

## **Analiza jakościowa. ANIONY część 1**

Opracowanie: dr inż. Przemysław Krawczyk

### **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.  
Kocjan R., Chemia analityczna, PZWL, W – wa, 2000.

### **Pytania kontrolne:**

1. Na czym polega wykrywanie obok siebie jonów węglanowych i fosforanowych?
2. Napisz trzy reakcje charakterystyczne dla jonu  $\text{CN}^-$
3. Opisz wykrywanie jonu chromianowego obok dichromianu
4. Zaproponuj metodę umożliwiającą dokonanie rozdziału mieszaniny omawianych anionów

### **Cel ćwiczenia:**

Celem ćwiczenia jest wykonanie manualne przy użyciu odpowiedniego sprzętu laboratoryjnego i odczynników chemicznych oraz analiza reakcji charakterystycznych dla następujących kationów:  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , a także nabycie praktycznej umiejętności posługiwania się sprzętem laboratoryjnym i wykrywania anionów

**Sprzęt laboratoryjny:** pipety, szkiełka zegarkowe, probówki, bagietka, zlewki

**Odczynniki chemiczne:** roztwory wodne anionów:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ ,  $\text{NO}_2^-$  i  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ,  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NH}_3^{\text{aq}}$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , roztwory jonów kadmu II, żelaza III miedzi II, ołowiu II, rtęci II;  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{FeSO}_4$

### **Wykonanie:**

*Przeprowadź reakcje anionów z podanymi odczynnikami na szkiełkach zegarkowych. Zapisz równania zachodzących w przebiegu reakcji*

#### **1. Dla $\text{CO}_3^{2-}$ z:**

- Jonami magnezu w środowisku 2M amoniaku – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCl, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- Jonami magnezu bez tworzenia środowiska – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCl, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- Mocnym kwasem np.: solnym – zwróć uwagę na powstające gazy
- Jony srebra – jedną próbę pozostaw na chwilę na powietrzu bez badania rozpuszczalności, pozostałe – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M i stężonym: HCl, 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$
- Jony baru – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCl, 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$
- Z 2M  $\text{NH}_3$
- Z molibdenianem (VI) amonu: do próbówki należy pobrać ok. 2 ml mieszaniny molibdenowej (5% roztwór molibdenianu (VI) amonu zakwaszony kilkoma kroplami stężonego kwasu azotowego) i dodać kilka kropeł badanej próby.
- $\text{Pb}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCl, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Sr}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCl, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH

- $\text{Ca}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Mn}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Cd}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{3+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH

## 2. Dla $\text{PO}_4^{3-}$ z:

- Jonami magnezu w środowisku 2M amoniaku – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M NaOH
- Jonami magnezu bez tworzenia środowiska – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M NaOH
- Mocnym kwasem np.: solnym
- Jony srebra – jedną próbę pozostaw na chwilę na powietrzu bez badania rozpuszczalności, pozostałe – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M i stężonym: HCL, 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{HNO}_3$
- Jony baru – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL, 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$
- Z  $\text{NH}_3$
- Z molibdenianem (VI) amonu: *do próbówki należy pobrać ok. 2 ml mieszaniny molibdenowej (5% roztwór molibdenianu (VI) amonu zakwaszony kilkoma kroplami stężonego kwasu azotowego) i dodać kilka kropeł badanej próby. Pojawienie się żółtego zabarwienia, a przy większych stężeniach jonów fosforanowych (V) żółtego osadu, świadczy o obecności w próbce jonów  $\text{PO}_4^{3-}$*
- $\text{Pb}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Sr}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Ca}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Mn}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Cd}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{3+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH

## 3. Dla $\text{SiO}_3^{2-}$ z:

- Jonami magnezu w środowisku 2M amoniaku – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$
- Jonami magnezu bez tworzenia środowiska – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$
- Mocnym kwasem np.: solnym
- Jony srebra – jedną próbę pozostaw na chwilę na powietrzu bez badania rozpuszczalności, pozostałe – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M i stężonym: HCL, 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$
- Jony baru – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL, 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$
- Z  $\text{NH}_3$
- Z molibdenianem (VI) amonu: *do próbówki należy pobrać ok. 2 ml mieszaniny molibdenowej (5% roztwór molibdenianu (VI) amonu zakwaszony kilkoma kroplami stężonego kwasu azotowego) i dodać kilka kropeł badanej próby. Pojawienie się żółtego zabarwienia świadczy o obecności krzemianów w próbce*
- $\text{Pb}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Sr}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH

- $\text{Ca}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Mn}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Cd}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{3+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH

#### 4. Dla $\text{SO}_4^{2-}$ - z:

- Jonami srebra - sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami baru – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami ołowiu – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami strontu – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami wapnia – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Mocnym kwasem, np. stężonym HCL
- Z Benzydynam
- Rodizonianem sodu – *skrawek bibuły zwilżyć kroplą rodizonianu sodu i kroplą azotanu(V) baru. Na powstałą czerwoną plamkę nanieść kroplę badanego roztworu. W przypadku obecności jonów siarczanowych (VI) plamka się odbarwia*
- $\text{Mn}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Cd}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{3+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- $\text{Fe}^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M  $\text{NH}_3$ , 2M NaOH
- Z  $\text{NH}_3$
- Z molibdenianem (VI) amonu
- Jonami magnezu w środowisku 2M amoniaku – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$
- Jonami magnezu bez tworzenia środowiska – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ , 2M NaOH, 2M  $\text{NH}_3$

#### 5. Dla $\text{SO}_3^{2-}$ - z:

- Jonami srebra - sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami baru – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami ołowiu – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami strontu – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Jonami wapnia – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $\text{NH}_3$ , 2M  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 2M  $\text{HNO}_3$ ,
- Z  $\text{KMnO}_4$ - reakcja redox
- Z  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  - reakcja redox
- Mocnymi kwasami np.: kwas solny – *perlenie się roztworu. Wydzielający się  $\text{SO}_2$  można zidentyfikować na podstawie charakterystycznego zapachu*
- Z Benzydynam
- Rodizonianem sodu – *skrawek bibuły zwilżyć kroplą rodizonianu sodu i kroplą azotanu(V) baru. Na powstałą czerwoną plamkę nanieść kroplę badanego roztworu.*

- $Mn^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- $Cd^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- $Fe^{3+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- $Fe^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- Z  $NH_3$
- Z molibdenianem (VI) amonu
- Jonami magnezu w środowisku 2M amoniaku – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M NaOH, 2M  $NH_3$
- Jonami magnezu bez tworzenia środowiska – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M NaOH, 2M  $NH_3$

#### 6. Dla $C_2O_4^{2-}$ z:

- Jonami srebra - sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $NH_3$ , 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ ,
- Jonami baru – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $NH_3$ , 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ ,
- Jonami ołowiu – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $NH_3$ , 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ ,
- Jonami strontu – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $NH_3$ , 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ ,
- Jonami wapnia – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w 2M HCL oraz 2M NaOH i 2M  $NH_3$ , 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ ,
- Jonami manganowymi (VII) w obecności kwasu siarkowego (VI) – podwyższona temperatura przyspiesza reakcję
- Z Benzydynam
- Rodizonianem sodu – *skrawek bibuły zwilżyć kroplą rodizonianu sodu i kroplą azotanu(V) baru. Na powstałą czerwoną plamkę nanieść kroplę badanego roztworu.*
- $Co^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- $Cd^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- $Fe^{3+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- $Fe^{2+}$  – sprawdź rozpuszczalność osadu w HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M  $NH_3$ , 2M NaOH
- Z  $NH_3$
- Z molibdenianem (VI) amonu
- Jonami magnezu w środowisku 2M amoniaku – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M NaOH, 2M  $NH_3$
- Jonami magnezu bez tworzenia środowiska – sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu z nadmiarem amoniaku, z 2M HCL, 2M  $CH_3COOH$ , 2M  $HNO_3$ , 2M NaOH, 2M  $NH_3$

#### Opracowanie wyników:

Uzupełnij raport

Zapisz równania przeprowadzonych reakcji nazwij substraty i produkty

Zapisz zaobserwowane zamiany 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 anionów I i II grupy analitycznej