

Analiza kationów nieorganicznych

1. Zakres materiału

Pojęcia: reakcje grupowe kationów, pisanie równań reakcji chemicznych w formie jonowej i cząsteczkowej, iloczyn rozpuszczalności, rozpuszczalność, wpływ siły jonowej roztworu na rozpuszczalność soli, wpływ pH na reakcje strącania, wpływ kompleksowania na reakcje strącania.

Zalecana literatura:

1. J. Minczewski, Z. Marczenko, *Chemia analityczna – podstawy teoretyczne i analiza jakościowa*, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa, 1997, rozdz.6, 8.4, 11.1, 11.2, 11.5

2. Wprowadzenie

Podstawą analizy jakościowej jest wprowadzenie do analizowanego roztworu zawierającego nieznanne jony, odczynników, które powodują wytrącenie lub rozpuszczenie osadów, zmianę barwy roztworu lub wydzielanie gazu.

Podstawową zasadą w analizie chemicznej jest stosowanie odczynników, które charakteryzuje odpowiednio wysoka czułość w wykrywaniu rozpuszczonych jonów. Za miarę czułości można przyjąć najmniejsze stężenie danego jonu, poniżej którego efekt reakcji nie jest zauważalny.

Analiza jakościowa związków nieorganicznych składa się zwykle z dwóch oddzielnych działów: analizy kationów i analizy anionów. Klasyczny, najczęściej spotykany podział obejmuje 5 grup kationów i 7 grup anionów. Podziały te są oparte na podobnych reakcjach, jakie dają one z odczynnikami grupowymi.

Wydzielenie kationów danej grupy z roztworu zawierającego mieszaninę kationów różnych grup następuje w wyniku działania odczynnika grupowego, charakterystycznego dla danej grupy kationów. Pod wpływem odczynnika grupowego następuje wytrącenie trudno rozpuszczalnych osadów kationów danej grupy analitycznej (np. siarczków, węglanów), a w konsekwencji oddzielenie tych kationów od pozostałych jonów obecnych w roztworze. Podstawą rozdzielenia kationów na poszczególne grupy analityczne jest więc różnica rozpuszczalności soli tworzonych w reakcji odczynnika grupowego z poszczególnymi kationami.

ODCZYNNIKI GRUPOWE

Grupa I

Odczynnikiem grupowym jest 2M HCl, który wytrąca wszystkie kationy tej grupy w postaci chlorków: AgCl, Hg₂Cl₂, PbCl₂, trudno rozpuszczalnych w zimnej wodzie.

Wykonanie: Do 1-2 cm³ roztworu dodawać kroplami 2M HCl. Obserwować wytrącający się osad.

Grupa II

Odczynnikiem grupowym jest H_2S w obecności 2M HCl . Pod wpływem S^{2-} następuje wytrącenie siarczków o charakterystycznych barwach:

PbS – czarny,

HgS – czarny,

CuS – czarny,

CdS – żółty.

Wykonanie: 1-2 cm^3 roztworu zakwasić 2M HCl tak, by $\text{pH} \sim 0,5$. Otrzymany roztwór rozcieńczyć wodą do objętości ok. 2 cm^3 (jeśli jego objętość jest mniejsza od 2 cm^3), ogrzać do wrzenia, a następnie zadać roztworem H_2S (ok. 1 cm) i nadal ogrzewać przez ok. 30 min. Obserwować wytrącający się osad.

Grupa IIIA

Odczynnikiem grupowym jest $2\text{M NH}_{3\text{aq}}$ w obecności $2\text{M NH}_4\text{Cl}$. Kationy tej grupy wytrącają się w tych warunkach tworząc:

biały $\text{Al}(\text{OH})_3$,

zielony $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$,

biały, brunatniejący $\text{Fe}(\text{OH})_2$,

brunatny $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$.

Wykonanie: Do 1-2 cm^3 roztworu dodać $2\text{M NH}_4\text{Cl}$ i nadmiar $2\text{M NH}_{3\text{aq}}$ do uzyskania $\text{pH} > 7$. Ogrzewać w temperaturze ok. 70°C . Obserwować wytrącający się osad.

Grupa IIIB

Odczynnikiem grupowym jest $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ w obecności $\text{NH}_{3\text{aq}}$ i NH_4Cl . Kationy tej grupy strącają się w postaci siarczków:

ZnS – biały,

MnS – cielisty.

Wykonanie: 1-2 cm^3 roztworu zadać $2\text{M NH}_4\text{Cl}$, a następnie dodawać kroplami $2\text{M NH}_{3\text{aq}}$ aż do uzyskania $\text{pH} \sim 8$. Roztwór ogrzać do temperatury 70°C , zadać 20-25 kroplami roztworu $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Zamieszać. Pozostawić na wrzącej łaźni wodnej przez 20-30 min. Obserwować wytrącony osad.

Grupa IV

Odczynnikiem grupowym jest $2\text{M } (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ w obecności $6\text{M NH}_4\text{Cl}$ i $6\text{M NH}_{3\text{aq}}$, który strąca kationy tej grupy w postaci białych osadów CaCO_3 , BaCO_3 i SrCO_3 .

Wykonanie: Do 2 cm^3 roztworu dodać kilka kropli 6M roztworów NH_4Cl i $\text{NH}_{3\text{aq}}$. Po ogrzaniu roztworu do temperatury ok. 70°C dodawać powoli $2\text{M } (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Obserwować powstawanie osadu.

Grupa V

Grupa nie posiada odczynnika grupowego.

Obecność kationów NH_4^+ i Mg^{2+} w roztworze można potwierdzić przeprowadzając reakcję z NaOH . W przypadku kationu NH_4^+ w wyniku reakcji wydzielą się charakterystyczny zapach amoniaku, natomiast w przypadku kationu Mg^{2+} strąca się biały bezpostaciowy osad $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

Obecność kationów Na^+ i K^+ potwierdza analiza płomienia. Związki sodu barwią płomień palnika na kolor żółty, zaś związki potasu – jasnofioletowy.

Wykonanie: Do kilku kropli analizowanego roztworu dodać ok. 1 cm^3 NaOH . Wytrącenie się białego osadu potwierdza obecność kationu Mg^{2+} .

Jeśli nie obserwuje się osadu, roztwór w probówce ogrzać. U wylotu probówki umieścić zwilżony papierek uniwersalny tak, aby nie dotykał brzegu probówki. W przypadku obecności jonu NH_4^+ wydziela się gazowy NH_3 powodujący zabarwienie papierka na niebiesko.

Pręcik platynowy zanurzyć w badanym roztworze wyjściowym i umieścić w płomieniu palnika. Dowodem obecności jonów Na^+ jest świecenie intensywnie żółtym kolorem przez kilkanaście sekund. Dowodem obecności jonów K^+ jest pojawiający się jasny błysk, widziany przez szkło kobaltowe.

SPRAWOZDANIE Z ANALIZY JAKOŚCIOWEJ KATIONÓW.

3. Wykonanie ćwiczenia

A. Analiza kationów nieorganicznych.

1. Przeprowadzenie prób na wybrane kationy (np. Ag^+ , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Ca^{2+} , Na^+ , NH_4^+).

Równania reakcji chemicznych zachodzących pomiędzy analizowanymi kationami a odczynnikami grupowym:

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

2. Analiza kationów nieorganicznych.

- a) pobranie z przygotowalni roztworu do oznaczenia (w probówce),
- b) wykonanie oznaczenia kationów wg dołączonego schematu,
- c) uzupełnienie obserwacji i wniosków:

Reakcja z HCl:	biały osad.....	brak osadu.....
Reakcja z H_2S :	osad koloru.....	brak osadu.....
Reakcja z NH_3 :	osad koloru.....	brak osadu.....
Reakcja z $(\text{NH}_4)_2\text{S}$:	osad koloru.....	brak osadu.....
Reakcja z $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$:	biały osad.....	brak osadu.....
Reakcja z NaOH:	biały osad.....	brak reakcji..... zapach amoniaku.....

Próbka może zawierać kationy:.....
Kationem oznaczanym był:.....

B. Badanie wybranych próbek mineralnych – osady węglanowe (dolomit, marmur).

- a) pobrać próbkę z przygotowalni,
- b) rozpuścić próbkę w 2M HCl w zlewce na 50 ml,
- c) wykonać oznaczenie na zawartość wapnia i magnezu.

Obserwacje:.....
.....
.....

Preparat zawiera: Ca..... Mg.....

Równania reakcji chemicznych zachodzących pomiędzy analizowanymi kationami a odczynnikami grupowym:

