

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., Szmaj Z.S., Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, W-wa 1988.

Pytania kontrolne:

1. Napisz jakie kationy należą do IV i V grupy analitycznej. Co jest podstawą podziału tych kationów na grupy?
2. Zapisz równania reakcji grupowych z wybranymi przedstawicielami grupy IV i V (trzy reakcje)
3. Zapisz po trzy równania reakcji charakterystycznych dla następujących kationów:
 Ba^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+}
4. Podaj rozpuszczalność osadów powstałych podczas wyżej wymienionych reakcji
5. Dokonaj rozdziału mieszaniny kationów omawianych grup za pomocą „drzewka”
6. Zaproponuj praktyczną metodę rozdziału mieszaniny kationów IV i V grupy
7. Opisz przebieg analizy V grupy kationów

Cel ćwiczenia:

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

Ba^{2+} , Sr^{3+} , Ca^{2+} , K^+ , Mg^{2+} , NH_4^{3+}

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

Odczynniki chemiczne: roztwory wodne jonów: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Ba^{2+} , Co^{3+} , Al^{3+} ; NaOH, Na_2HPO_4 , $NH_3^{*}aq$, $(NH_4)_2S$, $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_2Cr_2O_7$, H_2SO_4 , KSCN, $Na_2S_2O_3$

Wykonanie:

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

1. Dla Ca^{2+} z:

- CO_3^{2-} - w środowisku buforu amonowego- zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- NaOH - zbadaj rozpuszczalność w 2 M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH oraz w wodzie
- **Rodizonian sodu:** na skrawku bibuły filtracyjnej umieść kroplę badanego kationu, dodaj kroplę rodizonianu sodu a następnie kroplę 1M NaOH. O obecności jonów Ca^{2+} świadczy obecność fioletowej otoczki. Sprawdź następnie rozpuszczalność w 2M HCl
- HPO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- SO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
- F^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CH_3COO^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CrO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ - 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- 2M NH_3aq
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- wykonaj **próbę płomieniową**

2. Dla Sr^{2+}

- CO_3^{2-} - w środowisku buforu amonowego- zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- NaOH - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH oraz w wodzie
- **Rodizonian sodu:** na szkiełku zegarkowym umieść kroplę badanego kationu i dodaj kroplę rodizonianu sodu. O obecności jonów Sr^{2+} świadczy obecność czerwono-brunatnego osadu. Sprawdź następnie rozpuszczalność w 2M HCl
- HPO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- SO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
- F^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CrO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ - 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CH_3COO^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- 2M NH_3aq
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- wykonaj **próbę płomieniową**

3. Dla Ba^{2+} z:

- CO_3^{2-} - w środowisku buforu amonowego- zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- NaOH - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH oraz w wodzie
- **Rodizonian sodu**: na szkiełku zegarkowym umieść kroplę badanego kationu i dodaj kroplę rodizonianu sodu. Sprawdź czy powstaje charakterystyczny osad, a dokonaj analizy jego rozpuszczalności w 2M HCl
- HPO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- SO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
- F^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CrO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ - 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CH_3COO^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- 2M $\text{NH}_3 \cdot \text{aq}$
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- wykonaj **próbę płomieniową**

4. Dla Mg^{2+} z:

- NaOH - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- **Magnezon** – 3 krople badanego roztworu umieść na szkiełku zegarkowym a następnie dodaj 1 – 2 krople roztworu magnezonu i zneutralizować 2 kroplami 0,1M NaOH. W obecności jonów magnezu wytrąca się niebieski osad lub pojawia się niebieskie zabarwienie roztworu
- HPO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CO_3^{2-} - w środowisku buforu amonowego- zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{NH}_3 \cdot \text{aq}$ - zbadaj rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CrO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ - 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- SO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CH_3COO^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M NaOH
- F^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- wykonaj **próbę płomieniową**

5. Dla K^+

- NaOH zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- **Reakcja Carnota** – z tiosiarczanobizmutynem sodowym (!reakcję wykonać w probówce!)
Do 1 kropli 0,5M Bi(NO₃)₃ dodać 3 krople 0,5M Na₂S₂O₃, w wyniku czego powstaje tiosiarczanobizmutyn sodowy. Następnie dodać około 3 ml czystego etanolu (jeżeli roztwór zmętnieje, dodać parę kropel wody). Do alkoholowego roztworu tiosiarczanobizmutynu sodowego dodać po ściance probówki parę kropel badanego roztworu. Jeżeli jon K^+ jest obecny, to w miejscu zetknięcia się płynów wytrąca się żółty osad nierozpuszczalnego w etanolu tiosiarczanobizmutynu potasowego
- HPO₄²⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- CO₃²⁻ w środowisku buforu amonowego- zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH NH₃aq – zbadaj rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- C₂O₄²⁻ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- CrO₄²⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- Cr₂O₇²⁻ 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- SO₄²⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- CH₃COO⁻ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- [Fe(CN)₆]⁴⁻
- [Fe(CN)₆]³⁻
- Br⁻: zbadaj rozpuszczalność w 2M CH₃COOH, 2M NH₃, 2M HCl, 2M HNO₃, 2M NaOH
- I⁻: zbadaj rozpuszczalność w 2M CH₃COOH, 2M NH₃, 2M HCl, 2M HNO₃, 2M NaOH
- F⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- 2M NH₃*aq
- wykonaj **próbę płomieniową**

6. Dla NH_4^+

- NaOH - *dodaj do kilku kropel badanej próby kilka kropel NaOH i delikatnie ogrzewaj. Zwróć uwagę na powstający charakterystyczny zapach*
- HPO₄²⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- CO₃²⁻ w środowisku buforu amonowego- zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- NH₃aq – zbadaj rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- C₂O₄²⁻ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- CrO₄²⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- Cr₂O₇²⁻ 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- SO₄²⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- CH₃COO⁻ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- [Fe(CN)₆]⁴⁻
- [Fe(CN)₆]³⁻
- Br⁻: zbadaj rozpuszczalność w 2M CH₃COOH, 2M NH₃, 2M HCl, 2M HNO₃, 2M NaOH
- I⁻: zbadaj rozpuszczalność w 2M CH₃COOH, 2M NH₃, 2M HCl, 2M HNO₃, 2M NaOH
- F⁻ zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl, 2M HNO₃, 2M H₂SO₄ oraz 2M CH₃COOH
- wykonaj **próbę płomieniową**

7. Dla Na^+

- NaOH - dodaj do kilku kropel badanej próby kilka kropel NaOH i delikatnie ogrzewaj. Zwróć uwagę na powstający charakterystyczny zapach
- HPO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CO_3^{2-} - w środowisku buforu amonowego- zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- NH_3aq - zbadaj rozpuszczalność w nadmiarze odczynnika
- $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CrO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ - 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- SO_4^{2-} - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- CH_3COO^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
- $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
- Br^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M NaOH
- I^- : zbadaj rozpuszczalność w 2M CH_3COOH , 2M NH_3 , 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M NaOH
- F^- - zbadaj rozpuszczalność w 2M HCl , 2M HNO_3 , 2M H_2SO_4 oraz 2M CH_3COOH
- 2M NH_3^*aq

wykonaj **próbę płomieniową**

Opracowanie wyników:

Uzupełnij raport

Zapisz równania przeprowadzonych reakcji nazwij substraty i produkty 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