjna,
- sprzęt przeciwpożarowy (koce szklane, gaśnice),
- apteczka z odpowiednim wyposażeniem,
- instrukcje udzielania pierwszej pomocy w przypadku oparzeń i zatruc chemicznych,
- pojemniki na substancje odpadowe.

Podstawowym miejscem pracy jest stół laboratoryjny pokryty płytkami ceramicznymi lub tworzywem odpornym na odczynniki chemiczne.

Wszelkie prace, przy których istnieje niebezpieczeństwo wydzielania się trujących par i gazów oraz prace z substancjami o nieprzyjemnym zapachu wykonuje się pod wyciągiem.

Niezależnie od stałego miejsca pracy często korzysta się z urządzeń przeznaczonych do użytku ogólnego, np. suszarek, wirówek, destylarek. Na blacie stołu wykonuje się ćwiczenia, używając tylko niezbędnego sprzętu, pozostały przechowuje się w szafkach. Półki nad stołem są przeznaczone na butelki z odczynnikiami i dzienniki laboratoryjne, w których opisuje się przebieg ćwiczeń. Odpady stałe w postaci zanieczyszczonego chemikaliami szkła, bezużyteczne pozostałości odczynników gromadzi się w specjalnych pojemnikach na substancje odpadowe. Po zakończeniu ćwiczeń umyte szkło laboratoryjne wkłada się do szafek i szuflad.

Wykonane ćwiczenia opisuje się w dzienniku laboratoryjnym, uwzględniając:

- temat ćwiczeń,
- wykaz sprzętu laboratoryjnego i odczynników,
- przepisy bhp,
- krótki opis postępowania analitycznego, np. w postaci schematu blokowego,
- obserwacje, wnioski i równania przeprowadzonych reakcji chemicznych.

W pracowni analitycznej powinien znajdować się regulamin mający na celu zapewnienie właściwej organizacji zajęć, przestrzegania przepisów bezpieczeństwa i higieny oraz przeciwpożarowych.

Odczynniki chemiczne stosowane w analizie jakościowej

Klasyfikacja odczynników chemicznych uwzględnia czystość substancji. Jednym z kryteriów klasyfikacji jest zawartość zanieczyszczeń.

Czystość odczynników jest podstawowym warunkiem uzyskania poprawnych wyników analizy. Odczynniki, stosowane bezpośrednio do przeprowadzenia analiz powinny odpowiadać czystości cz.d.a. Tylko odczynniki stosowane jako substancje pomocnicze mogą być czystości niższej, w tym przypadku oznakowane przez producenta jako cz.

Tabela 2. Klasyfikacja czystości odczynników chemicznych [1, s. 135]

Nazwa	Oznaczenie	Zawartość danej substancji w % wagowych
techniczny	techn.	90–99%
czysty	cz.	99–99,9%
czysty do analizy	cz.d.a	99,9–99,99%
czysty chemicznie	cz.ch	99,99–99,999%
spektralnie czysty	spektr.cz.	99,999–99,9999%

Wszystkie opakowania z odczynnikami powinny mieć etykiety z nazwami i wzorami znajdujących się w nich substancji oraz znaki bezpieczeństwa.

Wykonując analizę jakościową pracuje się z odczynnikami ciekłymi, stałymi lub gazowymi. Roztwory odczynników są przygotowywane w butlach, najczęściej o pojemności 1 dm^3 , a następnie przelewane do mniejszych butelek.

W związku z niewielkim jednorazowym zużyciem odczynników w analizie prowadzonej w skali półmikro, przechowuje się je w buteleczkach o pojemności 50 ml, zaopatrzonych w korki z pipetką. Odczynniki należy pobierać tylko znajdującymi się w nich pipetkami, przy czym końcówkami tych pipetek nie wolno dotykać ścianek probówki, do której dodawany jest odczynnik. Po pobraniu odczynnika pipetkę należy niezwłocznie włożyć do buteleczki.

Odczynniki stałe przechowuje się w słoikach zamkniętych korkami na szlif. Odczynników gazowych nie przechowuje się, wytwarza się je w wyniku reakcji pomocniczych w roztworach i są stosowane *in statu nascendi* (w chwili tworzenia). W przypadku odczynników ulegających działaniu światła, jak np.: AgNO_3 , KI , KMnO_4 stosuje się w butelki z ciemnego szkła.

Odczynniki dodaje się kroplami. Stosowanie dużego nadmiaru, niewymagalnego warunkami przebiegu reakcji, może być szkodliwe. Pobranej z butelki i niezużytej części roztworu nie wolno wlewać z powrotem do butelki.

W analizie jakościowej stosuje się roztwory o stężeniu np. 1, 2 i 6 mol/dm^3 , stężone kwasy i zasady, np. 37% kwas solny (HCl), 62% kwas azotowy(V) (HNO_3), 96% kwas siarkowy(VI) (H_2SO_4), 25% roztwór amoniaku, roztwory nasycone: woda bromowa – 3,4% $\text{Br}_{2(\text{aq})}$, woda chlorowa – 0,64% $\text{Cl}_{2(\text{aq})}$, woda gipsowa – 0,21% CaSO_4 , woda wapienna – 0,12% $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Do przeprowadzania reakcji specyficznych i selektywnych w analizie jakościowej stosowane są również związki organiczne (tabela 9).

W pracowni analizy jakościowej używa się wody wodociągowej i wody destylowanej. Woda wodociągowa służy do mycia naczyń laboratoryjnych, a woda destylowana do płukania i do wykonywania analiz. W analizie jakościowej dużą uwagę przywiązuje się do czystości naczyń, gdyż nawet niewielkie zanieczyszczenia mogą być źródłem błędów. Naczynia laboratoryjne myje się detergentami, przepłukuje wodą wodociągową, a następnie destylowaną.

4.1.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie jest wyposażenie stanowiska pracy w pracowni analitycznej?
2. Jakie roztwory stosuje się w analizie jakościowej?
3. Jakie warunki bhp należy spełniać przy rozcieńczaniu stężonych kwasów?
4. Jakiego stopnia czystości powinny być odczynniki stosowane do analiz jakościowych?

4.1.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Sporządź 500 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI) o stężeniu 2 mol/dm^3 przez rozcieńczanie kwasu stężonego. Kwas ten będzie stosowny jako roztwór strącający.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z zasadami bezpiecznej pracy ze stężonymi kwasem siarkowym(VI) zgodnie z kartą charakterystyk dla tej substancji,

- 2) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 3) zgromadzić niezbędne odczynniki, zwracając uwagę na ich stopień czystości, stężenie i gęstość,
- 4) zorganizować stanowisko pracy,
- 5) zaplanować czynności,
- 6) wykonać obliczenia,
- 7) sporządzić roztwór kwasu,
- 8) przelać sporządzony roztwór do butelki i oznakować ją zgodnie z zaleceniami zawartymi w karcie charakterystyki,
- 9) zapisać przebieg ćwiczenia w dzienniku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- podstawowy sprzęt laboratoryjny i odczynniki,
- środki ochrony indywidualnej: rękawice odporne na chemikalia, okulary ochronne typu gogle,
- stół laboratoryjny z dostępem do wyciągu.

Ćwiczenie 2

Przygotuj 100 g nasyconego roztworu wody wapiennej. Roztwór ten będzie stosowany jako substancja pomocnicza.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z kartą charakterystyki CaO i Ca(OH)₂,
- 2) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny,
- 3) zorganizować stanowisko pracy,
- 4) przygotować niezbędne odczynniki, o żądanym stopniu czystości,
- 5) sporządzić roztwór:
 - odważony 1 g CaO zmieszać w parownicy z 5 cm³ wody destylowanej do utworzenia jednolitej papki. Przenieść ją do małej zlewki używając w tym celu 100 cm³ wody destylowanej,
 - mieszaninę pozostawić pod przykryciem do odstania,
 - klarowny roztwór z nad osadu zdekantować i odrzucić,
 - osad ponownie zalać 100 cm³ wody destylowanej, wymieszać dokładnie i pozostawić w zamknięciu do odstania,
- 6) zapisać przebieg ćwiczenia w dzienniku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- podstawowy sprzęt laboratoryjny,
- środki ochrony indywidualnej: rękawice odporne na chemikalia, okulary ochronne typu gogle,
- odczynniki: stały CaO, woda destylowana,
- waga techniczna.

4.1.4. Sprawdzenie postępów

Czy potrafisz:

	Tak	Nie
1) określić cel wykonywania analiz jakościowych?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) zastosować podstawowe zasady posługiwania się odczynnikami w laboratorium analitycznym?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) podać przykłady zastosowań jakościowych badań analitycznych?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) scharakteryzować techniki analizy jakościowej?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5) dobrać i zastosować podstawowy sprzęt stosowany w półmikroanalizie?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6) zorganizować stanowisko pracy do wykonania ćwiczeń?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7) przygotować roztwory stosowane w analizie jakościowej?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4.2. Operacje rozpuszczania, strącania, roztwarzania osadów. Grupy analityczne kationów i anionów

4.2.1. Materiał nauczania

W chemicznej analizie jakościowej do identyfikacji poszczególnych jonów wykorzystuje się reakcje chemiczne, w których:

- wydzielają się osady (białe lub barwne) trudno rozpuszczalnych związków,
- powstają barwne rozpuszczalne kompleksy,
- wydzielają się gazy bezwonne (np. dwutlenek węgla, wodór) lub o specyficznym zapachu (np. siarkowodór).

Bliższe informacje o otrzymanych osadach, a zwłaszcza o zachowaniu się ich pod wpływem różnych substancji, uzyskuje się na podstawie kolejnych badań. Analizowana substancja lub mieszanina, jak i stosowane odczynniki, używane są najczęściej jako roztwory wodne soli, kwasów i zasad. Związki te są na ogół elektrolitami w stanie zdysocjowanym, co oznacza, że przeprowadzane reakcje zachodzą między jonami.

W toku analizy najpierw rozpuszcza się badaną substancję, a następnie na otrzymany roztwór działa się odpowiednimi odczynnikiemami. Ze względu na to, z iloma jonami reagują odczynniki klasyfikuje się je następująco:

Tabela 3. Klasyfikacja odczynników stosowanych w analizie jakościowej

Lp	Typ odczynnika	Charakterystyka odczynnika
1	grupowe	Wykazują w określonych warunkach, np. pH roztworu zdolność do reagowania z grupą kationów, anionów lub z grupą związków organicznych.
2	selektywne	Reagują w określonych warunkach, np. pH roztworu z pewną niewielką liczbą jonów lub związków.
3	specyficzne	W określonych warunkach, np. pH roztworu reagują tylko z jednym jonem lub związkiem, co pozwala na wykrycie lub oznaczenie tego jonu lub związku w obecności innych.
4	maskujące	Łączą się z danym jonem ubocznym, wiążą go w dostatecznie trwałe kompleksy i tym samym wyłączają go z udziału w roztworze lub zmniejszają znacznie jego stężenie.

Zwykle roztwór poddaje się systematycznej analizie, która składa się z badań wstępnych i kolejnych operacji zgodnie z przyjętym schematem.

Nie wszystkie operacje są wykonywane dla każdej analizy. Najczęściej wykonuje się operacje strącania, rozpuszczania i roztwarzania osadów.

Rozpuszczanie substancji w wodzie. Reakcje hydrolizy

Rozpuszczanie jest to proces mieszania dwóch faz, w wyniku których powstaje roztwór. Ilość substancji rozpuszczonej w wodzie jest różna. W opisach analitycznych często spotyka się takie sformułowania jak: substancja dobrze rozpuszczalna, trudnorozpuszczalna, itp.

Co oznaczają te sformułowania w sposób precyzyjny określa norma (tabela 4).

Tabela 4. Wyrażenia określające rozpuszczalność związków według PN-81/C- 01055

Wyrażenie	Ilość rozpuszczalnika (w gramach) potrzebna do rozpuszczenia 1 g substancji w temperaturze pokojowej
Bardzo łatwo rozpuszczalny	do 1
Łatwo rozpuszczalny	> 1–10
Rozpuszczalny	> 10–30
Trudno rozpuszczalny	> 30–100
Bardzo trudno rozpuszczalny	> 100–1000
Prawie nierozpuszczalny	> 1000–10000
Nierozpuszczalny	> 10 000

W analizie jakościowej najczęściej mamy do czynienia z mieszaniami substancji stałych w rozpuszczalniku, którym jest woda. Podczas rozpuszczania substancji w wodzie należy zaobserwować nie tylko ilość i szybkość rozpuszczania, ale barwę powstałego roztworu. Barwa roztworu może świadczyć o obecności w nim określonych substancji. Niektóre jony nadają roztworom barwy; substancje te podane są w tabeli 5.

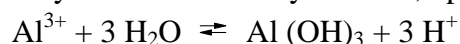
Tabela 5. Barwy jonów w roztworze

Lp.	Jon	Barwa	Lp.	Jon	Barwa
1.	Cu ²⁺	niebieska	6.	Fe ²⁺	jasnozielona
2.	Mn ²⁺	jasnoróżowa	7.	Fe ³⁺	żółta
3.	Co ²⁺	czerwona	8.	CrO ₄ ²⁻	żółta
4.	Ni ²⁺	zielona	9.	Cr ₂ O ₇ ²⁻	pomarańczowa
5.	Cr ³⁺	zielona lub fioletowa	10.	MnO ₄ ⁻	fioletowa

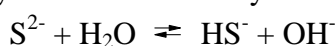
Rozpuszczalność zależy w sposób istotny od temperatury. Wzrost rozpuszczalności ciał stałych ze wzrostem temperatury wykorzystuje się w analizie jakościowej do rozpuszczania niektórych osadów. Na przykład rozpuszczenie osadu chlorku ołowiu(II) w wodzie przez ogrzanie pozwala na oddzielenie kationu Pb²⁺ od kationów srebra i rtęci(I).

Podczas rozpuszczania soli w wodzie mogą również zachodzić reakcje hydrolizy, czyli chemicznej reakcji soli z wodą. W wyniku procesu hydrolizy powstają roztwory o różnym odczynie. Odczyn ten jest wynikiem odtwarzania się kwasu i zasady, z których powstała sól. W zależności od stopnia dysocjacji kwasu i zasady odczyn roztwór może być następujący:

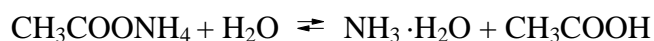
- odczyn kwaśny – sole mocnych kwasów i słabych zasad, np. chlorek amonu glinu AlCl₃:



- odczyn zasadowy – sole słabych kwasów i mocnych zasad, np. siarczek sodu Na₂S:



- odczyn słabo kwaśny lub słabo zasadowy – sole słabych zasad i słabych kwasów, np. octan amonu CH₃COONH₄:



Sole mocnych kwasów i mocnych zasad nie ulegają hydrolizie i odczyn roztworów powstałych przez rozpuszczenie tych soli w wodzie jest obojętny.

Miarą odczynu roztworu jest wartość współczynnika pH (tabela 6).

Tabela 6. Zakres wartości pH dla różnych odczynów roztworu według PN-81/C-01055

Roztwór	pH
Silnie kwaśny	0–2
Kwaśny	> 2–4
Słabo kwaśny	> 4–6,5
Obojętny	> 6,5–7,5
Słabo zasadowy	> 7,5–10
Zasadowy	> 10–12
Silnie zasadowy	> 12–14

Przypadki hydrolizy soli często są spotykane w toku postępowania analitycznego. Największe znaczenie ma hydroliza tych soli, w skład których wchodzi trójwartościwe kationy (Fe³⁺, Al³⁺, Cr³⁺, Bi³⁺, Sb³⁺). Kationy te tworzą bardzo słabe zasady i dlatego też odpowiadające im sole w dużym stopniu ulegają hydrolizie, a szczególnie w tych przypadkach, gdy aniony soli ulegającej hydrolizie pochodzą od słabych kwasów. Na przykład: działanie (NH₄)₂S na roztwory soli glinu i chromu (III) – bez ogrzewania – powoduje wytrącanie kationów Al³⁺ i Cr³⁺ w postaci Al(OH)₃ i Cr(OH)₃, chociaż w wyniku zachodzących reakcji powinno się otrzymać siarczki Al₂S₃, Cr₂S₃. Siarczki te, jako sole bardzo słabego kwasu i słabych zasad, silnie hydrolizują, w wyniku czego otrzymuje się

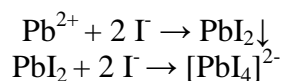
praktycznie nierozpuszczalne w wodzie wodorotlenki glinu i chromu(III). Ponieważ są one wydzielane ze środowiska reakcji w postaci osadu, hydroliza przebiega do końca i zachodzi całkowite wytrącenie Al^{3+} i Cr^{3+} .

Wytrącanie osadów

Wykrywanie jonów w roztworze najczęściej opiera się na strąceniu jonu w formie osadu. Dodawanie odczynnika strącającego, zawierającego jony wchodzące następnie w skład osadu, jest klasyczną metodą strącania osadów. O obecności danego jonu wnioskuje się na podstawie:

- barwy strąconego osadu,
- jego wyglądu,
- zachowania się pod wpływem ogrzewania,
- rozpuszczalności w różnych rozpuszczalnikach,
- zachowania się pod wpływem działania kwasów takich jak np. HNO_3 , zasad, np.: amoniaku, związków kompleksowych.

Wytrącanie przeprowadza się przeważnie w probówkach wirówkowych, wprowadzając do nich niewielką ilość analizowanego roztworu i wkraplając pipetką roztwór odczynnika wytrącającego. Ponieważ w probówkach wirówkowych mieszanie się roztworu jest utrudnione, po dodaniu każdej kropli odczynnika roztwór należy zamieszać bagietką. Mieszanie sprzyja także tworzeniu się większych kryształów. Zwykle pożądanym jest niewielki nadmiar odczynnika, który zmniejsza rozpuszczalność osadu. Unikać jednak należy zbyt dużego nadmiaru, ponieważ niekiedy tworzą się rozpuszczalne związki koordynacyjne (kompleksowe), np. jon Pb^{2+} tworzy w reakcji z KI osad, który rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika.



Podczas wytrącania osadów należy ściśle przestrzegać przepisów analitycznych podanych przy opisie wykrywania każdego jonu.

Badanie całkowitości wytrącenia osadu

Przed oddzieleniem roztworu od osadu po odwirowaniu, należy zbadać całkowitość wytrącenia osadu. W tym celu, do klarownej cieczy nad osadem dodaje się kroplę odczynnika wytrącającego. Jeśli roztwór nie zmętnieje, to znaczy, że jon został wytrącony całkowicie. Natomiast jeśli stwierdzi się niecałkowitość wytrącenia, to do próbki należy dodać jeszcze kilka kropel odczynnika, osad zamieszać bagietką, lekko ogrzać, odwirować i ponownie zbadać całkowitość wytrącenia. Po jej stwierdzeniu, ciecz z nad osadu przenosi się ostrożnie pipetką do innej czystej próbki – do dalszej analizy.

Przemywanie osadu

W analizie półmikrojąkościowej przemywanie osadu ma duże znaczenie, gdyż źle przemyty osad może zawierać obce jony, co prowadzi do błędnych wniosków.

Najczęściej osady przemywa się wodą destylowaną, a niekiedy rozcieńczonymi roztworami odczynników wytrącających. Do próbki z osadem dodaje się odpowiednią ilość wody lub roztworu przemywającego i starannie miesza zawartość próbki bagietką. Następnie zawieszinę wiruje się i klarowną ciecz usuwa pipetką. Dwie takie operacje wystarczają zwykle do przemycia osadu. Niekiedy przepis wymaga wielokrotnego przemycia osadu.

W przypadku konieczności przemycia osadu gorącą wodą, do próbki wlewa się nieco wody, miesza zawartość bagietką i ogrzewa ok. 2 minut na łaźni wodnej. Następnie gorącą zawartość próbki odwirowuje się i ciecz usuwa pipetką.

Osadów oddzielonych od roztworów nie należy przechowywać zbyt długo, gdyż niektóre z nich „starzeją się” i ich rozpuszczalność maleje.

Roztworzenie osadów

Z procesem roztwarzania osadów mamy do czynienia wówczas, gdy stosuje się inne rozpuszczalniki niż woda, np. kwasy. Substancja przechodzi wówczas do roztworu wskutek zachodzącej reakcji chemicznej.

Osad zadaje się rozcieńczonym kwasem solnym (o stężeniu 2 M) i w razie potrzeby ogrzewa na łaźni wodnej. Procesowi temu może towarzyszyć wydzielanie się różnych gazów: CO₂, H₂S, SO₂, HCN, Cl₂, H₂ i innych. W przypadku, gdy rozpuszczana substancja nie uległa roztworzeniu, należy odlać rozcieńczony kwas solny i zastąpić go stężonym. Kwas wprowadza się ostrożnie po ściankach próbówki lub zlewki i unika jego nadmiaru. Po roztworzeniu substancji odparowuje się roztwór prawie do sucha i rozcieńcza wodą. Usuwa się w ten sposób nadmiar chlorowodoru, który mógłby przeszkadzać w dalszej analizie.

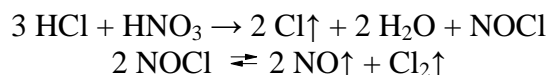
Kwas azotowy(V) najczęściej roztwarza substancje powodując ich utlenienie. Kwas ulega podczas tego procesu redukcji do tlenków azotu (wydziela się brunatny gaz), czego przykładem jest reakcja siarczku miedzi(II) z rozcieńczonym kwasem azotowym(V).



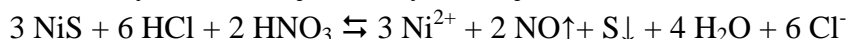
Nie należy się śpieszyć z dodawaniem nadmiaru odczynnika roztwarzającego, gdyż niektóre osady rozpuszczają się dość wolno. W takim przypadku wskazane jest podgrzewanie roztworu.

Roztworzenie w wodzie królewskiej

Woda królewska jest mieszaniną stężonego kwasu solnego i stężonego kwasu azotowego(V) w stosunku objętościowym 3:1. Działa ona silnie utleniająco wskutek powstającego w reakcji chloru in statu nascendi:



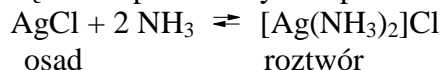
Podczas działania tej mieszaniny wydzielają się tlenki azotu, które są silnymi truciznami. Przykładem działania wody królewskiej może być reakcja roztwarzania siarczku niklu(II):



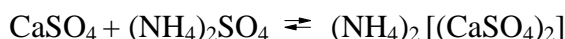
Przy roztwarzaniu w wodzie królewskiej należy unikać jej nadmiaru. Otrzymany roztwór trzeba odparować pod wyciągiem prawie do sucha i rozcieńczyć wodą.

Roztworzenie z tworzeniem związków kompleksowych

Duże znaczenie w analizie ma stosowanie substancji tworzących rozpuszczalne w wodzie związki kompleksowe, np. trudno rozpuszczalny osad chlorku srebra ulega roztworzeniu w roztworze amoniaku przechodząc w rozpuszczalny kompleks:



Reakcja roztwarzania siarczynu(VI) wapnia w gorącym stężonym siarczynie(VI) amonu pozwala na oddzielenie CaSO₄ od np. BaSO₄



Strącanie selektywne

Częstym zadaniem analityka jest badanie składu mieszaniny różnych soli. Reakcje chemiczne, których przeprowadzenie pozwala zidentyfikować określoną substancję bywają często mało selektywne, tzn. kilka kationów czy anionów reaguje z tym samym odczynnikiem i nie pozwala to na ich identyfikację. W takich przypadkach podstawową operacją jest rozdzielanie mieszaniny na poszczególne składniki. Najczęściej proces ten prowadzi się przez wytrącanie kolejnych składników w postaci trudno rozpuszczalnych osadów. Na przykład w mieszaninie mogą znajdować się jony Mg^{2+} i Zn^{2+} . Określenie, który z tych jonów jest w roztworze lub czy są obydwa, nie jest możliwe bez ich rozdzielania. Należy, w tym przypadku, rozdzielić je przez:

- wytrącanie Zn^{2+} w postaci ZnS (siarczku cynku) w środowisku obojętnym lub amoniakalnym,
- następnie oddzielić osad – w roztworze pozostanie Mg^{2+} ,
- osad rozpuścić w rozcieńczonym kwasie solnym,
- przeprowadzić próby pozwalające zidentyfikować kationy w obydwu roztworach.

Jeżeli osad ZnS nie zostanie wytrącony całkowicie, to próba z $NaOH$ i Na_2CO_3 w przesączu na obecność Mg^{2+} wypadłaby pomyślnie mimo braku tego jonu.

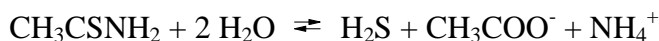
Podział kationów na grupy analityczne

W strąceniowych metodach oddzielania i rozdzielania kationów wykorzystuje się różnice w rozpuszczalności różnych związków w wodzie. Na metodach strąceniowych opiera się klasyczny schemat rozdzielania kationów. Podzielono w nim kationy na pięć grup (na podstawie strącania z różnymi odczynnikiemami grupowymi, tabela 7).

Kolejność oddzielania kationów za pomocą odczynników grupowych, powinna przebiegać według systematycznej analizy, poczynając od grupy I i II wytrącając osady kolejnych grup. Kwas solny wytrąca osady chlorków kationów I grupy, które mają barwę białą. W przypadku $AgCl$ osad ciemnieje wskutek rozkładu i powstania wolnego srebra.

Siarkowódz i jego sole, takie jak np. $(NH_4)_2S$, są odczynnikiemami II i III grupy. Stosowanie siarkowodoru w postaci gazowej i siarczku amonu prowadzi do otrzymania osadów trudnych do sączenia i przemywania (osady szlamowate). Poza tym siarkowódz jest gazem trującym, wykazującym toksyczne działanie na organizm ludzki. Odczynniki te zastąpiono odczynnikiem organicznym – amidem kwasu tiooctowego (AKT). Odczynnik ten w roztworze wodnym jest trwały, ogrzany natomiast w środowisku kwaśnym lub zasadowym hydrolizuje z utworzeniem siarkowodoru, który w chwili powstawania wytrąca osady właściwych siarczków.

Reakcja hydrolizy amidu kwasu tiooctowego przebiega zgodnie z równaniem:



Siarczki II grupy odznaczają się dużo mniejszą rozpuszczalnością niż siarczki III grupy. Wobec tego do strącenia ich w postaci osadu wystarcza mniejsze stężenie jonów S^{2-} niż w przypadku kationów grupy trzeciej. W środowisku kwaśnym (o kwasowości odpowiadającej roztworowi HCl o stężeniu 0,3 M) jest ono wystarczające do wytrącenia siarczków drugiej grupy. Natomiast kationy grupy trzeciej pozostają w roztworze. Wytrącone osady siarczków mają różne zabarwienia:

- HgS , PbS , CuS – czarne,
- Bi_2S_3 – brunatne,
- CdS – intensywnie żółte, czasami nawet pomarańczowe.

Strącanie kationów III grupy analitycznej prowadzi się w obecności NH_4Cl i $NH_{3(aq)}$ (środowisko amoniakalne, $pH \sim 9$). Kationy III grupy wytrącają się w postaci siarczków lub wodorotlenków (kationy Al^{3+} i Cr^{3+}): Barwa osadów jest różna:

- NiS, CoS, FeS, Fe₂S₃ – czarna,
- MnS – cielistą,
- ZnS, Al(OH)₃ – biała,
- Cr(OH)₃ – zielona.

Kationy IV grupy są wytrącane, w postaci węglanów o barwie białej, przez węglan amonu w obecności NH₄Cl i NH_{3(aq)}.

Kationy grupy V nie mają odczynnika grupowego strącającego je w formie osadu.

Podział kationów na grupy analityczne może być różny. W tabeli 7 przedstawiono informacje dotyczące wytrącania osadów przy zastosowaniu opisanych powyżej odczynników grupowych.

Tabela 7. Podział kationów na grupy analityczne

Grupa	Odczynnik grupowy	Wykrywane jony	Skład osadu	Uwagi
I	HCl	Ag ⁺ Pb ²⁺ Hg ₂ ²⁺	AgCl PbCl ₂ Hg ₂ Cl ₂	chlorki nierozpuszczalne w: – wodzie, – rozc. HCl,
II	H ₂ S lub CH ₃ CSNH ₂ w rozc. HCl	Hg ²⁺ Bi ³⁺ Cu ²⁺ Cd ²⁺	HgS Bi ₂ S ₃ CuS CdS	siarczki nierozpuszczalne w: – wodzie, – rozc. HCl, KOH, – (NH ₄) ₂ S,
		Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺ As ³⁺ As ⁵⁺ Sb ³⁺ Sb ⁵⁺	SnS SnS ₂ As ₂ S ₃ As ₂ S ₅ Sb ₂ S ₃ Sb ₃ S ₅	siarczki nierozpuszczalne w: – wodzie, – rozc. HCl, siarczki rozpuszczalne w – KOH, – (NH ₄) ₂ S,
III	(NH ₄) ₂ S lub CH ₃ CSNH ₂ wobec NH ₃ ·H ₂ O i NH ₄ Cl	Al ³⁺ Cr ³⁺	Al(OH) ₃ , Cr(OH) ₃ ,	wodorotlenki nierozpuszczalne w H ₂ O
		Fe ³⁺ Fe ²⁺ , Ni ²⁺ Co ²⁺ Mn ²⁺ Zn ²⁺	FeS Fe ₂ S ₃ NiS CoS MnS ZnS	siarczki rozpuszczalne w rozcieńczonych kwasach
IV	(NH ₄) ₂ CO ₃ wobec NH ₃ ·H ₂ O i NH ₄ Cl	Ba ²⁺ Sr ²⁺ Ca ²⁺	BaCO ₃ SrCO ₃ CaCO ₃ ,	węglany nierozpuszczalne w: – wodzie, – rozc. H ₂ SO ₄ ,
V	brak	Mg ²⁺ Na ⁺ K ⁺ NH ₄ ⁺	–	nie wytrącają się poprzednimi odczynnikami

Podział anionów na grupy analityczne

Aniony można podzielić na grupy analityczne według różnych kryteriów. Jednym z kryteriów klasyfikacyjnych jest wytrącanie osadu (lub jego brak) w reakcjach z jonami Ag⁺ i Ba²⁺ oraz rozpuszczalność wytrąconych osadów w rozcieńczonym kwasie azotowym(V). Według tego kryterium wyróżnia się 7 grup analitycznych (tabela 8), przy czym odczynnikami grupowymi są:

- azotan(V) srebra AgNO₃,
- chlorek baru BaCl₂.

Metoda półmikro oznaczania anionów nie przywiązuje dużego znaczenia do podziału na grupy, choć w metodzie makro znajduje ten sposób duże zastosowanie. Roztwór do badania

na aniony powinien być odpowiednio przygotowany. Roztwory zasadowe i obojętne można badać wprost na aniony. W wypadku zbyt silnego zakwaszenia kwasem azotowym(V) należy roztwór do badania na aniony zobojętnić wodorotlenkiem amonu.

Tabela 8. Podział anionów na grupy analityczne

Grupa	Wykrywane jony	Odczynniki grupowe	Obserwacje
I	Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ – CN ⁻ , SCN ⁻ , Fe(CN) ₆ ⁴⁻ , Fe(CN) ₆ ³⁻	AgNO ₃	Jony Ag ⁺ wytrącają biały lub żółty osad nierozpuszczalny w rozcieńczonym HNO ₃ .
		BaCl ₂	Jony Ba ²⁺ nie wytrącają osadu.
II	S ²⁻ CH ₃ COO ⁻ NO ₂ ⁻	AgNO ₃	Jony Ag ⁺ wytrącają biały lub czarny osad rozpuszczalny w rozcieńczonym HNO ₃ .
		BaCl ₂	Jony Ba ²⁺ nie wytrącają osadu.
III	SO ₃ ²⁻ CO ₃ ²⁻ C ₂ O ₄ ²⁻	AgNO ₃	Jony Ag ⁺ wytrącają biały osad rozpuszczalny w HNO ₃ .
		BaCl ₂	Jony Ba ²⁺ wytrącają biały osad rozpuszczalny w HNO ₃ .
IV	S ₂ O ₃ ²⁻ , CrO ₄ ²⁻ , Cr ₂ O ₇ ²⁻ AsO ₃ ³⁻ , AsO ₄ ³⁻ , PO ₄ ³⁻	AgNO ₃	Jony Ag ⁺ wytrącają barwne osady rozpuszczalne w HNO ₃ .
		BaCl ₂	Jony Ba ²⁺ wytrącają biały osad rozpuszczalny w HNO ₃ .
V	NO ₃ ⁻ , MnO ₄ ⁻ , ClO ₃ ⁻ , ClO ₄ ⁻	AgNO ₃	Jony Ag ⁺ nie wytrącają osadu.
		BaCl ₂	Jony Ba ²⁺ nie wytrącają osadu.
VI	SO ₄ ²⁻ F ⁻	AgNO ₃	Jony Ag ⁺ nie wytrącają osadu.
		BaCl ₂	Jony Ba ²⁺ wytrącają biały osad.
VII	SiO ₃ ²⁻	AgNO ₃	Jony Ag ⁺ wytrącają żółty osad rozpuszczalny w HNO ₃ .
		BaCl ₂	Jony Ba ²⁺ wytrącają biały osad rozpuszczalny w HNO ₃ .

4.2.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Na czym polega zjawisko hydrolizy?
2. Jakie substancje ulegają reakcji hydrolizy?
3. Jakie są objawy reakcji hydrolizy?
4. Czym różni się proces rozpuszczania od roztwarzania osadów?
5. Jakie kwasy są stosowane do roztwarzania osadów w analizie jakościowej?
6. Jak przeprowadza się operacje strącania osadów?
7. Jakie kryterium zastosowano w podziale kationów na grupy analityczne?
8. Jakie roztwory stosowane są jako odczynniki grupowe w analizie kationów?
9. Jakie kryterium zastosowano w podziale anionów na grupy analityczne?
10. Jakie roztwory stosowane są jako odczynniki grupowe w analizie kationów?

4.2.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Zbadaj kolejność wytrącania osadów AgCl i AgI.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) przypomnieć zasady bezpiecznej pracy z kwasami i AgNO₃,
- 2) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,

- 3) zorganizować stanowisko pracy,
- 4) ponumerować probówki od 1 do 5,
- 5) wprowadzić 2 krople roztworu NaCl do probówki nr 1, a do probówki nr 2 – 2 krople roztworu KI, a następnie do każdej z nich dodać po 4 krople roztworu AgNO₃,
- 6) zanotować wygląd osadów w probówkach, w tym ich barwę,
- 7) wprowadzić 2 krople roztworu NaCl do probówki nr 3, 2 krople roztworu KI, 5 kropli wody i 1 kroplę HNO₃. Wymieszać roztwór bagietką i dodać 4 krople roztworu AgNO₃. Roztwór powtórnie zmieszać i osad odwirować (słaba opalescencja roztworu nie przeszkadza w dalszym doświadczeniu),
- 8) pobrać ciecz znad osadu i przenieść ją do probówki nr 4 za pomocą pipetki. Probówkę nr 3 z osadem zachować,
- 9) dodać 4 krople roztworu AgNO₃ do probówki nr 4 (z odpipetowanym roztworem). Wytrącony osad oddzielić na wirówce, pobrać pipetką ciecz znad osadu i przenieść ją do probówki nr 5. Probówkę nr 4 z pozostałym w niej osadem zachować,
- 10) dodać 4 krople roztworu AgNO₃ do odpipetowanego roztworu, zawartość odwirować,
- 11) porównać barwy osadów w probówkach nr: 1, 2, 3, 4 i 5,
- 12) zinterpretować wyniki doświadczenia porównując je z informacjami w tabeli 8 Poradnika dla ucznia,
- 13) zapisać przebieg ćwiczenia i odpowiednie reakcje w dzienniku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- podstawowy sprzęt laboratoryjny,
- odczynniki: roztwory NaCl i KI o stężeniu 0,5 mol/dm³, 1 mol/dm³ AgNO₃, 1 mol/dm³ HNO₃,
- okulary ochronne,
- wirówka laboratoryjna.

Ćwiczenie 2

Zbadaj rozpuszczalność osadów w kwasach mineralnych.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przypomnieć zasady bezpiecznej pracy z kwasami i AgNO₃,
- 2) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 3) zorganizować stanowisko pracy,
- 4) ponumerować probówki od 1 do 2,
- 5) wprowadzić po 3 krople roztworu AgNO₃ do probówek,
- 6) wprowadzić 3 krople roztworu NaCl do probówki nr 1, a do probówki nr 2 – 3 krople roztworu Na₂CO₃,
- 7) zanotować wygląd osadów w probówkach, w tym ich barwę,
- 8) odwirować osady, zdekantować roztwór znad osadów,
- 9) wprowadzić po 5 kropli HNO₃ do probówek z osadami, zamieszać zawartość bagietką,
- 10) porównać wygląd zawartości w probówkach,
- 11) zinterpretować wyniki doświadczenia porównując je z informacjami w tabeli 8 Poradnika dla ucznia,
- 12) zapisać przebieg ćwiczenia i odpowiednie reakcje w dzienniku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- podstawowy sprzęt laboratoryjny,
- odczynniki: roztwory NaCl i Na₂CO₃ o stężeniu 0,5 mol/dm³, 1 mol/dm³ AgNO₃, 1 mol/dm³ HNO₃,
- okulary ochronne,
- wirówka laboratoryjna.

Ćwiczenie 3

Zbadaj zachowanie się osadów analitycznych wobec substancji tworzących związki kompleksowe. W tym celu wytrąć osady stosując odczynniki zapisane w tabeli. Wytrącone osady poddaj działaniu zapisanych w tabeli związków nieorganicznych.

L.p.	Badany jon	Roztwory o stężeniu 2 mol/dm ³ użyte do		Obserwacje	Równania reakcji
		strącenia osadu	roztworzenia osadu		
1	Pb ²⁺ z Pb(NO ₃) ₂	Pb(NO ₃) ₂	KI		
2	Ca ²⁺ z Ca(NO ₃) ₂	H ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄		
3	Ag ⁺ z AgNO ₃	HCl	NH ₃ aq		

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się zasadami bezpiecznej pracy ze związkami ołowiu(II), srebra, kwasem siarkowym(VI),
- 2) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 3) zorganizować stanowisko pracy,
- 4) przeanalizować przebieg reakcji strącania i roztwarzania osadów jonów wskazanych w tabeli,
- 5) wlewać do probówek 1, 2, 3 po 0,5 cm³ roztworów zawierających badane kationy, odczynniki strącające, zaobserwować wygląd i barwę osadów,
- 6) dodawać po 0,5 cm³ do strąconych osadów roztworów roztwarzających osady,
- 7) porównać wygląd zawartości probówek,
- 8) zinterpretować wyniki doświadczenia,
- 9) zapisać przebieg ćwiczenia i odpowiednie reakcje (w formie jonowej) w dzienniku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- podstawowy sprzęt laboratoryjny,
- zestaw odczynników, zapisanych w tabeli, każdy odczynnik o stężeniu 2 mol/dm³,
- okulary ochronne.

Ćwiczenie 4

Zbadaj kolejność strącania osadów kationów grup I–IV.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przypomnieć zasady bezpiecznej pracy z kwasami, związkami wydzielającymi niebezpieczne gazy,

- 2) zapoznać się z Kartą charakterystyki AKT,
- 3) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 4) zorganizować stanowisko pracy,
- 5) przeanalizować schemat podziału kationów (tabela 7 z Poradnika dla ucznia),
- 6) dobrać odczynniki grupowe,
- 7) sporządzić mieszaninę kationów zawierającą po 0,5 cm³ roztworów soli kationów z każdej grupy analitycznej (po 1–2 kationy z każdej grupy) np.: Ag⁺, Pb²⁺, Cu²⁺, Al³⁺, Fe³⁺, Ca²⁺, Sr²⁺, Na⁺,
- 8) strącić kationy I grupy analitycznej:
 - do kilku cm³ badanego roztworu dodać ok. 1 cm³ roztworu HCl,
 - osad (1) odwirować,
- 9) strącić kationy II grupy analitycznej:
 - roztwór znad osadu (1) zdekantować i zobojętnić 10 % roztworem NH_{3(aq)}, wobec papierka wskaźnikowego do pH ok. 1,
 - do roztworu dodać ok. 2 cm³ roztworu AKT, probówkę ogrzewać pod wyciągiem we wrzącej łaźni wodnej przez 15 minut,
 - osad (2) odwirować,
- 10) strącić kationy III grupy analitycznej:
 - roztwór znad osadu (2) zdekantować, odparować na łaźni wodnej do objętości ok. 2 cm³, dodać 1 cm³ roztworu NH₄Cl, parę kropli stęż. roztworu amoniaku (do odczynu zasadowego) i kilkanaście kropli roztworu AKT,
 - roztwór ogrzewać 20 minut we wrzącej łaźni wodnej,
 - osad (3) odwirować,
- 11) strącić kationy IV grupy analitycznej:
 - roztwór znad osadu (3) zdekantować, dodać 5 kropli roztworu NH₄Cl i parę kropli stęż. roztworu amoniaku (do odczynu słabo zasadowego),
 - następnie dodać 5 kropli roztworu (NH₄)₂CO₃ i ogrzewać na łaźni wodnej przez 5 minut,
 - osad (4) odwirować,
- 12) porównać wygląd osadów 1, 2, 3, 4,
- 13) zinterpretować wyniki doświadczenia porównując je z informacjami w tabeli 7 Poradnika dla ucznia,
- 14) zapisać przebieg ćwiczenia i odpowiednie reakcje (w formie jonowej) w dzienniku laboratoryjnym.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- podstawowy sprzęt laboratoryjny,
- zestaw odczynników grupowych do analizy jakościowej kationów – roztwory: 3 mol/dm³ HCl, 10% i stężony NH_{3(aq)}, AKT, 1 mol/dm³ NH₄Cl, 2 mol/dm³ (NH₄)₂CO₃,
- okulary ochronne,
- wirówka laboratoryjna.

4.2.4. Sprawdzenie postępów

Czy potrafisz:

	Tak	Nie
1) wskazać różnicę między rozpuszczaniem a roztwarzaniem osadów?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) wymienić rodzaje substancji, które ulegają reakcjom hydrolizy?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) zbadać odczyn soli ulegających hydrolizie?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) zastosować kwasy do roztwarzania osadów analitycznych?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5) zastosować związki kompleksowe do roztwarzania osadów analitycznych?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6) przewidzieć kolejność strącania osadów analitycznych?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7) przeprowadzić operacje strącania, rozpuszczania i roztwarzania osadów?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8) zorganizować stanowisko pracy do wykonania ćwiczeń?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4.3. Wykrywanie kationów i anionów

4.3.1. Materiał nauczania

Reakcje selektywne i specyficzne jonów

Analiza jakościowa systematyczna, polegająca na kolejnym oddzielaniu grup jonów za pomocą odczynników grupowych i wykrywaniu poszczególnych jonów danej grupy – po oddzieleniu jonów przeszkadzających – wykonywana jest na ogół w celach badawczych.

W warunkach przemysłowych analiza jakościowa stosowana jest do potwierdzania obecności substancji, świadczących o przebiegu procesu technologicznego. Przykładem zastosowania reakcji analitycznych kationów w praktyce przemysłowej jest kontrola procesu produkcji kwasu acetylosalicylowego. Obecność w mieszaninie reakcyjnej kwasu salicylowego sprawdza się za pomocą barwnej reakcji kwasu z FeCl_3 (jon Fe^{3+} tworzy fioletowy kompleks z kwasem salicylowym). W celu wykonania tej próby pobiera się próbkę mieszaniny reakcyjnej, dodaje się do niej kilka kropel roztworu FeCl_3 i obserwuje zabarwienie roztworu. Pojawienie się fioletowego zabarwienia świadczy o obecności w próbce kwasu salicylowego, a tym samym o niecałkowitym jego przereagowaniu.

Analiza ruchowa – wykonywana w celu kontroli przebiegającego procesu technologicznego – wykorzystuje możliwie szybkie i czułe metody analityczne. **Czułość reakcji analitycznej** określana jest jako najmniejsza ilość substancji, która może być wykryta za pomocą danej reakcji.

W warunkach prowadzenia analiz ruchowych żmudny rozdział mieszaniny na grupy i poszczególne jony jest nieprzydatny. W przypadku wykrywania pojedynczych kationów postępowanie analityczne jest uproszczone – nie wykonuje się systematycznego, selektywnego rozdziału grup, a także rozdziału kationów w obrębie grupy. Identyfikacji większości kationów i anionów można dokonać wykorzystując reakcje selektywne i specyficzne, szczególnie, że wiele z nich należy do reakcji o dużej czułości. Jako odczynniki selektywne i specyficzne często stosowane są związki organiczne (tabela 9).

Tabela 9. Odczynniki organiczne stosowane w analizie jakościowej

L.p.	Wykrywany jon	Odczynnik organiczny	Wygląd roztworów lub osadów
1	Al^{3+}	alizaryna S	ceglastoczerwony osad lub czerwone zabarwienie roztworu
		aluminon	czerwony lub różowy galaretowaty osad
2	Zn^{2+}	ditizon	odczynnik w roztworze CCl_4 zmienia zabarwienie zielone na purpuroczerwone
3	Ni^{2+}	dimetylogliksym	różowy osad
4	Fe^{3+}	kwas salicylowy	fioletowe lub czerwono-fioletowe zabarwienie roztworu
5	Sr^{2+}	rodizonian sodu	brunatnoczerwona plamka na bibule, która znika po zwilżeniu rozcz. HCl
6	Ba^{2+}	rodizonian sodu	brunatnoczerwona plamka na bibule
7	K^{+}	kwas winowy	biały krystaliczny osad
		tetrafenyloboran sodu	biały drobnokrystaliczny osad
8	Mg^{2+}	magnezon	błękitny osad
		żółcień tytanowa	czerwony osad, przy małym stężeniu – czerwone zabarwienie roztworu
9	NO_2^-	mieszanina kwasu sulfanilowego i α -naftyloaminy	czerwone zabarwienie roztworu

Bardzo często w selektywnych i specyficznych reakcjach jonów biorą udział związki kompleksowe. Rekcje kompleksowania mogą mieć zastosowanie do

- wydzielania ze środowiska reakcji jednego z jonów przeszkadzających w wykryciu drugiego (maskowanie),
- roztwarzania osadów (rozdział. 4.2),
- identyfikacji określonego jonu za pomocą barwnego związku kompleksowego. Jony kompleksowe mają często inną barwę (lub bardziej intensywną) w porównaniu z jonami prostymi wchodzącymi w ich skład, dlatego też powstawanie związku zespolonego często stosuje się w analizie jakościowej.

Barwienie płomienia

Niektóre kationy można wykryć za pomocą tzw. próby płomieniowej. Jeżeli czysty drucik platynowy zanurzyć w roztworze zawierającym te jony, a następnie umieścić go w płomieniu palnika Bunsena, to powstają charakterystyczne dla tych kationów barwy płomienia (tabela 10).

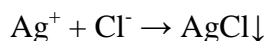
Tabela 10. Barwienie płomienia gazowego przez wybrane kationy

L.p.	Kation	Barwa płomienia
1	sodu	zielonożółta
2	potasu	fioletowróżowa
3	baru	jasnozielona
4	wapnia	ceglastoczerwona
5	strontu	karminowa

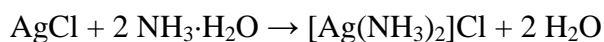
Reakcje charakterystyczne wybranych kationów

Reakcje jonu srebra Ag^+

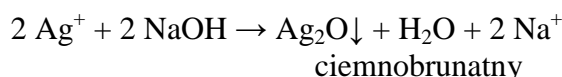
HCl wytrąca serowaty osad chlorku srebra AgCl . Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 2–3 krople 2M HCl do wytrącenia osadu.



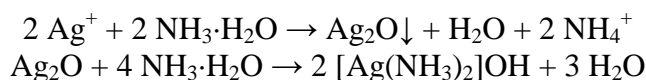
Jest to osad ciemniejący na świetle (fotochemiczny rozkład na srebro i chlor), nierozpuszczalny w 2M HNO_3 , rozpuszczalny w amoniaku z utworzeniem kompleksowego związku – chlorku diaminasrebra.



NaOH, KOH wytrącają nietrwały wodorotlenek srebra rozkładający się na tlenek srebra i wodę. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 2–3 krople 3 mol/dm³ NaOH do wytrącenia osadu.

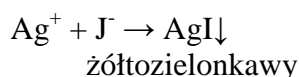


NH_3aq wytrąca biały, brunatniejący osad rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika z utworzeniem wodorotlenku diaminasrebra.

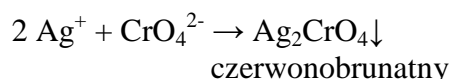


Próbe należy wykonać w suchej probówce. Do 3 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople amoniaku. Dodanie dalszych 2–3 kropli roztworu **NH_3aq** powoduje rozpuszczenie osadu.

KI wytrąca osad jodku srebra. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się kroplami KI do wytrącenia osadu:



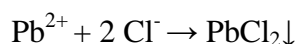
K₂CrO₄ wytrąca osad chromianu(VI) srebra. Do 2 – 3 kropli badanego roztworu dodaje się 1 – 2 krople K₂CrO₄ do wytrącenia osadu:



Osad ten rozpuszcza się w rozcieńczonym HNO₃ i w NH₃aq.

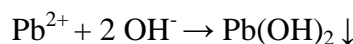
Reakcje jonu ołowiu(II) Pb²⁺

HCl i rozpuszczalne **chlorki** wytrącają z roztworów soli ołowiu(II) biały, drobnokrystaliczny, mający postać igieł osad chlorku ołowiu(II):



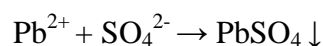
Rozpuszczalność PbCl₂ w wodzie jest dość duża (0,7 g w 100 cm³), dlatego z rozcieńczonych roztworów osad może się nie wytrącać. Chlorek ołowiu(II) jest rozpuszczalny w gorącej wodzie (3,34 g w 100 cm³). Rozpuszcza się też w stężonym kwasie solnym, tworząc związek kompleksowy, dlatego do strącania należy użyć rozcieńczony kwas solny, aby uniknąć tworzenia kompleksów. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople 2 M. HCl do wytrącenia osadu. W celu rozpuszczenia osadu należy wstawić probówkę zawierająca roztwór z osadem do łaźni z gorącą wodą, a następnie ochłodzić roztwór w zlewce z zimną wodą (wytrąci się osad).

NaOH i KOH strącają jony Pb²⁺ w formie galaretowatego, białego osadu wodorotlenku ołowiu(II). Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople 3 mol/dm³ NaOH do wytrącenia osadu:

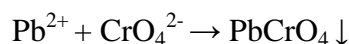


rozpuszczalnego w kwasach oraz w nadmiarze odczynnika.

H₂SO₄ powoduje strącanie siarczanu(VI) ołowiu(II) w postaci drobnokrystalicznego, białego osadu. Cechą PbSO₄ jest rozpuszczalność w stężonym kwasie siarkowym, stężonych zasadach i wodnym roztworze octanu amonu. Reakcję strącania należy prowadzić przy pomocy rozcieńzonego kwasu siarkowego(VI):



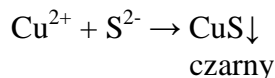
K₂CrO₄ wytrąca z roztworów soli ołowiu(II) żółty osad chromianu(VI) ołowiu(II). Reakcję należy prowadzić w obecności kwasu octowego:



KI strąca żółty osadu PbI₂ w formie złotych płatków. Ze względu na to, że rozpuszczalność jodku ołowiu(II) w wodzie jest znacznie niższa niż PbCl₂, dodanie roztworu jodku potasu do roztworu chlorku ołowiu(II) powoduje powstanie osadu PbI₂. Osad rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika.

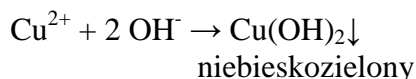
Reakcje jonu miedzi(II) Cu^{2+}

H_2S wytrąca osad siarczku miedzi (II). Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople roztworu 2M HCl i 2–3 krople roztworu AKT, a następnie mieszaninę ogrzewa się na łaźni wodnej przez 8–10 minut:

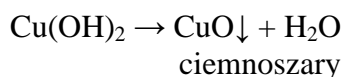


Siarczek miedzi (II) rozpuszcza się w gorącym 2M HNO_3 .

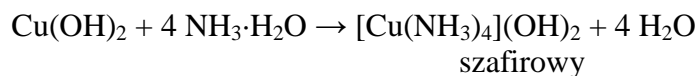
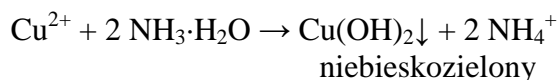
NaOH, KOH wytrącają osad wodorotlenku miedzi(II). Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 1 kroplę roztworu 3 mol/dm³ NaOH:



Po podgrzaniu osad wodorotlenku przechodzi w tlenek:



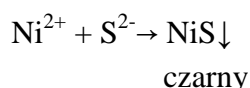
NH_3aq wytrąca osad wodorotlenku miedzi(II), rozpuszczalny w nadmiarze amoniaku z utworzeniem związku kompleksowego wodorotlenku tetraaminamiedzi(II):



Do 2–3 kropli badanego roztworu powoli dodaje się kroplami 0,5 mol/dm³ roztwór amoniaku aż do wytrącenia osadu, i dalej aż do jego rozpuszczenia.

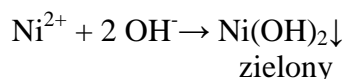
Reakcje jonu niklu(II) Ni^{2+}

$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ wytrąca osad siarczku niklu(II):



Wytrącanie prowadzi się w środowisku zasadowym. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 4–5 kropli 2 mol/dm³ NH_4Cl i 1 kroplę 2 mol/dm³ roztworu amoniaku do odczynu zasadowego, a następnie 3–4 krople AKT i całość ogrzewa się przez 10–15 minut na łaźni z wrzącą wodą.

NaOH, KOH wytrącają osad wodorotlenku niklu(II):

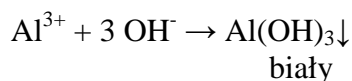


Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 5–6 kropli roztworu NaOH lub KOH o stężeniu 2 mol/dm³ i 4–5 kropli wody chlorowej, a następnie mieszaninę ogrzewa się.

NH_3aq wytrąca osad soli zasadowych, rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika z utworzeniem kompleksowego jonu heksaaminaniklu(II), np.:

Wytrącanie prowadzi się w środowisku zasadowym. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 4–5 kropli 2 mol/dm³ NH₄Cl i 1 kroplę 2 mol/dm³ roztworu amoniaku do odczynu zasadowego, a następnie 5–6 krople AKT i całość ogrzewa się przez 25–30 minut na łaźni z wrzącą wodą

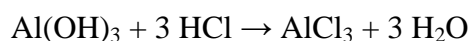
NaOH, KOH wytrącają galaretowaty osad wodorotlenku glinu:



Wodorotlenek glinu ma właściwości amfoteryczne, rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika:



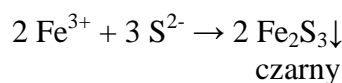
i w kwasach., np.:



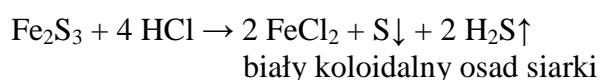
Aluminon – tworzy z jonami Al³⁺ w środowisku zbuforowanym octanem amonu (optymalne pH 5,3) związek wewnątrzkompleksowy o różowoczerwonym zabarwieniu. Do 5 kropli badanego roztworu dodaje się 1 kroplę roztworu aluminonu. Roztwór zabarwia się na pomarańczowo – czerwony kolor, który podczas ogrzewania przechodzi w intensywny kolor różowoczerwony. Jest to czuła reakcja, wykorzystywana w analizie wody do oznaczania glinu.

Reakcje jonu żelaza(III) Fe³⁺

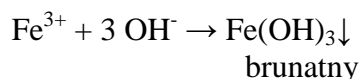
(NH₄)₂S wytrąca osad siarczku żelaza(III):



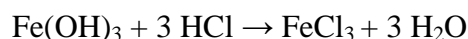
Wytrącanie prowadzi się w środowisku zasadowym. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 4–5 kropli 2 mol/dm³ NH₄Cl i 1 kroplę 2 mol/dm³ roztworu amoniaku do odczynu zasadowego, a następnie 2–3 krople AKT i całość ogrzewa się przez 25–10 minut na łaźni z wrzącą wodą Osad łatwo rozpuszcza się w kwasach, np. w 2 mol/dm³ HCl:



NaOH, KOH wytrącają osad wodorotlenku żelaza(III) – do 1–2 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople 3 mol/dm³ NaOH aż do wytrącenia się brunatnego osadu:

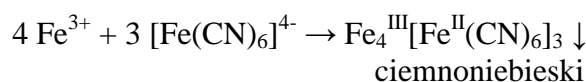


Osad ten rozpuszcza się w kwasach, np.:

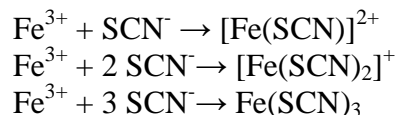


K₃[Fe(CN)₆] tworzy rozpuszczalną sól – heksacyjanożelazian(III) żelaza(III) Fe^{III}[Fe^{III}(CN)₆] o zabarwieniu brunatnym. Do 1–2 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople K₃[Fe(CN)₆] aż do wytrącenia się czerwobrunatnego osadu.

K₄[Fe(CN)₆] wytrąca osad heksacyjanożelazianu(II) żelaza(III), tzw. błękit pruski. Do 1–2 kropli badanego roztworu dodaje się 1 kroplę roztworu K₄[Fe(CN)₆]:



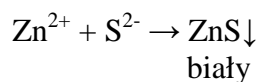
KSCN lub **NH₄SCN** – tiocyjanian (rodanek) potasu lub sodu, tworzą rozpuszczalne związki kompleksowe o zabarwieniu krwistoczerwonym:



Dalszy nadmiar jonów rodankowych powoduje powstawanie kolejnych jonów kompleksowych [Fe(SCN)₄]⁻, [Fe(SCN)₅]²⁻, [Fe(SCN)₆]³⁻, w wyniku czego zabarwienie roztworu staje się bardziej intensywne. Reakcja ta jest bardzo czuła, stosowana w analizie wody.

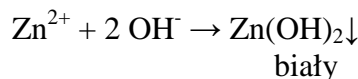
Reakcje jonu cynku(II) Zn²⁺

(NH₄)₂S wytrąca koloidalny osad siarczku cynku(II):



Wytrącanie prowadzi się w środowisku zasadowym. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 4–5 kropli 2 mol/dm³ NH₄Cl i 1 kroplę 2 mol/dm³ roztworu amoniaku do odczynu zasadowego, a następnie 2–3 krople AKT i całość ogrzewa się przez 5 minut na łaźni z wrzącą wodą.

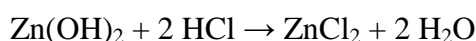
NaOH, KOH – wytrącają osad wodorotlenku cynku (II):



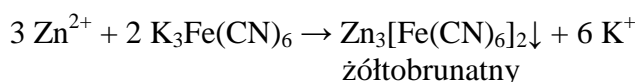
Wodorotlenek cynku(II) jest amfoteryczny; rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika:



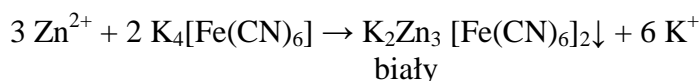
i w kwasach:



K₃[Fe(CN)₆] wytrąca osad heksacyjanożelazianu(III) cynku(II):

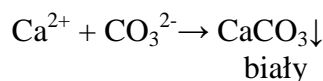


K₄[Fe(CN)₆] wytrąca osad heksacyjanożelazianu(II) potasowo-cynkowego(II):

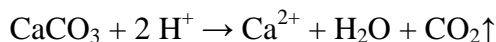


Reakcje jonu wapnia Ca²⁺

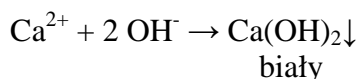
(NH₄)₂CO₃ wytrąca osad węglanu wapnia. Do 2 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople 2 mol/dm³ (NH₄)₂CO₃:



Węglan wapnia rozpuszcza się w rozcieńczonych kwasach z wydzieleniem dwutlenku węgla:

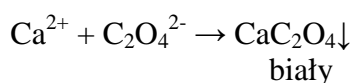


NaOH, KOH wytrącają osad wodorotlenku ze **stężonych** roztworów soli wapnia. Do 1 kropli badanego roztworu dodaje się 1–2 krople 3 mol/dm³ NaOH:



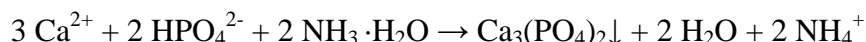
Osad ten jest dość dobrze rozpuszczalny w wodzie w temperaturze pokojowej.

(NH₄)₂C₂O₄ wytrąca osad szczawianu wapnia. Do 1 kropli badanego roztworu dodać 1 kroplę roztworu (NH₄)₂C₂O₄:



Szczawian wapnia rozpuszcza się w mocnych kwasach mineralnych, np. w 6 mol/dm³ HNO₃, nie rozpuszcza się w CH₃COOH.

Na₂HPO₄ – wodorofosforan(V) sodu w obecności soli amonowych wytrąca biały osad fosforanu(V) wapnia. Do 2 kropli badanego roztworu dodaje się 3 – 4 krople roztworu NH₄Cl i 4 krople roztworu Na₂HPO₄:

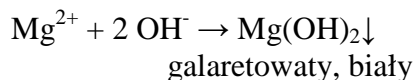


K₂CrO₄ nie wytrąca osadu.

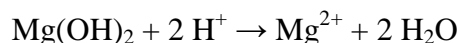
Zabarwienie płomienia – sole wapnia zabarwiają płomień na kolor ceglastoczerwony. Próbę płomieniową wykonuje się w następujący sposób – badany roztwór wprowadza się na druciku platynowym do płomienia palnika gazowego; pojawiające się ceglastoczerwone zabarwienie świadczy o obecności jonów wapnia.

Reakcje charakterystyczne jonu magnezu Mg²⁺

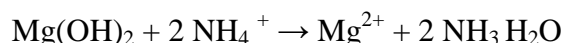
NaOH, KOH wytrącają osad wodorotlenku magnezu. Do 2–3 kropli badanego roztworu dodaje się 2 – 3 krople 3 mol/dm³ NaOH:



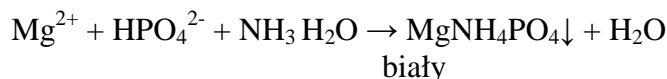
Wodorotlenek magnezu łatwo rozpuszcza się w rozcieńczonych kwasach:



i w solach amonowych:



Na₂HPO₄ w obecności NH_{3(aq)} i NH₄Cl wytrąca osad soli podwójnej fosforanu amonu i magnezu:

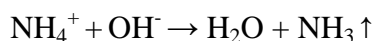


Roztwory fosforanu amonu i magnezu są podatne na osiągnięcie stanu przesylenia, dlatego też w czasie przeprowadzania reakcji należy bagietką pocierać ścianki probówki. MgNH_4PO_4 dobrze rozpuszcza się w kwasach:



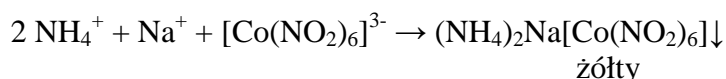
Reakcje jonu amonowego NH_4^+

NaOH, KOH wypierają z soli amonowych gazowy amoniak:



Wydzielający się amoniak można poznać po zapachu lub zmianie zabarwienia wilgotnego, różowego papierka lakmusowego, umieszczonego u wylotu probówki z mieszaniną reagującą, na kolor niebieski.

$\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ wytrąca osad heksaanitrokobaltanu(III) amonu i sodu:

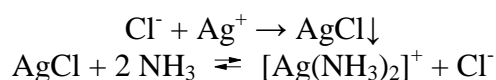


Odczynnik Nesslera – alkaliczny roztwór jodortęcianu(II) potasu $\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$ wytrąca żółtobrunatny osad. W przypadku bardzo małego stężenia jonów NH_4^+ osad nie wydziela się, a jedynie występuje żółte, pomarańczowe lub brązowe zabarwienie roztworu. Próbę wykonuje się wkraplając 1–2 krople badanego roztworu do probówki, rozcieńczając go 8–10 kroplami wody destylowanej i dodając 1–2 krople odczynnika Nesslera. Intensywność zabarwienia roztworu – od żółtego do brązowego jest również miarą stężenia jonów NH_4^+ w roztworze.

Reakcje charakterystyczne wybranych anionów

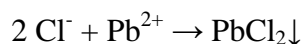
Reakcje anionu chlorkowego Cl^-

AgNO_3 strąca z roztworów chlorków biały serowaty osad chlorku srebra rozpuszczalny w amoniaku:



$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ nie wytrąca osadów z roztworów chlorków:

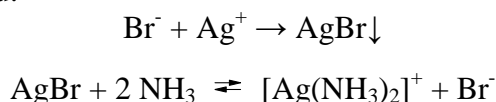
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ wytrąca z niezbyt rozcieńczonych soli chlorkowych biały krystaliczny osad chlorku ołowiu(II) rozpuszczalny w gorącej wodzie:



Woda chlorowa nie daje reakcji.

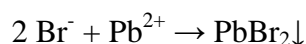
Reakcje anionu bromkowego Br^-

AgNO_3 wytrąca z roztworów bromków kremowy osad bromku srebra rozpuszczalny tylko w stężonym amoniaku:

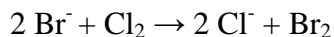


$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ nie wytrąca osadów z roztworów bromków.

Pb(NO₃)₂ strąca z niezbyt rozcieńczonych roztworów bromków biały osad bromku ołowiu(II):

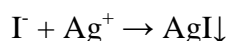


Woda chlorowa wypiera z roztworów bromków wolny brom rozpuszczalny w benzenie lub chloroformie z zabarwieniem żółtym do czerwono-brązowego:

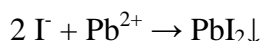


Reakcje anionu jodkowego I⁻

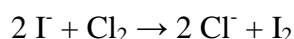
AgNO₃ strąca z roztworów jodków żółtawy osad jodku srebra nierozpuszczalny w NH₃:



Pb(NO₃)₂ strąca z roztworów jodków żółty osad jodku ołowiu(II):

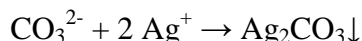


Woda chlorowa wypiera z roztworów jodków wolny jod rozpuszczalny w benzenie lub chloroformie o fioletowym zabarwieniu:



Reakcje anionu węglanowego CO₃²⁻

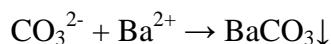
AgNO₃ wytrąca z roztworów węglanów biały osad węglanu srebra rozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V):



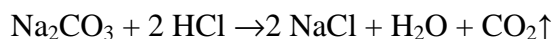
Osad węglanu srebra rozkłada się podczas ogrzewania z wydzieleniem brunatnego tlenku srebra:



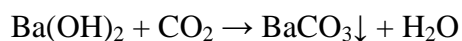
Ba(NO₃)₂ wytrąca z roztworów węglanów biały osad węglanu baru:



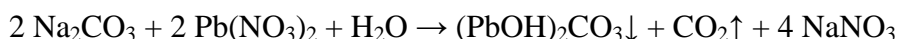
Węglany po dodaniu kwasu solnego wydzielają banieczki gazowego dwutlenku węgla:



Wydzielony dwutlenek węgla może spowodować zmętnienie nasyconej wody wapiennej Ca(OH)₂ lub barytovej Ba(OH)₂:



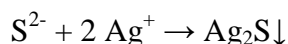
Pb(NO₃)₂ strąca z roztworów węglanów biały osad hydroksowęglanu ołowiu(II):



Reakcje anionu siarczkowego S²⁻

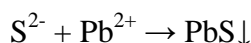
Siarczki metali alkalicznych są dość łatwo rozpuszczalne w wodzie, a pozostałe siarczki są w wodzie trudno rozpuszczalne.

AgNO₃ wytrąca z roztworów siarczków czarny osad siarczku srebra:

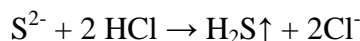


Ba(NO₃)₂ nie wytrąca osadu z roztworów siarczków.

Pb(NO₃)₂ wytrąca z roztworów siarczków czarny osad siarczku ołowiu(II):



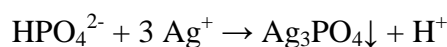
HCl dodany do roztworów siarczków powoduje wydzielenie się siarkowodoru o charakterystycznym zapachu zgniłych jaj:



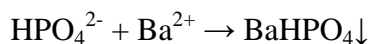
Reakcje anionu ortofosforanowego PO₄³⁻

Rozpuszczalne w wodzie są wszystkie ortofosforany alkaliczne, a nierozpuszczalne – obojętne ortofosforany jonów metali ciężkich.

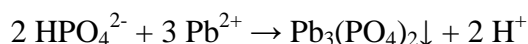
AgNO₃ wytrąca z roztworów ortofosforanów(V) żółty osad ortofosforanu(V) srebra:



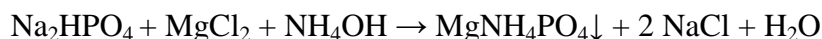
Ba(NO₃)₂ wytrąca z roztworów ortofosforanów(V) biały osad ortowodorofosforanu(V) baru:



Pb(NO₃)₂ strąca z roztworów ortofosforanów(V) biały osad ortofosforanu(V) ołowiu(II):



Mieszanka MgCl₂+NH₄OH+NH₄Cl wytrąca biały krystaliczny osad ortofosforanu(V) amonu i magnezu:



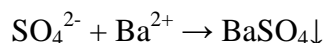
Molibdenian(VI) amonu wytrąca z zakwaszonych stężonym kwasem azotowym(V) roztworów po ogrzaniu żółty osad:



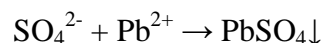
Reakcje anionu siarczanowego(VI) SO₄²⁻

AgNO₃ nie strąca osadu z roztworów siarczanów(VI).

Ba(NO₃)₂ wytrąca z roztworów siarczanów(VI) biały osad siarczanu(VI) baru:



Pb(NO₃)₂ strąca z roztworów siarczanów(VI) biały osad siarczanu(VI) ołowiu(II):

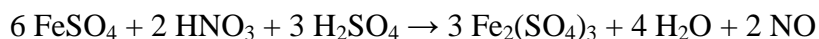


Reakcje anionu azotanowego(V) NO₃⁻

Wszystkie azotany są w wodzie łatwo rozpuszczalne i dlatego stosowane wcześniej odczynniki nie dają osadów z azotanami.

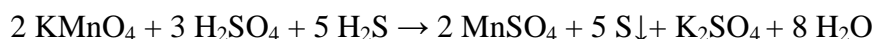
Reakcja śladowa, tzw. obrączkowa. Do próbówki dodaje się 2 krople badanego roztworu, kilka kryształków FeSO₄ i powoli po ściance próbówki wlewa się stężony kwas siarkowy(VI). W obecności azotanów(V) tworzy się dookoła kryształków FeSO₄ brunatny

pierścień. Ponieważ wiele jonów może przeszkadzać w reakcji, dlatego próbę należy wykonać po upewnieniu się, że inne aniony są nieobecne, zwłaszcza: I^- , Cl^- , SO_4^{2-} , NO_2^- :



Reakcje anionu manganianowego(VII) MnO_4^-

Wszystkie manganiany(VII) – (nadmanganiany) – są w wodzie łatwo rozpuszczalne. Jon MnO_4^- ma barwę fioletową, dzięki czemu łatwo go rozpoznać. Pod wpływem siarkowodoru w obecności kwasu siarkowego(VI) manganiany(VII) redukują się i barwa fioletowa przechodzi w bladą różową pochodzącą od kationu manganu(II) – Mn^{2+} :



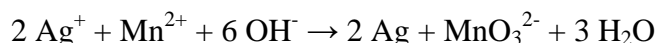
Analiza kroplowa

Reakcje charakterystyczne, a zwłaszcza selektywne i specyficzne można wykonywać techniką półmikro:

- w probówkach,
- techniką kroplową na płytce porcelanowej,
- za pomocą testów kroplowych na bibule.

Wykrywanie jonu Ag^+ .

Oparte jest na mało znanej reakcji utleniania jonów Mn^{2+} jonami Ag^+ w środowisku zasadowym:



Na bibulę nanosi się kroplę roztworu HCl , następnie kroplę analizowanego roztworu i ponownie kroplę roztworu HCl . Z kolei nadmiar HCl usuwa się wodą (nanoszoną z kapilary), a na wytracony osad $AgCl$ nanosi się kolejno kroplę roztworu $Mn(NO_3)_2$ i $NaOH$. Pojawia się natychmiast czarne zabarwienie srebra metalicznego. Tę niezwykle czułą reakcję wykorzystuje się do wykrywania jonów Ag^+ w obecności innych kationów, z wyjątkiem Hg_2^{2+} .

Wykrywanie jonów Pb^{2+} oraz Pb^{2+} i Bi^{3+} obok siebie

Na bibulę nanosi się kroplę rozc. kwasu siarkowego(VI), następnie kroplę analizowanego roztworu i ponownie kroplę kwasu siarkowego(VI). Nadmiar kwasu odmywa się wodą (z kapilary). W środku wilgotnej plamki pojawia się biały osad $PbSO_4$, widoczny zwłaszcza w świetle przechodzącym. Na ten osad nanosi się odczynnik ($KI + SnCl_2 + Cd(NO_3)_2$) dający czerwonopomarańczowe zabarwienie. W obecności jonów Bi^{3+} zabarwienie ma odcień wiśniowy. Jeśli do tej wiśniowej plamki przyłożyć kilkakrotnie kapilarę z roztworem KI , to zabarwienie przejdzie w jasnożółte, a po dalszym naniesieniu kropli wody pojawia się czyste zabarwienie pomarańczowe. Zabarwienie wiśniowe plamki wskazuje na jednoczesną obecność jonów Pb^{2+} i Bi^{3+} . Jeśli ołowiu nie ma, to środkowa część plamki jest bezbarwna. W ten sposób można wykryć Pb^{2+} w obecności wszystkich innych kationów.

Wykrywanie jonów Cd^{2+}

Na bibulę nanosi się kroplę roztworu $K[BiI_4]$, a następnie kroplę roztworu analizowanego. Pojawia się czarna plamka BiI_3 , znikająca pod wpływem roztworu KI lub tiosiarczanu(VI) sodu $Na_2S_2O_3$.

Wykrywanie jonów Fe³⁺

Na bibułę nanosi się kroplę nasyconego roztworu KSCN, a następnie kroplę analizowanego roztworu i oczekuje kilka sekund. Wokół kapilary tworzy się biała plamka, rozszerzająca się na skutek wędrowki ku peryferiom czerwonego Fe(SCN)₃, który nie wytrąca się. Wolna od żelaza centralna część plamki pozostaje bezbarwna.

Wykrywanie jonów Al³⁺

Na bibułę nanosi się kroplę analizowanego roztworu i poddaje się ją działaniu par amoniaku. Wytrąca się Al(OH)₃. Na środek plamki nanosi się z kolei alkoholowy roztwór alizaryny i ponownie poddaje działaniu par amoniaku. W wyniku reakcji Al(OH)₃ z alizaryną, na fioletowym tle pojawia się czerwona plamka laku aluminiowego. Fioletowe zabarwienie pochodzi od alizaryny. Jeśli bibułę lekko podgrzać, to wskutek ulotnienia się amoniaku znika fioletowe zabarwienie, a pozostaje tylko czerwona plamka laku.

Wykrywanie jonów Co²⁺

Na bibułę nanosi się analizowany roztwór, a następnie, w to samo miejsce, kroplę nasyconego roztworu KSCN. Powstaje niebieska plamka. Po ostrożnym wysuszeniu bibuły kolor plamki staje się bardziej intensywny.

Wykrywanie jonów S²⁻ w obecności SO₃²⁻, S₂O₃²⁻ i SO₄²⁻

Na bibułę nanosi się kroplę ołowianu(II) sodu (Pb(OH)₂ + NaOH), następnie kroplę analizowanego roztworu i ponownie kroplę ołowianu(II). Pojawienie się czarnej lub brunatnej plamki świadczy o obecności jonów S²⁻.

Wykrywanie jonów NO₂⁻

Na bibułę nanosi się kroplę analizowanego roztworu, a następnie kroplę roztworu benzydyny (odczynnik organiczny) w kwasie octowym. W zależności od stężenia jonów NO₂⁻ w analizowanym roztworze pojawia się żółte lub brunatne zabarwienie pochodzące od produktu utlenienia benzydyny. W reakcji tej przeszkadzają jony S²⁻, które należy „neutralizować” jonami Cd²⁺. W tym celu na bibułę nanosi się najpierw kroplę roztworu Cd(NO₃)₂, następnie kroplę roztworu analizowanego i ponownie kroplę roztworu Cd(NO₃)₂. W środku powstaje żółta plamka CdS, a jon NO₂⁻ wędruje na peryferie, gdzie można go wykryć.

Zastosowanie analizy kationów i anionów

Najczęściej stosowane kwasy i zasady można wykryć wykorzystując reakcje charakterystyczne kationów i anionów, np. te, które zapisane są w tabeli 11.

Tabela 11. Reakcje charakterystyczne najczęściej stosowanych kwasów i zasad

Kwas lub zasada	Odczynniki i czynności	Obserwacje i równanie reakcji
2 krople 2 mol/dm ³ HCl	2 krople roztworu AgNO ₃	Cl ⁻ + Ag ⁺ → AgCl↓ biały osad
	wytrącony osad rozpuścić w roztworze NH ₃ ·H ₂ O (ok. 6 kropli)	AgCl + 2 NH ₃ → [Ag(NH ₃) ₂]Cl
	i ponownie wytrącić za pomocą 6 mol/dm ³ HNO ₃ (ok. 2 krople)	[Ag(NH ₃) ₂]Cl + 2 HNO ₃ → AgCl↓ + 2NH ₄ NO ₃
1–2 krople 2 mol/dm ³ H ₂ SO ₄	1–2 krople roztworu BaCl ₂	SO ₄ ²⁻ + Ba ²⁺ → BaSO ₄ ↓

1–2 krople (1:1) HNO ₃	2 wiórki metalicznej miedzi, zwrócić uwagę na barwę roztworu i zapach wydzielających się tlenków azotu	$3\text{Cu} + 2\text{NO}_3^- + 8\text{H}^+ \rightarrow 3\text{Cu}^{2+} + 2\text{NO}\uparrow + 4\text{H}_2\text{O}$ $2\text{NO} + \text{O}_2 \rightarrow \text{NO}_2$
roztwór 2mol/dm ³ NaOH	roztwór NaOH wprowadzony na druciku platynowym do płomienia palnika gazowego	trwałe, intensywnie żółte zabarwienie płomienia
1-2 krople 6 mol/dm ³ KOH	1 kropla roztworu heksanitrokobaltanu sodu Na ₃ [Co(NO ₂) ₆]	żółty osad $2\text{K}^+ + \text{Na}^+ + [\text{Co}(\text{NO}_2)_6]^{3-} \rightarrow \text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \downarrow$
	próba na zabarwienie płomienia analogicznie do próby na NaOH	jasnofioletowy kolor płomienia
2 mol/dm ³ NH ₃ (aq)	5-6 kropli NH ₃ ·H ₂ O + 3 krople mocnej zasady np. 2 mol/dm ³ KOH	zapach gazowego amoniaku $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_3 \uparrow$ Wydzielający się amoniak można poznać po zapachu lub zmianie zabarwienia wilgotnego, różowego papierka lakmusowego, umieszczonego u wylotu próbówki z mieszaniną reagującą, na kolor niebieski.
	2 krople NH ₃ (aq) + 10 kropli wody + 2 krople odczynnika Nesslera K ₂ [HgI ₄]	pomarańczowo-brunatny osad

Reakcje charakterystyczne kationów i anionów wykorzystuje się np. w analizie jakościowej wody, np.: do wykrywania amoniaku, azotanów(III), azotanów(V), siarkowodoru i siarczków.

4.3.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jak reagują kationy: Ag⁺ i Pb²⁺ z roztworem HCl, NaOH, KI, K₂CrO₄?
2. Jak reagują kationy: Bi³⁺ i Cu²⁺ z roztworem NaOH, NH₃ (aq) i KI?
3. Jak reagują kationy III grupy analitycznej z roztworami: NaOH, NH₃ (aq) i KI?
4. W jaki sposób można wykryć kationy III grupy analitycznej stosując reakcje specyficzne?
5. W jaki sposób można wykryć kation NH₄⁺?
6. Jak można przeprowadzić próbę barwienia płomienia gazowego i jakie kationy można w ten sposób zidentyfikować?
7. Jakie aniony można wykryć działaniem H₂SO₄ na próbki soli?
8. Jakie aniony można wykryć badając właściwości utleniająco-redukujące?
9. Jakie reakcje charakterystyczne mogą potwierdzić obecność w próbce wybranych anionów, np. Cl⁻, Br⁻, SCN⁻, S²⁻, CO₃²⁻, CH₃COO⁻, PO₄³⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻, NO₂⁻, SO₃²⁻?

4.3.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Sprawdź przebieg reakcji kroplowych dla anionów i wybranych 3 kationów.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) przypomnieć zasady bezpiecznej pracy z substancjami chemicznymi,
- 2) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 3) zorganizować stanowisko pracy,
- 4) przygotować niezbędne odczynniki,
- 5) wykonać reakcje charakterystyczne zgodnie z opisem w materiale nauczania,
- 6) przedstawić obserwacje w formie opisowej.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt laboratoryjny do analizy jakościowej,
- zestaw odczynników do analizy jakościowej,
- badane próbki.

Ćwiczenie 2

W pięciu probówkach znajdują się roztwory soli kationów różnych grup analitycznych. Dokonaj identyfikacji tych kationów. Sposób przedstawienia wyników pokazuje tabela.

Numer próbówki	Odczynnik grupowy	Obserwacje	Identyfikacja osadu	Wnioski
1	HCl	biały serowaty osad szarzejący na powietrzu	osad chlorku rozpuszcza się w amoniaku z NaOH – biały osad szybko czerniejący	Ag ⁺

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) przypomnieć sobie zasady bezpiecznej pracy z substancjami chemicznymi,
- 2) przeanalizować informacje dotyczące reakcji grupowych kationów,
- 3) przeczytać opisy wykonywania reakcji charakterystycznych kationów (wskazanych przez nauczyciela),
- 4) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 5) przygotować niezbędne odczynniki,
- 6) sprawdzić przebieg reakcji charakterystycznych wybranych kationów,
- 7) wyniki obserwacji zapisać w dzienniku laboratoryjnym,
- 8) zidentyfikować kationy wydane przez nauczyciela w probówkach 1–5, w tym:
 - określić przynależność kationów do grup analitycznych na podstawie reakcji z odczynnikiem grupowym,
 - zidentyfikować kationy poszczególnych grup wykorzystując opisy reakcji w poradniku i swoje obserwacje zapisane w dzienniku laboratoryjnym,
- 9) przedstawić wyniki wykonanych analiz w postaci tabeli.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt laboratoryjny do analizy jakościowej,
- zestaw odczynników do analizy jakościowej,
- stół laboratoryjny z dostępem do wyciągu, łaźnia wodna,
- badane próbki.

Ćwiczenie 3

W pięciu próbkach znajdują się roztwory soli zawierających aniony różnych grup analitycznych. Dokonaj identyfikacji tych anionów.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przypomnieć zasady bezpiecznej pracy z substancjami chemicznymi,
- 2) zapoznać się z opisem reakcji charakterystycznych anionów,
- 3) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 4) przygotować niezbędne odczynniki,
- 5) zidentyfikować aniony poszczególnych grup wykorzystując opisy reakcji w Poradnik dla ucznia; czynności możesz wykonywać w próbkach, na płytce porcelanowej lub techniką kroplową na bibule,
- 6) przedstawić wyniki wykonanych analiz w postaci tabeli.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt laboratoryjny do analizy jakościowej,
- zestaw odczynników do analizy jakościowej,
- stół laboratoryjny z dostępem do wyciągu, łaźnia wodna,
- badane próbki.

Ćwiczenie 4

Woda wodociągowa, a także wody powierzchniowe zawierają różne składniki, występujące w formie jonowej. Do takich zaliczyć można kationy żelaza(III), aniony: ortofosforanowy(V), azotanowy(V). Zaprojektuj i wykonaj badania wody mające na celu stwierdzenie obecności w pobranych próbkach wody wymienionych jonów.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) przypomnieć zasady bezpiecznej pracy z substancjami chemicznymi,
- 2) przygotować próbki wody wodociągowej i wody powierzchniowej, np. z rzeki,
- 3) wyszukać w materiale nauczania lub innych materiałach opisy reakcji charakterystycznych dla wykrywanych jonów, ze szczególnym uwzględnieniem reakcji specyficznych,
- 4) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 5) przygotować niezbędne odczynniki,
- 6) przeprowadzić zaplanowane reakcje,
- 7) zinterpretować wyniki doświadczeń.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt laboratoryjny do analizy jakościowej,
- zestaw odczynników do analizy jakościowej,
- stół laboratoryjny z dostępem do wyciągu, łaźnia wodna.

4.3.4. Sprawdzenie postępów

Czy potrafisz:

	Tak	Nie
1) zapisać reakcje kationów I grupy z odczynnikiem grupowym i po dwie reakcje charakterystyczne odróżniające kationy?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2) scharakteryzować powstające osady chlorków kationów I grupy analitycznej (barwa, zmiana w czasie, rozpuszczalność)?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3) zapisać reakcje przykładowe kationu Cu^{2+} , kationów grupy II z odczynnikiem grupowym	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4) scharakteryzować powstające w reakcjach osady siarczków kationów II grupy analitycznej (wzór, barwa, rozpuszczalność)?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5) rozpoznać obecność w roztworze wybranych kationów II i III grupy na podstawie zabarwienia roztworów?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6) przedstawić za pomocą równań reakcje kationów III grupy z odczynnikiem grupowym i po dwie reakcje charakterystyczne odróżniające kationy Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} ?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7) przedstawić za pomocą równań reakcje kationów IV grupy z odczynnikiem grupowym i po dwie reakcje charakterystyczne odróżniające kationy Ca^{2+} , Ba^{2+} ?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8) wymienić przykłady związków trudno rozpuszczalnych, jakie tworzą kationy V grupy?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
9) zidentyfikować kationy Na^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} na podstawie barwy płomienia gazowego?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
10) zapisać równania reakcji anionów Cl^- , Br^- , S^{2-} , CO_3^{2-} ze stężonym H_2SO_4 ?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
11) zidentyfikować aniony na podstawie przeprowadzonych badań właściwości utleniająco-redukujących tych anionów?	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

4.4. Identyfikacja prostych soli rozpuszczalnych w wodzie

4.4.1. Materiał nauczania

Badania wstępne

Identyfikacja pojedynczej soli polega na wykryciu kationu i anionu, wchodzących w jej skład. Analizę rozpoczyna się od określenia barwy, zapachu oraz zachowania się soli podczas ogrzewania.

Do wstępnych badań należy także próba barwienia płomienia palnika gazowego przez badaną sól, wprowadzoną do płomienia na druciku platynowym. Pierwiastki alkaliczne i ziem alkalicznych barwią płomień na charakterystyczny kolor co ułatwia ich późniejszą identyfikację.

Ponieważ analizę soli przeprowadza się przede wszystkim na drodze mokrej, należy rozpuścić przygotowaną do badania sól. W tym celu dobiera się odpowiedni rozpuszczalnik. Na wstępie należy sprawdzić rozpuszczalność w wodzie.

Tabela 12. Rozpuszczalność wybranych soli w wodzie

L.p.	Sole zawierające następujące aniony	Charakterystyka
1	chlorki, bromki, jodki	Są rozpuszczalne z wyjątkiem AgCl, AgBr i AgI.
2	węglany(IV)	Są na ogół trudno rozpuszczalne. Wyjątek stanowią węglany metali alkalicznych oraz amonu. Wszystkie węglany rozpuszczają się w gorącym, roz. HCl lub HNO ₃ .
3	siarczany(VI)	Są na ogół dobrze rozpuszczalne. Wyjątek stanowią siarczany BaSO ₄ , PbSO ₄ oraz Ag ₂ SO ₄ i CaSO ₄
4	azotany(V)	Są dobrze rozpuszczalne w wodzie.

Jeżeli substancja nie rozpuszcza się w wodzie (albo rozpuszcza się częściowo) bada się kolejno działanie rozcieńczonych a następnie stężonych kwasów: HCl, HNO₃ oraz ich mieszaniny – wody królewskiej. Przeprowadzając trudno rozpuszczalną sól do roztworu dodaje się nadmiaru odczynnika rozpuszczającego i ewentualnie ogrzewa. Jeżeli sól rozpuszcza się zarówno w HCl jak w HNO₃ korzystniej jest stosować kwas azotowy, ponieważ azotany są mniej lotne od chlorków. Po rozpuszczeniu soli w kwasach usuwa się nadmiar użytego kwasu przez odparowanie roztworu do małej objętości. Roztwór po odparowaniu kwasu rozcieńcza się wodą destylowaną.

Sole nierozpuszczalne w wodzie i w kwasach (np. BaSO₄) najczęściej stapia się z nadmiarem sody. Otrzymuje się wówczas związki nierozpuszczalne w wodzie, lecz rozpuszczalne w rozcieńczonych kwasach.

Technika wykonania badań wstępnych

Do probówki zawierającej niewielką ilość soli (ok. 0,5 g) dodaje się 15 cm³ wody destylowanej, wytrząsa i w razie potrzeby ogrzewa. Uzyskane zabarwienie roztworu może pochodzić od soli: manganu, żelaza i chromu. Następnie należy zbadać papierkiem uniwersalnym odczyn roztworu. Uzyskany odczyn zasadowy wskazuje na obecność soli pochodzącej od mocnej zasady, kwaśny – od mocnego kwasu, obojętny – od mocnej zasady i mocnego kwasu lub słabej zasady i słabego kwasu.

Tabela 13. Schemat badań wstępnych w analizie jakościowej soli

		Rodzaj badań	Obserwacje	Możliwa obecność substancji
Badania wstępne	Ocena wizualna	Barwa soli	barwa niebieska	uwodnione sole miedzi(II), bezwodne sole Co(II)
			barwa zielona	uwodnione sole niklu(II), żelaza(II), chromu(III)
			barwa różowa	sole manganu (II) i uwodnione sole kobaltu(II)
	Badania na drodze suchej	Ogrzewanie w próbówce	wydzielanie pary wodnej na ściankach próbówki	obecność wody krystalizacyjnej np. w $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
			wydzielanie gazów	obecności np. CO_2 z węglanów, SO_2 z siarczanów(IV)
		Ogrzewanie w płomieniu palnika	charakterystyczne zabarwienie płomienia: żółte ceglastoczerwono, jasnioletowe, zielone, karminowe	obecność odpowiednio kationów: Na^+ , Ca^{2+} , K^+ , Ba^{2+} , Sr^{2+}
	Badania na drodze mokrej	Rozpuszczanie w zimnej wodzie	sól rozpuszcza się	azotany(V) kationów litowców: Na, K i NH_4^+ obecność anionów: chlorki, bromki i jodki (z wyjątkiem soli ołowiu, srebra, rtęci(I))
		Rozpuszczanie w gorącej wodzie	sól rozpuszcza się	halogenki ołowiu(II) – PbCl_2 , PbBr_2 , PbI_2
		Badanie odczynu roztworu wodnego	odczyn zasadowy	jony metali ciężkich sól słabego kwasu i mocnej zasady np. CH_3COONa , Na_2CO_3
			odczyn kwaśny	sól słabej zasady i mocnego kwasu np. NH_4Cl jeżeli po zalkalizowaniu roztworu kwaśnego węglanem sodu nie pojawi się osad, to można wykluczyć obecność kationów: Fe^{3+} , Cu^{2+}
		Roztworzenie w kwasach mineralnych: HNO_3 i HCl	sól nie rozpuszcza się w wodzie, ale roztwarza się w kwasach	chlorki I grupy kationów: Ag^+ , Hg_2^{2+}

Identyfikacja soli

Po wykonaniu prób wstępnych przeprowadza się systematyczną analizę pozwalającą na identyfikację anionów i kationów, biorąc pod uwagę wnioski wynikające z prób wstępnych. Pewne badania należy wykonać na wstępie systematycznej analizy. Należą do nich,

- w analizie kationów – wykrywanie jonów NH_4^+ , Fe^{3+} , Fe^{2+} ;
- w analizie anionów – rozkład kwasem siarkowym(VI) i badanie produktów rozkładu oraz badanie właściwości utleniająco-redukujących.

Analiza anionów w wodnym roztworze soli

Reakcja z KMnO_4 – wykrywanie reduktorów

Ok. 1 cm^3 roztworu badanej soli zakwasza się kilkoma kroplami rozc. H_2SO_4 i dodaje małymi porcjami rozcieńczony roztwór KMnO_4 . Jeżeli na zimno nie następuje odbarwienie, roztwór ogrzewa się do wrzenia. Odbarwienie roztworu KMnO_4 jest spowodowane obecnością jonów Cl^- , Br^- lub I^- (jeżeli zabarwienie manganianu(VII) potasu utrzymuje się – jony te są nieobecne).

Reakcja z roztworem KI – wykrywanie utleniaczy

Ok. 1 cm^3 otrzymanego roztworu soli zakwasza się roz. HCl , dodaje $1\text{--}2 \text{ cm}^3$ roztworu KI i ok. $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu skrobi otrzymane niebieskie zabarwienie roztworu świadczy o obecności anionów MnO_4^- lub NO_3^- .

Reakcja z roztworem AgNO_3

Analizowany roztwór zakwasza się rozc. HNO_3 i dodaje nadmiaru AgNO_3 .

Tabela 14. Wykrywanie anionów za pomocą AgNO_3

Obserwacje	Wnioski
Brak osadu	Obecność: NO_3^- , ClO_3^- , SO_3^{2-} , F^-
Osad biały, rozpuszczalny na gorąco	Obecność: NO_2^-
Osad biały, rozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V) z wydzieleniem gazu powodującego zzielenienie bibuły nasyconej roztworem dwuchromianu(VI) potasu $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	Obecność: SO_3^{2-}
Osad biały, rozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V) z wydzieleniem gazu nie powodującego zabarwienia bibuły nasyconej roztworem dwuchromianu(VI) potasu $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	Obecność: CO_3^{2-}
Osad biały, nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V), czerniejący na świetle, rozpuszczalny w NH_3aq	Obecność: Cl^- , SCN^-*
Osad bladożółty, nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V), czerniejący na świetle, rozpuszczalny w NH_3aq	Obecność: Br^-
Osad żółty, rozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V) i NH_3aq	Obecność: PO_4^{3-}
Osad biały, zmieniający kolor poprzez żółty, pomarańczowy do czarnego	Obecność: $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
Osad czarny, rozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V) na gorąco	Obecność: S^{2-}
Osad czekoladowy, rozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V)	Obecność: AsO_4^{3-}
Osad żółty, rozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V) z utworzeniem galaretowatego osadu kwasów krzemowych $m\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Obecność: SiO_3^{2-}

*W tym przypadku w celu ostatecznej identyfikacji jonu Cl^- lub SCN^- należy do kilku kropeł pierwotnego roztworu dodać kilka kropeł 2 mol/dm^3 kwasu solnego oraz kilka kropeł roztworu rozpuszczalnej soli żelaza(III). W obecności jonów SCN^- roztwór zabarwi się na krwistoczerwono.

Próba na wydzielanie gazów

Do oddzielnej porcji roztworu (lub krystalicznej soli) dodaje się kwasu solnego o stężeniu 3 mol/dm^3 i lekko wstrząsa zawartość probówki. Wydzielanie się pęcherzyków gazu (np. CO_2 , SO_2 wskazuje na obecność anionu CO_3^{2-} lub SO_3^{2-}).

Wyniki powyższych prób pozwalają na sformułowanie wniosków odnośnie występowania niektórych anionów w roztworze. Po stwierdzeniu nieobecności niektórych anionów, przystępuje się do wykrywania pozostałych, wykonując reakcje charakterystyczne, podane przy identyfikacji poszczególnych jonów.

Analiza kationów w wodnym roztworze soli

Po przeprowadzeniu analizy anionów znana jest rozpuszczalność soli i anion wchodzący w jej skład.

Przystępując do analizy kationów należy zapoznać się z tablicą rozpuszczalności soli i wyciągnąć odpowiednie wnioski odnośnie obecności kationu. Np. jeżeli sól rozpuszcza się w wodzie i zawiera anion SO_4^{2-} , to próby na obecność jonów Ba^{2+} i Ca^{2+} są zbyteczne. Kationy te nie mogą być obecne, ponieważ tworzą z anionem siarczanowym trudno rozpuszczalne w wodzie związki.

Obecność anionu chlorowca Cl^- , Br^- lub I^- w soli łatwo rozpuszczalnej w wodzie wyklucza obecność kationu Ag^+ .

Analizę kationów prowadzi się w sposób systematyczny, ustalając grupę, do której kation należy. W tym celu na wstępie wykrywa się kation NH_4^+ oraz Fe^{2+} , Fe^{3+} . Następnie przeprowadza się reakcje z odczynnikami grupowymi, co umożliwi ustalenie przynależności kationu do określonej grupy (tabela 15). Korzystając z reakcji specyficznych wykrywa się kation wchodzący w skład soli.

Tabela 15. Wykrywanie jonów NH_4^+ , Fe^{2+} , Fe^{3+} oraz próby stwierdzające obecność kationów odpowiedniej grupy analitycznej [4, s. 192]

Rodzaj próby	Stosowany odczynnik	Sposób wykonania	Wynik pozytywny
Stwierdzanie obecności jonu NH_4^+	NaOH lub KOH	Ogrzewanie roztworu i obserwacja zabarwienia uniwersalnego papierka wskaźnikowego	Wydziela się gazowy NH_3 papierek barwi się na granatowo
Stwierdzanie obecności jonu Fe^{2+}	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Dodanie odczynnika do badanego roztworu	Niebieski osad
Stwierdzanie obecności jonu Fe^{3+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Dodanie odczynnika do badanego roztworu	Granatowy osad
Stwierdzanie obecności I grupy kationów	2 mol/dm ³ HCl	Dodanie odczynnika do gorącego roztworu, ogrzewanie i ponowne ochładzanie	Biały osad
Stwierdzanie obecności II grupy kationów	AKT w środowisku HCl	Ogrzewanie odczynnika z zakwaszonym HCl badanym roztworem	Czarny, brązowy, żółty lub pomarańczowy osad
Stwierdzanie obecności III grupy kationów	AKT w środowisku $\text{NH}_3\text{aq} + \text{NH}_4\text{Cl}$	Ogrzewanie odczynnika z badanym roztworem w środowisku amoniakalnym (NH_3aq w obecności NH_4Cl)	Czarny zielony, cielisty lub biały osad
Stwierdzanie obecności IV grupy kationów	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ w środowisku $\text{NH}_3\text{aq} + \text{NH}_4\text{Cl}$	Dodanie odczynnika do badanego roztworu zobojętnionego NH_3aq w obecności NH_4Cl	Biały osad
Stwierdzanie obecności V grupy kationów	Stosuje się odczynniki specyficzne, oddzielnie dla każdego z jonów		

4.4.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie badania wstępne wykonuje się w analizie soli prostych rozpuszczalnych w wodzie?
2. Jak można wyeliminować obecność niektórych anionów w próbce soli na podstawie stwierdzonej obecności kationu?
3. Jakie kationy należy wykryć na wstępie systematycznej analizy kationów?
4. Jak można wykonać wybiórcze badania na potwierdzenie lub wyeliminowanie obecności niektórych anionów?

4.4.3. Ćwiczenia

Ćwiczenie 1

Zidentyfikuj otrzymane od nauczyciela 2 sole stałe, rozpuszczalne w wodzie.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenia, powinieneś:

- 1) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 2) zorganizować stanowisko pracy,
- 3) przygotować niezbędne odczynniki,
- 4) rozpuścić w wodzie próbkę soli o znanym składzie,
- 5) potwierdzić obecność jonów w soli wykonując reakcje charakterystyczne,
- 6) rozpuścić w wodzie sól o nieznanym składzie,
- 7) wykryć kation w próbce badanej,
- 8) wykryć anion w próbce badanej,
- 9) zapisać wzór soli,
- 10) przedstawić wyniki wykonanych analiz w postaci tabeli.

Odczynniki	Czynności	Obserwacje	Wnioski	Wzór soli
	Badania wstępne 1. 2.			
	Identyfikacja anionu 1. 2.			
	Identyfikacja kationu 1. 2.			

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt laboratoryjny do analizy jakościowej,
- zestaw odczynników do analizy jakościowej,
- badane próbki,
- stół laboratoryjny z dostępem do wyciągu,
- łaznia wodna.

Ćwiczenie 2

Zidentyfikuj otrzymane w postaci roztworu 2 sole proste. Sposób przedstawienia wyników pokazuje tabela.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenia, powinieneś:

- 1) dobrać odpowiedni sprzęt laboratoryjny i środki ochrony indywidualnej,
- 2) zorganizować stanowisko pracy,
- 3) przygotować niezbędne odczynniki,
- 4) wykryć anion w próbce badanej,
- 5) wykryć kation w próbce badanej,
- 6) zapisać wzór soli,
- 7) przedstawić wyniki wykonanych analiz w postaci tabeli.

Odczynniki	Czynności	Obserwacje	Wnioski	Wzór soli
	Badania wstępne 1..... 2.....			
	Identyfikacja anionu 1..... 2.....			
	Identyfikacja kationu 1..... 2.....			

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt laboratoryjny do analizy jakościowej,
- zestaw odczynników do analizy jakościowej,
- badana próbka soli,
- stół laboratoryjny z dostępem do wyciągu,
- łaznia wodna.

4.4.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:

- | | Tak | Nie |
|---|--------------------------|--------------------------|
| 1) projektować i wykonywać badania wstępne służące identyfikacji prostych soli rozpuszczalnych w wodzie? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 2) wymienić kationy, dla których należy wykonać identyfikację na wstępie systematycznej analizy kationów? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 3) zaprojektować i wykonać wybrane badania na potwierdzenie lub wyeliminowanie obecności kationów: NH_4^+ , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Cu^{2+} ? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 4) zaprojektować i wykonać wybrane badania na potwierdzenie lub wyeliminowanie obecności anionów; CO_3^{2-} , S^{2-} , CH_3COO^- ? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

5. SPRAWDZIAN OSIĄGNIĘĆ

INSTRUKCJA DLA UCZNIĄ

1. Przeczytaj uważnie instrukcję.
2. Podpisz imieniem i nazwiskiem kartę odpowiedzi.
3. Zapoznaj się z zestawem zadań testowych.
4. Test zawiera 20 zadań. Do każdego zadania dołączone są 4 możliwości odpowiedzi. Tylko jedna jest prawidłowa.
5. Udzielaj odpowiedzi na załączonej karcie odpowiedzi, stawiając w odpowiedniej rubryce znak X. W przypadku pomyłki należy błędną odpowiedź zaznaczyć kółkiem, a następnie ponownie zakreślić odpowiedź prawidłową.
6. Pracuj samodzielnie, bo tylko wtedy będziesz miał satysfakcję z wykonanego zadania.
7. Jeśli udzielenie odpowiedzi będzie Ci sprawiało trudność, wtedy odłóż jego rozwiązanie na później i wróć do niego, gdy zostanie Ci wolny czas.
8. Na rozwiązanie testu masz 40 minut.

Powodzenia!

ZESTAW ZADAŃ TESTOWYCH

1. Do wykonywania analiz jakościowych techniką półmikro stosuje się następujący zestaw sprzętu
 - a) probówki cylindryczne, probówki stożkowe, płytki porcelanowe, wirówka, pipetki.
 - b) probówki cylindryczne, pipety wielomiarowe, zestaw do sączenia pod próżnią.
 - c) probówki cylindryczne, płytki Petriego, zestaw do sączenia.
 - d) kolby stożkowe, zestaw do sączenia, cylindry miarowe.
2. Przedstawione na zdjęciu urządzenie to
 - a) łaźnia wodna.
 - b) ultratermostat.
 - c) płytka Petriego.
 - d) wirówka laboratoryjna.
3. Zjawisko tzw. okluzji, czyli włączania się do osadu – podczas jego tworzenia – obcych substancji jest
 - a) korzystne, gdyż osad przybiera formę grubszych kryształów.
 - b) korzystne, gdyż przyspiesza proces krystalizacji.
 - c) niekorzystne, gdyż utrudnia sączenie osadu.
 - d) niekorzystne, gdyż zanieczyszcza osad.
4. Do osadu siarczku niklu(II) NiS dodano wody królewskiej, w wyniku czego otrzymano klarowny roztwór. Opisany proces to
 - a) kompleksowanie.
 - b) rozpuszczanie.
 - c) roztwarzanie.
 - d) klarowanie.



5. Siarczan(VI) wapnia jest osadem dość trudnorozpuszczalnym. Oznacza to, że można go przeprowadzić do roztworu działając
- dużą ilością wody destylowanej na małą ilość osadu.
 - tylko stężonymi kwasami mineralnymi.
 - tylko związkami kompleksującymi.
 - tylko wodą królewską.
6. Dodanie do klarownej cieczy nad osadem 1–2 kropli odczynnika wytrącającego ma na celu
- roztworzenie osadu w nadmiarze odczynnika.
 - stwierdzenie całkowitości strącenia osadu.
 - rozcieńczenie roztworu.
 - rozpuszczenie osadu.

7. Według danych producenta stały chlorek baru BaCl_2 ma następujący skład

Chlorek baru	min. 99 max. 102%
Metale ciężkie (jako ołów Pb)	max. 0,001%
Stront (Sr)	max. 0,5%
Wapń (Ca)	max. 0,05%
Żelazo (Fe)	max. 0,001%

Oznacza to, że oferowany odczynnik można zakwalifikować jako

- czysty.
 - czysty do analizy.
 - czysty chemicznie.
 - czysty spektralnie.
8. Jeżeli ditizon, często stosowany w analizie kationów odczynnik organiczny, reaguje z jonami Zn^{2+} , Pb^{2+} , Ag^+ to należy go zaklasyfikować jako odczynnik
- specyficzny.
 - selektywny.
 - maskujący.
 - grupowy.
9. Reakcją kompleksowania jest
- $\text{AgCl} + 2 \text{NH}_3 \rightleftharpoons [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$.
 - $\text{K}^+ + \text{HC}_4\text{H}_4\text{O}_6^- \rightarrow \text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \downarrow$.
 - $\text{Co}^{2+} + \text{Cl}^- + \text{OH}^- \rightarrow \text{Co}(\text{OH})\text{Cl} \downarrow$.
 - $\text{HgCl}_2 + 2\text{NH}_3 \rightarrow \text{HgNH}_2\text{Cl} \downarrow$.
10. Zapisana reakcja: $\text{Al}^{3+} + 3 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 + 3 \text{H}^+$ przedstawia proces hydrolizy soli
- mocnego kwasu i mocnej zasady.
 - słabego kwasu i mocnej zasady.
 - słabego kwasu i słabej zasady.
 - mocnego kwasu i słabej zasady.

11. Do czwartej grupy analitycznej kationów należą
- beryl, magnez, wapń, stront, bar i rad.
 - węgiel, krzem, german, cyna i ołów.
 - Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} i Ba^{2+} .
 - Ca^{2+} , Sr^{2+} i Ba^{2+} .
12. Podstawa rozdziału anionów na grupy analityczne to
- rozpuszczalność soli srebra i baru z anionami w rozcieńczonym HNO_3 .
 - wytrącanie osadu lub jego brak z jonami Ag^+ pochodzącymi z $AgNO_3$.
 - wytrącanie osadu lub jego brak z jonami Ba^{2+} pochodzącymi z $BaCl_2$.
 - wszystkie wyżej wymienione kryteria.
13. W środowisku kwasu solnego strąca się osady kationów
- tylko pierwszej grupy analitycznej.
 - pierwszej i drugiej grupy analitycznej.
 - tylko trzeciej grupy analitycznej.
 - tylko czwartej grupy analitycznej.
14. Związek chemiczny, zapisywany skrótowo jako AKT (amid kwasu tiooctowego), w wyniku hydrolizy tworzy
- tioalkohol.
 - siarkowodór.
 - kwas octowy.
 - amid kwasu octowego.
15. Podczas wstępnych badań soli **nie wykonuje się**
- badania odczynu soli rozpuszczonych w kwasie solnym.
 - badania odczynu soli rozpuszczonych w wodzie.
 - próba płomieniowej w płomieniu gazowym.
 - ocena wizualnej barwy roztworu soli.
16. W wodzie wodociągowej występują jony SO_4^{2-} . Jony te można strącić w postaci osadu stosując
- $BaCl_2$.
 - KNO_3 .
 - $NaOH$.
 - NH_4NO_3 .
17. Do wydzielenia z roztworu Na_2CO_3 dwutlenku węgla można użyć
- roztwór HCl .
 - roztwór $BaCl_2$.
 - roztwór $NaOH$.
 - roztwór $AgNO_3$.
18. Krople anyżowe zawierają w swym składzie chlorek amonu NH_4Cl . Obecność jonów chlorkowych w kroplach można stwierdzić na podstawie
- próby z $AgNO_3$.
 - próby płomieniowej.
 - oceny odczynu kropli.
 - oceny zapachu kropli.

19. Podczas sporządzania rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI) należy
- odmierzoną objętość kwasu powoli wlewać do naczynia z wodą, następnie całość zamieszać.
 - odmierzoną objętość kwasu wlewać do małej ilości wody, zamieszać i uzupełnić wodą do żądanej objętości.
 - do naczynia na roztwór kwasu wlać trochę wody, następnie odmierzoną objętość kwasu, uzupełnić wodą do żądanej objętości, zamieszać.
 - do naczynia na roztwór kwasu wlać odmierzoną objętość kwasu, a następnie całą ilość wody, zmieszać.
20. W karcie charakterystyki azotanu(V) srebra zawarte są następujące informacje

R: 34-50/53

Powoduje oparzenia. Bardzo toksyczny dla organizmów żyjących w wodzie, może powodować długotrwałe niekorzystne skutki dla środowiska wodnego.

S: 26-45-60-61

W przypadku kontaktu z oczami przemyć natychmiast dużą ilością wody i konsultować z lekarzem. W razie wystąpienia objawów zatrucia kontaktować się natychmiast z lekarzem.

Substancja musi być utylizowana jako odpad niebezpieczny. Unikać skażenia środowiska

Na podstawie tych informacji można stwierdzić, że właściwe były następujące czynności:

- słoik po stałym AgNO_3 został wmyty pod bieżącą wodą i przeznaczony do przechowywania innych substancji.
- słoik po stałym AgNO_3 został wmyty pod bieżącą wodą, przepłukany wodą destylowaną i przeznaczony do przechowywania innych substancji.
- słoik po stałym AgNO_3 został oddany firmie specjalizującej się w utylizowaniu niebezpiecznych substancji.
- do niepotrzebnego roztworu AgNO_3 dodano jako odczynnik strącający NaCl , a następnie roztwór wraz z osadem wylano do kanalizacji.

KARTA ODPOWIEDZI

Imię i nazwisko

Wykonywanie podstawowych analiz jakościowych

Zakreśl poprawną odpowiedź.

Nr zadania	Odpowiedź				Punkty
1	a	b	c	d	
2	a	b	c	d	
3	a	b	c	d	
4	a	b	c	d	
5	a	b	c	d	
6	a	b	c	d	
7	a	b	c	d	
8	a	b	c	d	
9	a	b	c	d	
10	a	b	c	d	
11	a	b	c	d	
12	a	b	c	d	
13	a	b	c	d	
14	a	b	c	d	
15	a	b	c	d	
16	a	b	c	d	
17	a	b	c	d	
18	a	b	c	d	
19	a	b	c	d	
20	a	b	c	d	
Razem:					

6. LITERATURA

1. Chodkowski J.: Słownik chemiczny. Wiedza Powszechna, Warszawa 1982
2. Klepaczko-Filipiak B., Sadlak E.: Badania chemiczne. Analiza jakościowa substancji WSiP, Warszawa 1998
3. Piękoś R. (red.): Chemiczna analiza jakościowa. Akademia Medyczna w Gdańsku, Gdańsk 2003
4. Rosołowski Sz.: Pracownia chemiczna. Analiza jakościowa. WSiP, Warszawa 1993
5. Słownik chemii analitycznej. WNT, Warszawa 1984

Strony internetowe

6. www.labobaza.pl
7. www.bioeko.pl
8. www.arm.gov.pl