

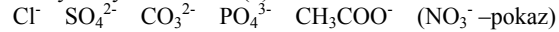
ZAJĘCIA LABORATORYJNE Z PRZEDMIOTU CHEMIA ANALITYCZNA DLA VI LO

analiza jakościowa

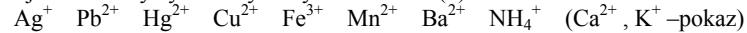
opracowanie: dr inż. Jan Lamkiewicz

Laboratorium 1

Reakcje charakterystyczne wybranych anionów (5):



Reakcje charakterystyczne wybranych kationów (8)



Laboratorium 2

Wykrywanie anionów i kationów i jednej soli

Próbka będzie zawierała od jednego do dwóch anionów i/lub kationów. Natomiast wykrywanie soli będzie polegało na identyfikacji anionu i kationu. Wszystkie możliwe sole, które zostaną wykorzystane podczas analizy zamieszczono poniżej.

	Ag^+	Pb^{2+}	Hg^{2+}	Cu^{2+}	Fe^{3+}	Mn^{2+}	Ba^{2+}	NH_4^+
Cl^-	√	√	x	√	√	√	√	√
SO_4^{2-}	√	√	√	√	√	√	x	√
CO_3^{2-}	√	√	√	√	√	√	√	√
PO_4^{3-}	√	√	√	√	√	√	√	√
CH_3COO^-	√	√	√	√	√	√	√	√

SPRZĘT

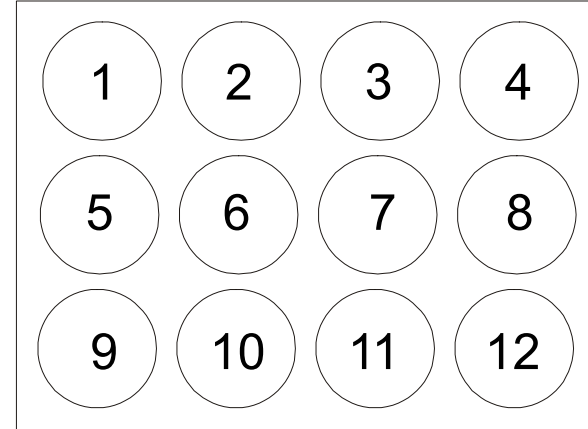
Nazwa	Liczba sztuk
Płytki porcelanowa	1
Płytki szklana	1
Probówka duża (20 ml)	1
Probówka mała (5 ml)	1
Szkiełko zegarkowe	1
Bibuła (3x5 cm)	nieograniczona
Zlewka (100 ml)	1 na parę
Pipetki	2

Odczynniki:

2M $\text{NH}_3 \cdot \text{aq}$ (8 butelek)	2M NaOH (8 butelek)
2M HNO_3 (8 butelek)	$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (8 butelek)
I ⁻ (8 butelek)	CrO_4^{2-} (8 butelek)
SCN^- (8 butelek)	Odczynnik Nesslera (8 butelek)
2M H_2SO_4	Mieszanina molibdenowa (MM) (8 butelek)

Sprzęt laboratoryjny:

1. Płytki porcelanowa, której celki zostały oznaczone wg. poniższego schematu



2. pipety
3. szkiełko zegarkowe

Próby wstępne

1. ustalenie odczynu roztworu (pH)

Probówkę delikatnie pochylić, a następnie znużyć papierek uniwersalny w roztworze, na skali pH odczytać wartość.

Cl^-	SO_4^{2-}	CO_3^{2-}	PO_4^{3-}	CH_3COO^-	Ag^+	Pb^{2+}	Hg^{2+}	Cu^{2+}	Fe^{3+}	Mn^{2+}	Ba^{2+}	NH_4^+
O	O	Z	Z	O	K	K	K	K	K	K	K	O

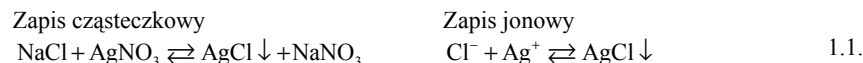
K – odczyn kwaśny (pH<7), Z – odczyn zasadowy (pH>7), O – odczyn obojętny (pH>7)

Po wykonaniu wszystkich reakcji naczynia laboratoryjne umyć w wodzie bieżącej i opłukać w destylowanej

1. Wykrywanie jonów chlorkowych, Cl⁻Strącanie:

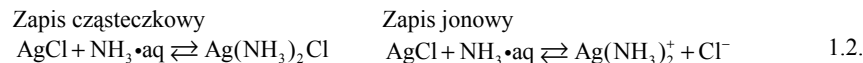
Do celki nr1 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów Cl⁻, a następnie dodać 2 krople roztworu Ag⁺.

Obserwacje: wytrąca się biały osad AgCl.

Reakcja:Rozpuszczanie: osadu AgCl

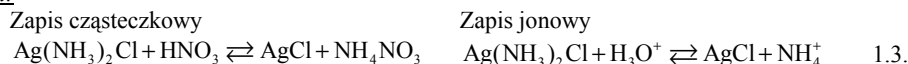
Z celki nr 1 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała niewielka ilość osadu AgCl, a następnie dodać kilka (5-10 krople) wodnego roztworu NH₃·aq.

Obserwacje: biały osad AgCl rozpuszcza się.

Reakcja:Reakcje uzupełniające: ponowne wytrącanie AgCl

Z celki nr 1 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała 1/2 objętości celki, a następnie dodać kilka (5-10 krople) 2M roztworu HNO₃.

Obserwacje: wytrąca się biały osad AgCl.

Reakcja:Wnioski:

Jeżeli powstaje biały osad rozpuszczalny w wodnym rozt. NH₃, z którego po dodaniu kwasu wytrąca się ponownie biały osad, to obecność Cl⁻ w próbce zostaje potwierdzona, niespełnienie któregośkolwiek z warunków świadczy o nieobecności jonów chlorkowych.

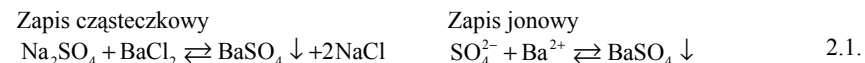
UWAGI:

Podczas rozpuszczania osadu jego ilość musi być wielokrotnie mniejsza niż ilość użytego rozpuszczalnika. Niedotrzymanie tego warunku może przyczynić się do błędnego zidentyfikowania analizowanego anionu.

2. Wykrywanie jonów siarczanowych(VI), SO₄²⁻Strącanie:

do celki nr 2 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów SO₄²⁻, a następnie dodać 2 krople roztworu Ba²⁺.

Obserwacje: wytrąca się biały osad BaSO₄.

Reakcja:Rozpuszczanie: osadu BaSO₄

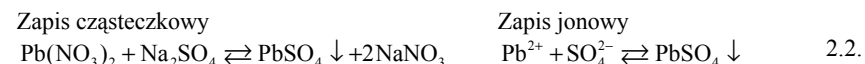
Z celki nr 2 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała 1/2 objętości celki, a następnie dodać kilka (5-10 krople) 2M roztworu HNO₃.

Obserwacje: biały osad BaSO₄ nie rozpuszcza się

Reakcje uzupełniające: strącanie PbSO₄

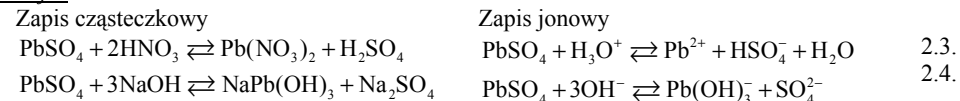
Do cełek nr 3 i 4 pytki porcelanowej wklepić po 1-2 krople roztworu jonów SO₄²⁻ następnie dodać do każdej 1-2 krople rozt. Pb²⁺.

Obserwacje: wytrąca się biały osad PbSO₄.

Reakcja:Rozpuszczanie: osadu PbSO₄

- a) do celki nr 3 pytki porcelanowej wklepić 5-10 krople 2M roztworu HNO₃
b) do celki nr 4 pytki porcelanowej wklepić 5-10 krople 2M roztworu NaOH

Obserwacje: osad PbSO₄ rozpuszcza się zarówno w HNO₃ i NaOH

Reakcja:Wnioski:

Jeżeli powstaje biały osad BaSO₄ nierozpuszczalny w 2M HNO₃, to wskazuje na obecność jonów SO₄²⁻, jednak ich obecność należy potwierdzić dodatkowo poprzez wytrącenie osadu PbSO₄, który powinien rozpuszczać się zarówno w kwasie jak i zasadzie. Spełnienie wszystkich warunków prowadzi do identyfikacji jonu SO₄²⁻.

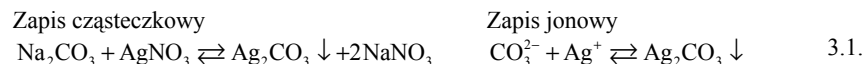
UWAGI:

Strącenie tylko osadu BaSO₄ nie jest jednoznaczne z identyfikacją jonów SO₄²⁻, należy koniecznie wykonać reakcje uzupełniające.

3. Wykrywanie jonów węglanowych(IV), CO₃²⁻Strącanie:

Do celki nr 5 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów CO₃²⁻, a następnie dodać 2 krople roztworu Ag⁺.

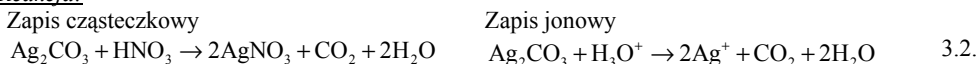
Obserwacje: wytrąca się biały lub jasnożółty osad Ag₂CO₃.

Reakcja:

Rozpuszczanie: osadu Ag₂CO₃

Z celki nr 5 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała niewielka ilość osadu Ag₂CO₃, a następnie dodać kilka (5-10 krople) 2M roztworu HNO₃.

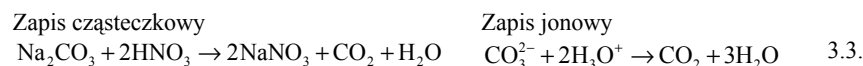
Obserwacje: biały osad Ag₂CO₃ rozpuszcza się z wydzieleniem pęcherzyków gazu, CO₂.

Reakcja:

Reakcje uzupełniające: rozpad jonów CO₃²⁻

Do małej probówki nalać kilkanaście krople roztworu CO₃²⁻, a następnie dodać kilka (5-10 krople) 2M roztworu HNO₃.

Obserwacje: wydzielają się pęcherzyki gazu, CO₂.

Reakcja:Wnioski:

Jeżeli powstaje biały lub jasnożółty osad rozpuszczalny w 2M HNO₃ z wydzieleniem pęcherzyków gazu (potwierdzone także w probówce), to obecność CO₃²⁻ w próbce zostaje potwierdzona.

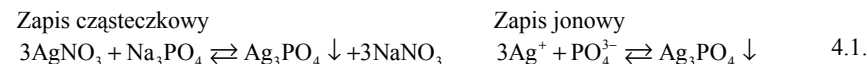
UWAGI:

Wydzielenie pęcherzyków CO₂ powinno być intensywne (podobne do zjawiska obserwowanego podczas otwierania butelki z wodą gazowaną).

4. Wykrywanie jonów fosforanowych(V), PO₄³⁻Strącanie:

Do celki nr 6 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów PO₄³⁻, a następnie dodać 2 krople roztworu Ag⁺.

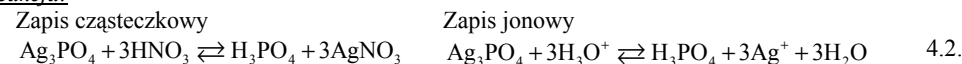
Obserwacje: wytrąca się żółty osad Ag₃PO₄.

Reakcja:

Rozpuszczanie: osadu Ag₃PO₄

Z celki nr 6 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała niewielka ilość osadu Ag₃PO₄, a następnie dodać kilka (5-10 krople) 2M roztworu HNO₃.

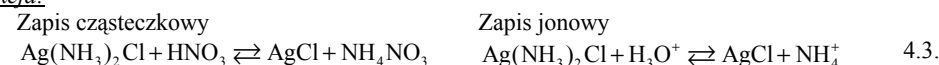
Obserwacje: żółty osad Ag₃PO₄ rozpuszcza się.

Reakcja:

Reakcje uzupełniające: z molibdenianem(VI) amonu

Do celki nr 7 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów PO₄³⁻, a następnie dodać 2-3 krople roztworu mieszaniny molibdenowej.

Obserwacje: pojawia się żółte zabarwienie roztworu lub żółty osad

Reakcja:Wnioski:

Jeżeli powstaje żółty osad rozpuszczalny w 2M HNO₃, to obecność Cl⁻ w próbce zostaje potwierdzona.

UWAGI:

brak

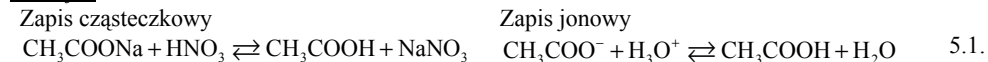
5. Wykrywanie jonów octanowych, CH_3COO^-

Wypieranie:

Na szkiełko zegarkowe wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów CH_3COO^- , a następnie dodać 2-10 krople 2M roztworu HNO_3 .

Obserwacje: wydziela się charakterystyczna woń kwasu octowego

Reakcja:

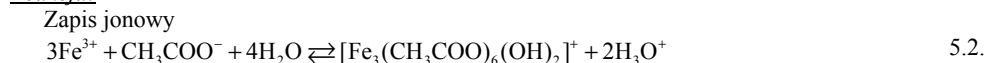


Reakcje uzupełniające: z jonami Fe^{3+}

Do celki nr 8 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów Fe^{3+} , a następnie dodać 2-3 krople roztworu jonów CH_3COO^- .

Obserwacje: roztwór zabarwia się na kolor czerwono-brunatny

Reakcja:



Wnioski:

Charakterystyczny zapach octu wskazuje na obecność jonów octanowych w badanej próbce

UWAGI:

Wskazane jest lekkie podgrzanie szkiełka zegarkowego (poprzez potarcie o dłoń) w celu zintensyfikowania zapachu.

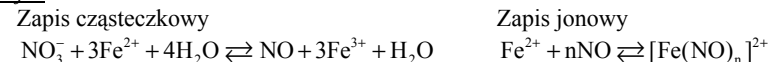
6. Wykrywanie jonów azotanowych(V), NO_3^- (pokaz)

Otrzymywanie:

Do małej probówki wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów NO_3^- , dodać ok. 1 cm^3 stężonego H_2SO_4 i całość szybko schłodzić pod bieżącą wodą. Następnie po ściągnięciu probówki dodać 2-10 krople roztworu jonów Fe^{2+} i delikatnie wstrząsnąć.

Obserwacje: na granicy faz powstaje czarna obrączka

Reakcja:



Wnioski:

Pojawienie się wyraźnej czarnej obrączki potwierdza obecność jonów NO_3^- w próbce.

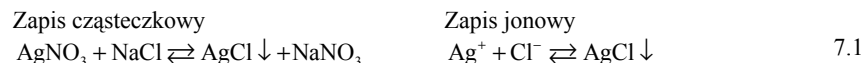
UWAGI:

Wykrywanie jonów NO_3^- należy wykonać jako pierwszą reakcję przed innymi. Przy wykonywaniu tego ćwiczenia należy zachować szczególną ostrożność ze względu na użycie stężonego kwasu siarkowego(VI) oraz na ogrzewanie się probówki.

7. Wykrywanie jonów srebra, Ag⁺Strącanie:

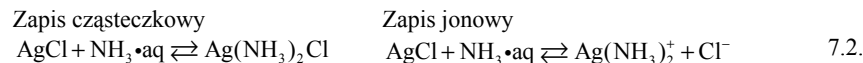
Do celki nr 9 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów Ag⁺ a następnie dodać 2 krople roztworu Cl⁻.

Obserwacje: wytrąca się biały osad AgCl.

Reakcja:Rozpuszczanie: osadu AgCl

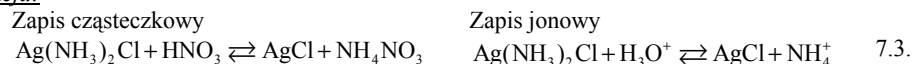
Z celki nr 9 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała niewielka ilość osadu AgCl, a następnie dodać kilka (5-10 krople) wodnego roztworu NH₃ · aq.

Obserwacje: biały osad AgCl rozpuszcza się.

Reakcja:Reakcje uzupełniające: ponowne wytrącanie AgCl

Z celki nr 9 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała 1/2 objętości celki, a następnie dodać kilka (5-10 krople) 2M roztworu HNO₃.

Obserwacje: wytrąca się biały osad AgCl.

Reakcja:Wnioski:

Jeżeli powstaje biały osad rozpuszczalny w wodnym rozt. NH₃, z którego po dodaniu kwasu wytrąca się ponownie biały osad, to obecność Ag⁺ w próbce zostaje potwierdzona, niespełnienie któregokolwiek z warunków świadczy o nieobecności jonów chlorkowych.

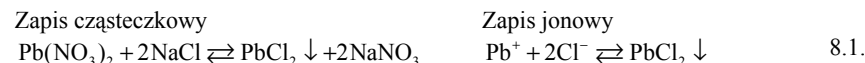
UWAGI:

Podczas rozpuszczania osadu jego ilość musi być wielokrotnie mniejsza niż ilość użytego rozpuszczalnika. Niedotrzymanie tego warunku może przyczynić się do błędnego zidentyfikowania analizowanego anionu.

8. Wykrywanie jonów ołowiu(II), Pb²⁺Strącanie:

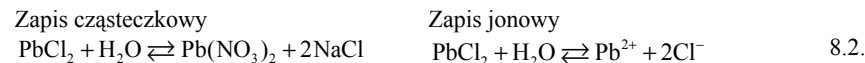
Do celki nr 10 pytki porcelanowej wklepić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów, Pb²⁺ a następnie dodać 2 krople roztworu Cl⁻.

Obserwacje: wytrąca się biały osad PbCl₂.

Reakcja:Rozpuszczanie: osadu PbCl₂

Z celki nr 10 pytki porcelanowej za pomocą pipetki pobrać niewielką ilość osadu PbCl₂ i przenieść do probówki, a następnie dodać (ok. 5-10 cm³) H₂O i podgrzać na łaźni wodnej

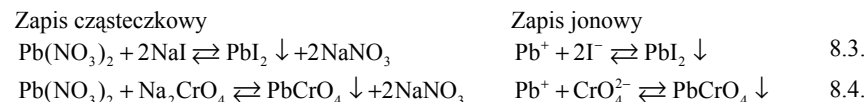
Obserwacje: biały osad PbCl₂ rozpuszcza się.

Reakcja:Reakcje uzupełniające: wytrącanie PbI₂ i PbCrO₄

Na niewielki (3x5cm) kawałek bibuły za pomocą pipetki nanieść 1 kroplę gorącego roztworu PbCl₂ następnie dodać 1 kroplę jonów I⁻.

Na kolejny niewielki (3x5cm) kawałek bibuły za pomocą pipetki nanieść 1 kroplę gorącego roztworu PbCl₂, następnie dodać 1 kroplę jonów CrO₄²⁻.

Obserwacje: bibuła zabarwia się na kolor żółty

Reakcja:Wnioski:

Jeżeli powstaje biały osad rozpuszczalny w gorącej wodzie oraz bibuła zabarwia się na kolor żółty to obecność jonów Pb²⁺ zostaje potwierdzona.

UWAGI:

Podczas rozpuszczania osadu jego ilość musi być wielokrotnie mniejsza niż ilość użytego rozpuszczalnika. Niedotrzymanie tego warunku może przyczynić się do błędnego zidentyfikowania analizowanego anionu.

9. Wykrywanie jonów rtęci(II), Hg²⁺

Strącanie:

Na niewielki (3x5cm) kawałek bibuły za pomocą pipetki nanieść 1 kroplę roztworu Hg²⁺, następnie dodać 1 kroplę jonów I.

Obserwacje: bibuła zabarwia się na kolor pomarańczowy.

Reakcja:

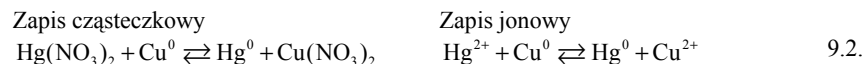


Utlenianie: Hg²⁺

Na miedzianą monetę (1gr, 2gr, 5gr) nanieść za pomocą pipetki 1 kroplę roztworu Hg²⁺, następnie oplukać pod bieżącą wodą i przetrzeć suchą szmatką.

Obserwacje: na monecie pojawia się srebrzysty nalot

Reakcja:



Wnioski:

Jeżeli na bibule powstaje żółto-czerwone zabarwienie, a na monecie srebrzysty nalot, to obecność jonów rtęci(II) zostaje potwierdzona.

UWAGI:

Po wykonaniu ćwiczenia monetę należy wyrzucić do specjalnego pojemnika (zlewki).

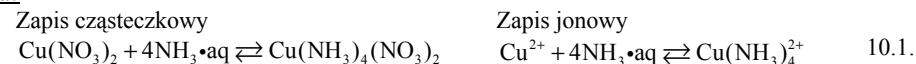
10. Wykrywanie jonów miedzi(II), Cu²⁺

Strącanie:

Na niewielki (3x5cm) kawałek bibuły za pomocą pipetki nanieść 1 kroplę roztworu Cu²⁺, następnie umieścić ją w oparach stężonego amoniaku.

Obserwacje: bibuła zabarwia się na kolor ciemnoniebieski.

Reakcja:

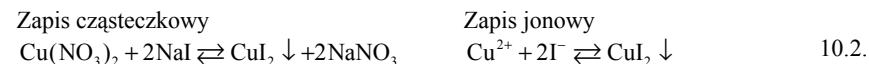


Strącanie: CuI₂

Na niewielki (3x5cm) kawałek bibuły za pomocą pipetki nanieść 1 kroplę roztworu Cu²⁺, następnie dodać 1 kroplę jonów I.

Obserwacje: bibuła zabarwia się na kolor czarny.

Reakcja:



Wnioski:

Jeżeli na bibule powstaje ciemnoniebieskie, a w przypadku przeprowadzenia drugiej reakcji (10.2) czarne, to obecność jonów miedzi(II) zostaje potwierdzona.

UWAGI:

Pary stężonego amoniaku są drażniące, dlatego należy użyć okularów ochronnych oraz sprawdzić, czy dygestorium jest włączone.

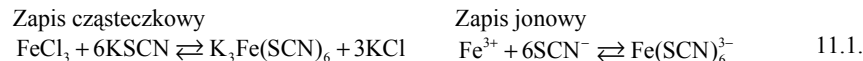
11. Wykrywanie jonów żelaza(III), Fe³⁺

Strącanie:

Na niewielki (3x5cm) kawałek bibuły za pomocą pipetki nanieść 1 kroplę roztworu Fe³⁺, następnie dodać 1 kroplę jonów SCN⁻.

Obserwacje: bibuła zabarwia się na kolor krwistoczerwony lub brązowy

Reakcja:



Wnioski:

Jeżeli na bibule powstaje krwistoczerwone zabarwienie, to obecność jonów żelaza(III) zostaje potwierdzona.

UWAGI:

Wykrywanie jonów Fe³⁺ można także przeprowadzić w niewielkiej probówce.

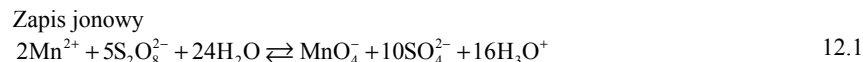
12. Wykrywanie jonów manganu(II), Mn²⁺

Strącanie:

Do probówki nasypać kilkadziesiąt kryształków (NH₄)₂S₂O₈, wkropić (20-30 kropli) 2M H₂SO₄ oraz 1-2 krople jonów Ag⁺ (w razie potrzeby uzupełnić probówkę wodą destylowaną do 1/2 objętości). Probówkę ogrzewać na łaźni wodnej przez ok. 2-3 minuty. Następnie dodać 2-3 krople roztworu jonów Mn²⁺.

Obserwacje: roztwór początkowo zabarwia się na kolor różowy, który następnie przechodzi w brunatny.

Reakcja:



Wnioski:

Jeżeli obserwuje się różowe zabarwienie roztworu przechodzące w brunatne to obecność jonów Mn²⁺ zostaje potwierdzona

UWAGI:

brak

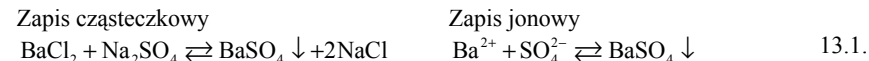
13. Wykrywanie jonów baru(II), Ba²⁺

Strącanie:

Do celki nr 11 pytki porcelanowej wkropić niewielką ilość (2-3 krople) roztworu jonów Ba²⁺, a następnie dodać 2 krople roztworu SO₄²⁻

Obserwacje: wytrąca się biały osad BaSO₄.

Reakcja:



Rozpuszczanie: osadu BaSO₄

Z celki nr 11 pytki porcelanowej za pomocą pipetki odessać roztwór w taki sposób, aby pozostała 1/2 objętości celki, a następnie dodać kilka (5-10 krople) 2M roztworu HNO₃.

Obserwacje: biały osad BaSO₄ nie rozpuszcza się

Wnioski:

Jeżeli powstaje biały osad BaSO₄ nierozpuszczalny w 2M HNO₃ wskazuje na obecność jonów Ba²⁺.

UWAGI:

brak

18. Identyfikacja soli w nieznanach próbkach

































































- 1). Wykonanie prób wstępnych
- 2). Przeprowadzenie reakcji od 1.1. do 5.2.
- 3). Przeprowadzenie reakcji od 7.1. do 14.2.
- 3). Wypełnienie kontrolki

Przykład:

1. **Obserwacja:** próba bezbarwna z białym osadem
Wniosek: mogą być jony: Ag^+ Pb^{2+} Hg^{2+} Mn^{2+} Ba^{2+} NH_4^+ Cl^- SO_4^{2-} CO_3^{2-} CH_3COO^-
2. **Obserwacja:** odczyn kwaśny
Wniosek: mogą być jony: Ag^+ Pb^{2+} Hg^{2+} Mn^{2+} Ba^{2+} NH_4^+ Cl^- SO_4^{2-} CH_3COO^-
3. **Obserwacja:** po dodaniu 2M HNO_3 próba rozpuszcza się, bez zapachu
Wniosek: mogą być jony: Ag^+ Pb^{2+} Hg^{2+} Mn^{2+} NH_4^+ Cl^- SO_4^{2-}
4. **Obserwacja:** po dodaniu 2M NaOH próba bez zmian
Wniosek: mogą być jony: Pb^{2+} Mn^{2+} Cl^- SO_4^{2-}
5. **Obserwacja:** po dodaniu I^- powstaje żółty osad
Wniosek: jony Pb^{2+} obecne w próbce
6. **Obserwacja:** po dodaniu Ba^{2+} próba bez zmian
Wniosek: brak jonów SO_4^{2-}
7. **Obserwacja:** po wykonaniu reakcji 12.1. roztwór nie zabarwia się na kolor różowy
Wniosek: brak jonów Mn^{2+}
8. **Obserwacja:** po dodaniu Ag^+ powstaje biały osad rozpuszczalny w $\text{NH}_3 \cdot \text{aq}$
Wniosek: mogą być jony: Cl^-

Podsumowanie: badana próba zawiera jony Pb^{2+} oraz Cl^-

Barwy osadów powstałych bezpośrednio po zmieszaniu danego kationu i anionu

	Ag^+	Pb^{2+}	Hg^{2+}	Cu^{2+}	Fe^{3+}	Mn^{2+}	Ca^{2+}	Ba^{2+}	Mg^{2+}		
OH^-										 - biały	 - błękitny
CO_3^{2-}										 - jasnożółty	 - granatowy
PO_4^{3-}										 - żółty	 - czarny
SO_4^{2-}										 - czerwono-brązowy	 - ceglastoczerwony
Cl^-										 - brunatny	 - turkusowy
CH_3COO^-											

Bydgoszcz, dnia.....

\Imię i nazwisko\

KONTROLKA Z ĆWICZENIA nr 1

Wykrywanie anionów

Właściwości fizyczne próby nr.....:

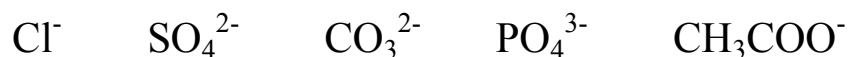
barwa:.....

osad:.....

pH:.....

Wykonane reakcje

Nr reakcji	Wynik (Tak/Nie)	Nr reakcji	Wynik (Tak/Nie)
1.1		3.2	
1.2		3.3	
1.3		4.1	
2.1		4.2	
2.2		4.3	
2.3		5.1	
2.4		5.2	
3.1			

W otrzymanej próbie zostały wykryte następujące jony (**właściwe otoczyć obwódka**):

Bydgoszcz, dnia.....

\Imię i nazwisko\

KONTROLKA Z ĆWICZENIA nr 2

Wykrywanie kationów

Właściwości fizyczne próby nr.....:

barwa:.....

osad:.....

pH:.....

Wykonane reakcje

Nr reakcji	Wynik (Tak/Nie)	Nr reakcji	Wynik (Tak/Nie)
7.1		9.2	
7.2		10.1	
7.3		10.2	
8.1		11.1	
8.2		12.1	
8.3		13.1	
8.4		14.1	
9.1		14.2	

W otrzymanej próbie zostały wykryte następujące jony (**właściwe otoczyć obwódka**):