

ĆWICZENIE 7

Analiza kationów

Cel ćwiczenia. Zapoznanie studenta z zasadami wykonywania chemicznej analizy jakościowej kationów.

Zakres materiału. Oznaczenie kationów w próbkach zawierających zarówno jeden kation, jak i ich mieszaninę. Systematyczna analiza kationów.

Literatura. T. Lipiec, Z. Szał - *Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej*, J. Minczewski, Z. Marczenko - *Chemia analityczna*, tom I i II.

Jakościowe wykrywanie składników związku lub mieszaniny opiera się na stwierdzeniu różnych właściwości chemicznych i fizycznych poszczególnych składników. Analizę jakościową można przeprowadzać na drodze suchej, ale zasadniczo badania przeprowadza się na drodze mokrej, tzn. po rozpuszczeniu substancji, do roztworu dodaje się odczynnika analitycznego, przeprowadzając w ten sposób wykrywany pierwiastek w nowe połączenia o określonych charakterystycznych właściwościach, które stają się podstawą do identyfikacji, czyli do stwierdzenia obecności tego pierwiastka.

Wykrywanie jonów polega na przeprowadzeniu reakcji z odczynnikiem, w wyniku której następuje albo zmiana zabarwienia, albo wytrącanie osadu, albo jedno i drugie, albo wydzielanie gazu. Odczynniki dzielimy na:

- specyficzne - odczynnik, który w określonych warunkach daje reakcje tylko z jednym jonem, tzn. pozwala wykryć dany jon w obecności innych,
- selektywne - dają podobną reakcję z pewną ograniczoną liczbą jonów,
- maskujące - łączą się z jonem ubocznym, który również mógłby reagować z dodanym odczynnikiem, eliminując jon uboczny,
- grupowe - wykazują zdolność wytrącania pewnej określonej grupy jonów i pozwalają na rozdzielenie jonów na grupy analityczne.

Wewnątrz grupy prowadzi się dalszy rozdział na poszczególne jony, które wykrywa się odpowiednim odczynnikiem charakterystycznym.

Analiza jakościowa substancji nieorganicznej składa się z dwu działów: analizy kationów i analizy anionów.

W toku analizy systematycznej z mieszaniny jonów wyodrębnia się poszczególne grupy pierwiastków przez strącenie ich odczynnikiem grupowym. Następnie w obrębie grupy albo podgrupy wykrywa się poszczególne jony w obecności innych, stosując reakcje charakterystyczne.

Wykonanie ćwiczenia.

Reakcje należy przeprowadzać w szklanych probówkach, **stosując minimalne ilości odczynników!** Po dodaniu reagentów do próbki (najczęściej dwóch), należy obserwować przebieg zachodzącej w niej reakcji i zapisać spostrzeżenia (zmiana barwy roztworu, wydzielanie się gazów, wytrącanie lub rozpuszczanie osadów).

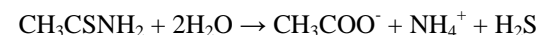
Proszę pamiętać o dokładnym umyciu probówek, zarówno przed, jak i po przeprowadzeniu reakcji.

UWAGA: Wszystkie obserwacje oraz reakcje, zapisane w formie jonowej, studenci notują w dzienniku laboratoryjnym.

Ćwiczenie 1. Analiza jakościowa kationów.

Każdy student przeprowadza reakcje charakterystyczne dla kationów wskazanych przez Prowadzącego ćwiczenia według instrukcji.

Kationy podzielono na 5 grup analitycznych. Odczynnikiem grupowym są: HCl, (NH₄)₂CO₃, H₂S zastąpiony przez AKT - amid kwasu tiooctowego, z którego H₂S powstaje wskutek hydrolizy:



Podział kationów na grupy analityczne

Grupa	Odczynnik grupowy i środowisko	Kationy należące do grupy	Związki pozostające w osadzie
V	Nie ma odczynnika	K^+ , Na^+ , Li^+ , NH_4^+ , Mg^{2+}	----- ----
IV	$(NH_4)_2CO_3$ w obecności buforu amonowego (NH_4Cl i $NH_3 \cdot H_2O$)	Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}	$BaCO_3$, $SrCO_3$, $CaCO_3$
III	$(NH_4)_2S$ lub AKT w obecności buforu amonowego amonowego (NH_4Cl i $NH_3 \cdot H_2O$)	Al^{3+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+}	$Al(OH)_3$, Fe_2S_3 , FeS , ZnS , MnS , $Cr(OH)_3$, NiS , CoS
Podgr. IIA	H_2S , $(NH_4)_2S$ lub AKT w obecności rozcieńczonego HCl	Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}	HgS , Bi_2S_3 , CuS , CdS
Podgr. IIB		Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+}	SnS , SnS_2 , As_2S_3 , As_2S_5 , Sb_2S_3 , Sb_2S_5
I	Rozcieńczony HCl	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	$AgCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2

Reakcje charakterystyczna dla kationów:

1. Jon K^+

a) $H_2C_4H_4O_6$ (kwas winowy) lub $NaHC_4H_4O_6$ (winian sodu)

b) $Na_3[Co(NO_2)_6]$

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH , kwasach mineralnych i zasadach

c) $HClO_4$

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: etanolu

d) barwa płomienia

2. Jon NH_4^+

a) NaOH lub KOH

b) $K_2[HgI_4]$ - odczynnik Nesslera

c) $Na_3[Co(NO_2)_6]$

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH , kwasach mineralnych i zasadach

3. Jon Ba^{2+}

a) $(NH_4)_2CO_3$ - odczynnik grupowy

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH , HCl i HNO_3

b) $(NH_4)_2C_2O_4$

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: HCl, HNO_3 i 6M CH_3COOH

c) K_2CrO_4

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH , HCl i HNO_3

d) H_2SO_4

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: kwasach mineralnych

e) barwa płomienia

4. Jon Ca^{2+}

a) $(NH_4)_2CO_3$ - odczynnik grupowy

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH , HCl i HNO_3

b) $(NH_4)_2C_2O_4$

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: HCl i HNO_3

c) K_2CrO_4

d) H_2SO_4

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: kwasach mineralnych

e) barwa płomienia

5. Jon Al^{3+}

a) $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ lub AKT - odczynnik grupowy

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: mocnych kwasach i zasadach

b) NaOH lub KOH

c) $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

d) Na_2HPO_4

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH i kwasach mineralnych

6. Jon Fe^{3+}

a) $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ lub AKT - odczynnik grupowy

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: kwasach

b) NaOH lub KOH

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: kwasach

c) KNCS

d) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

e) Na_2HPO_4

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH i kwasach mineralnych

7. Jon Mn^{2+}

a) $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ lub AKT - odczynnik grupowy

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH i kwasach mineralnych

b) NaOH lub KOH

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: kwasach i solach amonowych

c) Na_2HPO_4

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH i kwasach mineralnych

d) utleniacze: PbO_2 - próba Cruma

Wykonanie. Do suchej próbówki wsypać małą ilość PbO_2 , wlać ok. 1 ml HNO_3 i kroplę badanego roztworu. Całość podgrzać, następnie ostudzić i ostrożnie rozcieńczyć wodą destylowaną.

8. Jon Cu^{2+}

a) $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ lub AKT - odczynnik grupowy

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: HNO_3

b) NaOH lub KOH

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i kwasach

c) $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

d) KI

e) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i kwasach mineralnych

9. Jon Ag^+

a) HCl - odczynnik grupowy

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i HNO_3

b) NaOH

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i HNO_3

c) $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

d) K_2CrO_4

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: CH_3COOH , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i HNO_3

e) KI

Sprawdzić rozpuszczalność osadu w: KOH

UWAGA:

Do ćwiczenia nr 2 dopuszczeni zostaną tylko Ci studenci, którzy przedstawią i zaliczą sprawozdanie (zapisane w dzienniku laboratoryjnym) z ćwiczenia nr 1. Sprawozdanie powinno zawierać wszystkie reakcje przeprowadzone dla każdego z kationów w formie jonowej, obserwacje (zmiana barwy, wydzielające się gazy itd.) oraz dodatkowe informacje pozwalające na prawidłowe wykonanie określonej reakcji.

Ćwiczenie 2. Analiza jakościowa mieszaniny kationów.

Każdy student otrzymuje od Prowadzącego analizę (próbówkę) zawierającą mieszaninę kilku kationów (maksymalnie 3) z Ćwiczenia 1. Warunkiem zaliczenia tej części ćwiczeń jest wykrycie wszystkich kationów wchodzących w skład otrzymanej analizy oraz dokładny opis (wraz z reakcjami) przeprowadzonych czynności