

Analiza jakościowa. KATIONY część 2

Opracowanie: dr inż. Przemysław Krawczyk

Jakościowa analiza chemiczna badanej substancji polega na systematycznym oddzielnym wykrywaniu anionów i kationów. Przed przystąpieniem do analizy należy dokładnie zbadać i zanotować właściwości fizyczne badanej substancji: postać, barwę, zapach oraz odczyn roztworu.

Substancja, której skład mamy określić może być ciałem stałym, roztworem lub mieszaniną ciała stałego i roztworu. Jeżeli badana próba jest substancją stałą, należy ją w odpowiedni sposób rozdrobnić, co z kolei ułatwi jej rozpuszczenie. Przed wprowadzeniem substancji w postaci stałej do roztworu wykonujemy wiele prób na drodze suchej oraz na jej rozpuszczalność.

Badania na drodze suchej możemy wykonać przez obserwację badanej substancji podczas:

- a) ogrzewania w suchej probówce
- b) prażenia na węglu drzewnym w płomieniu dmuchawki
- c) stapiania z perłą boraksową lub fosforanową
- d) ogrzewaniu w płomieniu palnika na druciku platynowym.

Badając rozpuszczalność uwzględniamy następujące możliwości:

- a) rozpuszczalność w wodzie (zimnej i gorącej)
- b) rozpuszczalność w kwasach

Po przeprowadzeniu prób wstępnych przystępujemy do analizy substancji, przeprowadzając szereg reakcji charakterystycznych dla danego kationu bądź anionu.

Literatura zalecana:

Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna, T. 1-2, PWN W-wa, 2001.

Lipiec T., Szmal Z.S., Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, W-wa 1988.

Cel ćwiczenia:

Celem ćwiczenia jest wykonanie manualne przy użyciu odpowiedniego sprzętu laboratoryjnego i odczynników chemicznych oraz analiza reakcji charakterystycznych dla następujących kationów:

Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Ba^{2+} , Co^{3+} , Al^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+}

Sprzęt laboratoryjny: pipety, szkiełka zegarkowe, probówki, bagietka, lampka spirytusowa, łąpa metalowa

Odczynniki chemiczne: roztwory wodne jonów: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Ba^{2+} , Co^{3+} , Al^{3+} ; NaOH , Na_2HPO_4 , NH_3^{aq} , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, H_2SO_4 , KSCN , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Wykonanie:

Na szkiełkach zegarkowych lub w cienkich probówkach umieść po kropli analizowanego kationu, następnie, dodając po kropli odpowiedniego odczynnika, przeprowadź następujące reakcje :

1. Dla Fe^{2+} z:

- 2M NaOH, sprawdź rozpuszczalność w nadmiarze NaOH oraz w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl,
- 2M NH_3^{aq} , sprawdź rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, osad pozostaw na chwilę na powietrzu, celem przejścia wytrąconego osadu w błękit pruski
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- MnO_4^- w środowisku kwaśnym
- HPO_4^{2-} , zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- SO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- SCN^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- CO_3^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- 2M CH_3COOH
- Wodą jodową w obecności alkaliów
- stężonym HCl
- 2M HCl

2. Dla Fe^{3+} z:

- SCN^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- NaOH – zbadaj rozpuszczalność w 2 M HCl i w nadmiarze NaOH
- HPO_4^{2-} , zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl,
- NH_3^{aq} , sprawdź rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, osad pozostaw na chwilę na powietrzu
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- HPO_4^{2-} , zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- SO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- CO_3^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M NaOH
- MnO_4^- w środowisku kwaśnym
- Wodą jodową w obecności alkaliów
- stężonym HCl
- 2M HCl

3. Dla Mn^{2+} z:

- 2M NH_3^{aq} , sprawdź rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- NaOH – jeden osad pozostaw na powietrzu, a inne zbadaj rozpuszczalność w 2 M HCl oraz NH_3
- 2M NH_3 , sprawdź rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika

- Wodą jodową w obecności alkaliów
- Benzydyna: *kroplę roztworu zawierającego Mn^{2+} nanieść na czystą bibułę i dodać kroplę rozcieńczonego roztworu NaOH. Wytrącony osad $Mn(OH)_2$ w wyniku utleniania na powietrzu do $MnO(OH)_2$ plamka brunatnieje. Na koniec dodać kroplę roztworu benzydyny. W wyniku obecności $MnO(OH)_2$ pojawia się niebieskie zabarwienie, znikające po wysuszeniu bibuły*
UWAGA - podobną reakcję dają jony Co^{2+} i CrO_4^{2-} , które w mieszaninie można zamaskować dodając chlorku amonu
- HPO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- SO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- CO_3^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- $S_2O_3^{2-}$: zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- SCN^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- $[Fe(CN)_6]^{4-}$, osad pozostaw na chwilę na powietrzu, celem przejścia wytrąconego osadu w błękit pruski
- $[Fe(CN)_6]^{3-}$
- MnO_4^- w środowisku kwaśnym
- stężonym HCl
- 2M HCl

4. Dla Al^{3+} z:

- $NaOH$ – na jednej próbie daj niewielki nadmiar zasady i sprawdź rozpuszczalność w 2M HCl , na drugiej – duży nadmiar. Jeden osad bez nadmiaru delikatnie ogrzej
- Buforem amoniakalnym
- CH_3COO^- : reakcję przeprowadź w dwóch probówkach. Do jednej dodaj „zimnego” roztworu Al^{3+} i dodaj octanów. Do drugiej wprowadź badanej jony glinu, ogrzej prawie do wrzenia i następnie dodaj szybko octany. porównaj zawartość obu probówek
- 2M $NH_3^{*}aq$, sprawdź rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- HPO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- SO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- CO_3^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- $S_2O_3^{2-}$: zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- SCN^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- $[Fe(CN)_6]^{4-}$, zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M $NaOH$
- $[Fe(CN)_6]^{3-}$
- Aluminon – (uwaga reakcję może maskować obecność jonów żelaza(III), chromu, wapnia i miedzi) – *na szkiełko nanieść kroplę roztworu zawierającego jony Al^{3+} i dodać 3-4 krople aluminonu, następnie wkraplać 2M NH_3 – powstawanie czerwonych płatków świadczy o obecności jonów Al^{3+}*
- MnO_4^- w środowisku kwaśnym
- 2M CH_3COOH
- Wodą jodową w obecności alkaliów
- stężonym HCl
- 2M HCl

5. Ni^{2+}

- $NaOH$ – na jednej próbie daj niewielki nadmiar zasady i sprawdź rozpuszczalność w 2M HCl , na drugiej – duży nadmiar. Następnie dokonaj wytrącenia osadu bez dodawania nadmiaru $NaOH$ i zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M $NaOH$

- NH_3aq 2M – zbadaj rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- HPO_4^{2-} – zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- SO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- CO_3^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ – zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- SCN^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- Dimetyloglioksym – *na bibułę nanieść kroplę roztworu zawierającego jony niklu i na nią nanieść kroplę odczynnika. Pojawienie się malinowego zabarwienia świadczy o obecności Ni^{2+}*
- α -nitrozo- β -naftol *na szkiełko zegarkowe nanieść kroplę badanej próby zawierającej jony Ni^{2+} i dodać 3 – 4 krople odczynnika. Pojawienie brązowego osadu wskazuje na obecność jonów niklu*
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M NaOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- MnO_4^- w środowisku kwaśnym
- 2M CH_3COOH
- Wodą jodową w obecności alkaliów
- stężonym HCl
- 2M HCl

6. Dla Cr^{3+} z:

- NaOH – na jednej próbce daj niewielki nadmiar zasady i sprawdź rozpuszczalność w 2M HCl , na drugiej – duży nadmiar
- stężonym HCl
- HPO_4^{2-} – zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- SO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- CO_3^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ – zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- SCN^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- SCN^- – po wytrąceniu osadu rozcieńcz go wodą
- NH_3aq 2M – zbadaj rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- MnO_4^- w środowisku kwaśnym
- 2M CH_3COOH
- Wodą jodową w obecności alkaliów
- 2M HCl

7. Dla Zn^{2+} z:

- NaOH – zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- 2M $\text{NH}_3\text{*aq}$ – zbadaj rozpuszczalność powstałego osadu w nadmiarze odczynnika
- Z buforem amoniakalnym

- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH oraz w nadmiarze odczynnika
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- HPO_4^{2-} , zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- SO_4^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- CO_3^{2-} : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- SCN^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M NaOH
- MnO_4^- w środowisku kwaśnym
- 2M CH_3COOH
- Wodą jodową w obecności alkaliów
- stężonym HCl
- 2M HCl

Opracowanie wyników:

Uzupełnij raport

Zapisz równania przeprowadzonych reakcji nazwij substraty i produkty (opracowania dokonaj w tabeli)

Zapisz zaobserwowane zmiany zabarwienia reagentów używanych i powstałych podczas przeprowadzonych reakcji (opracowania dokonaj w tabeli)

Zapisz wnioski wypływające z przeprowadzonych doświadczeń

Zapisz schematycznie, za pomocą „drzewka” sposób rozdziału i identyfikacji badanych kationów