

Analiza jakościowa wybranych kationów I grupy analitycznej

Oznaczane jony: Hg_2^{2+} , Pb^{2+}

1. Do 2-3 cm^3 próbki dodaj około 1 cm^3 roztworu 3 M HCl
 - a. Wytrącił się biały osad – przejść do pkt. 2
 - b. Brak osadu – przejść do analizy kationów II grupy analitycznej.
2. Osad należy odwirować i oddzielić od supernatantu. Do supernatantu dodać kroplę HCl (3M):
 - a. Wytrącił się biały osad lub nastąpiło zmętnienie roztworu – powtórzyć procedurę z punktu 2, uzyskane osady połączyć i przejść do pkt. 3.
 - b. Brak osadu – przejść do pkt. 3

Supernatanty z podpunktu a i/lub b zachować do analizy kationów grup II-V.

3. Do osadu z pkt. 2 dodać 1 cm^3 HCl (3M) wymieszać i odwirować.
 - a. Supernatant wylać do odpadów chemicznych.
 - b. Osad – przejść do pkt. 4.
4. Do osadu z pkt. 3b dodać 1 cm^3 wody, uzyskaną zawiesinę zagotować i odwirować na gorąco, uzyskany supernatant przelać do osobnej próbki.
 - a. Osad – przejść do pkt. 5.
 - b. Supernatant – przejść do pkt 6.
5. Do osadu z pkt. 4 dodać kilka kropeł stężonego roztworu amoniaku, mieszaninę odwirować.
 - a. Uzyskano ciemny osad – w analizie znajdują się jony Hg_2^{2+} .
 - b. Osad pozostaje biały lub brak osadu – **brak** jonów Hg_2^{2+} w analizie.
6. Supernatant z pkt. 4 podzielić na 3 części:
 - a. Do pierwszej części supernatantu dodać kilka kropeł rozcieńczonego (1,5 M) H_2SO_4 – biały osad PbSO_4 lub białe zmętnienie roztworu.
 - b. Do drugiej części supernatantu dodać kilka kropeł K_2CrO_4 – żółty osad PbCrO_4 , lub żółte zmętnienie roztworu.
 - c. Do trzeciej części supernatantu dodać kilka kropeł roztworu KI – żółty osad PbI_2 , czasami występujący w formie zawiesiny „złotych płatków”.

Pozytywny wynik co najmniej jednej z powyższych prób (a, b lub c) świadczy o obecności jonów Pb^{2+} w analizowanej próbce.

Analiza jakościowa wybranych kationów II grupy analitycznej.

Oznaczone jony: Sn^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Cu^{2+}

1. Roztwór po wytrąceniu kationów I grupy analitycznej zobojętnić dodając kroplami 10% roztwór amoniaku, a następnie dodać około 1 cm^3 2 M HCl i 2 cm^3 AKT, probówkę z analizą wstawić do wrzącej łaźni wodnej i gotować około 15 minut.
 - a. Wytrącił się osad – przejść do pkt. 2
 - b. Brak osadu – przejść do analizy kationów III grupy analitycznej
2. Osad z pkt. 1 należy odwirować.
 - a. Osad analizować wg. pkt. 3.
 - b. Supernatant pozostawić do analizy na zawartość kationów III grupy analitycznej.
3. Do osadu z pkt. 2 dodać kilka cm^3 wody destylowanej, dobrze wymieszać i umieścić we wrzącej łaźni wodnej na około 15 min.
 - a. Osad odwirować – przejść do pkt. 4.
 - b. Supernatant wylać do odpadów chemicznych.
4. Do osadu z pkt. 3 dodać około 2 cm^3 2 M NaOH i kilka kropli 3% roztworu H_2O_2 , wymieszać i gotować uzyskaną mieszaninę na łaźni wodnej przez około 5 min. Próbkę odwirować.
 - a. Osad zawiera osady siarczków kationów grupy IIA – przejść do pkt. 5.
 - b. Supernatant zawiera siarkosole i oksosole grupy IIB, przelać do osobnej probówki – przejść do pkt. 12.
5. Do osadu z punktu 4a dodać 1-2 cm^3 2 M kwasu azotowego(V), ogrzać do wrzenia, a uzyskaną mieszaninę odwirować.
 - a. Osad barwy czarnej (jeżeli powstanie) zawiera HgS i potwierdza zawartość jonów Hg_2^{2+} w analizie, jeżeli zostały wykryte w toku dla grupy I kationów.
 - b. Supernatant przelać do osobnej probówki – przejść do pkt. 6.
6. Do supernatantu z pkt. 5 dodać kilka kropli stężonego H_2SO_4 , odparować do objętości około 1 cm^3 , rozcieńczyć wodą do około 5 cm^3 i odwirować.
 - a. Osad barwy białej (jeżeli powstanie) zawiera PbSO_4 i potwierdza obecność jonów Pb^{2+} w analizie; może powstać nawet jeżeli jonów Pb^{2+} nie wykryto w analizie I grupy kationów, w każdym przypadku osad odrzucić.
 - b. Supernatant przelać do osobnej probówki – przejść do pkt. 7.
7. Do supernatantu z pkt. 6b dodać 10% roztworu amoniaku, do zobojętnienia, a następnie dodać 5-10 kropli nadmiaru odczynnika. Próbkę odwirować.
 - a. Osad (jeżeli powstanie) – przejść do pkt. 8.
 - b. Supernatant przelać do osobnej probówki – przejść do pkt. 9.
8. Osad z punktu 7a przemyć wodą destylowaną, odwirować i wylać supernatant do odpadów chemicznych. Do pozostałego osadu dodać roztwór Na_2SnO_2 .
 - a. Osad przybiera czarne zabarwienie – w analizie znajdują się jony Bi^{3+} .
 - b. Brak zmiany barwy osadu – **brak** jonów Bi^{3+} w analizie.
9. Supernatant z pkt. 7b.
 - a. Roztwór jest niebieski – analiza zawiera jony Cu^{2+} – przejść do pkt. 10.
 - b. Roztwór jest bezbarwny – **brak** jonów Cu^{2+} – przejść do pkt. 11
10. Do niebieskiego roztworu z pkt. 9a dodawać roztworu KCN aż do zaniku niebieskiej barwy, następnie dodać 1-2 kropli AKT i gotować w łaźni wodnej przez 5 min. (pod wyciągiem!!!).
 - a. Wytrąca się żółty osad – analiza zawiera jony Cd^{2+} .
 - b. Brak osadu – **brak** jonów Cd^{2+} w analizie.
11. Bezbarwny roztwór z pkt. 9b – dodać AKT i gotować przez 5 min. na łaźni wodnej.
 - a. Wytrąca się żółty osad – analiza zawiera jony Cd^{2+} .

- b. Brak osadu – **brak** jonów Cd^{2+} w analizie.
- 12. Supernatant z pkt. 4b zakwaszyć 10% HCl do pH około 1, dodać kilka kropel AKT umieścić w łaźni wodnej i gotować przez około 5 min. Próbkę odwirować.
 - a. Osad – przejść do pkt. 13.
 - b. Supernatant wylać do odpadów chemicznych.
- 13. Osad z punktu 12a przemyć wodą destylowaną, odwirować.
 - a. Osad – przejść do pkt. 14.
 - b. Supernatant wylać do odpadów chemicznych.
- 14. Osad z pkt. 13a, dodać 10 kropli stężonego HCl, ogrzewać (pod wyciągiem!) w łaźni wodnej przez około 5 min., dodać 10 kropli wody destylowanej, odwirować.
 - a. Osad, jeżeli powstanie, umieścić w odpadach chemicznych.
 - b. Supernatant – przejść do pkt. 15.
- 15. Supernatant z pkt. 14b podzielić na 3 części.
 - a. Dwie pierwsze części roztworu – przejść do pkt. 16.
 - b. Trzecia część roztworu – przejść do pkt. 17.
- 16. Dwie części roztworu z pkt. 15a.
 - a. Do pierwszej części roztworu dodać kilka kropli 10% roztworu HgCl_2 – biały, szarzejący z czasem osad – analiza zawiera jony Sn^{2+} ; brak osadu – **brak** jonów Sn^{2+} w analizie.
 - b. Drugą część roztworu umieścić w parownicy, dodać kilka granulek metalicznego Zn; Probówkę (czystą z zewnątrz!) wypełnioną zimną wodą zamoczyć w uzyskanym roztworze i umieścić w płomieniu palnika – niebieski płomień pełzający po powierzchni probówki – analiza zawiera jony Sn^{2+} ; brak barwnego płomienia – **brak** jonów Sn^{2+} w analizie.
- 17. Roztwór z pkt. 15b. – dodać kilka kropli roztworu $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ oraz kilka kropli AKT, ogrzewać w łaźni wodnej przez około 5 min.
 - a. pomarańczowy osad – analiza zawiera jony Sb^{3+} .
 - b. brak osadu – **brak** jonów Sb^{3+} w analizie.

Analiza jakościowa wybranych jonów III grupy analitycznej.

Oznaczone jony: Fe^{3+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+}

1. Roztwór po wytrąceniu kationów II grupy analitycznej odparować do objętości około 2 cm^3 , następnie dodać około 1 cm^3 $1 \text{ M NH}_4\text{Cl}$ oraz stężonego $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ do uzyskania odczynu zasadowego, dodać około 1 cm^3 roztworu AKT i ogrzewać na łaźni wodnej przez około 20 min.
 - a. Wytrącił się osad – przejść do punktu 2.
 - b. Brak osadu – **brak** kationów III grupy w analizie – przejść do analizy kationów IV grupy.
2. Osad z pkt. 1a. odwirować, oddzielić od supernatantu. Do supernatantu dodać kilka kropli AKT i ogrzewać na łaźni wodnej przez około 5 min.
 - a. Wytrącił się osad, lub nastąpiło zmętnienie roztworu – powtórzyć procedurę z punktu 2. Uzyskane osady połączyć i przejść do pkt. 3
 - b. Brak osadu – przejść do pkt. 3.
3. Do połączonych osadów z pkt 1a. i 2a. dodać po kilka kropli roztworów: $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, NH_4Cl i AKT, zamieszać i odwirować.
 - a. Supernatant wylać do odpadów chemicznych
 - b. Osad – przejść do pkt. 4.
4. Do osadu z pkt. 3b. dodać 2 cm^3 1 M HCl , mieszać przez około 5 min., a następnie odwirować.
 - a. Supernatant przelać do osobnej probówki – przejść do pkt. 7.
 - b. Osad – przejść do pkt. 5. Brak osadu świadczy o **braku** kationów Co^{2+} i Ni^{2+} w analizie.
5. Do osadu z pkt. 4b. dodać 1 cm^3 $15\% \text{ HCl}$ i kilka kropel $3\% \text{ H}_2\text{O}_2$, ogrzewać na łaźni wodnej przez 5 min., odwirować.
 - a. Supernatant przelać do innej probówki – przejść do pkt. 6
 - b. Osad wyrzucić do odpadów chemicznych.
6. Supernatant z pkt. 5a. podzielić na dwie części.
 - a. Pierwszą część roztworu z pkt. 6 zalkalizować za pomocą $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, dodać kilka kropel etanolowego roztworu dimetylogliksymu.
 - i. różowy osad świadczy o obecności jonów Ni^{2+} w analizie.
 - ii. brak osadu – **brak** jonów Ni^{2+} w analizie.
 - b. Do drugiej części roztworu z pkt. 6 dodać kilka kropel roztworu KSCN, następnie kilka kropel alkoholu 1-pentylowego (1-pentanol, alkohol amyłowy) i kroplę acetonu, warstwy organiczną i nieorganiczną wytrząsać.
 - i. Warstwa organiczna zabarwiła się na niebiesko – w analizie znajdują się jony Co^{2+} .
 - ii. Warstwa organiczna pozostaje bezbarwna – **brak** jonów Co^{2+} w analizie.
7. Supernatant z pkt. 4a. ogrzewać do wrzenia przez 10 min., dodać 10% roztworu NaOH do uzyskania odczynu zasadowego, a następnie kilka kropli $10\% \text{ H}_2\text{O}_2$. Ogrzewać około 5 min. na łaźni wodnej, odwirować.
 - a. Wytrącił się osad – przejść do pkt. 8.
 - b. Brak osadu świadczy o **braku** jonów Fe^{3+} i Mn^{2+} w analizie – przejść do pkt. 10.
8. Roztwór z osadem z pkt. 8a.
 - a. Supernatant przelać do innej probówki – przejść do punktu 10.
 - b. Osad – przejść do punktu 9.
9. Osad z pkt. 8a. podzielić na dwie części.
 - a. Pierwszą część osadu z pkt. 9. rozpuścić na gorąco w 2 M HCl , dodać kilka kropli roztworu KSCN
 - i. Roztwór zabarwia się na czerwono – analiza zawiera jony Fe^{3+} .
 - ii. Brak czerwonego zabarwienia roztworu – **brak** jonów Fe^{3+} w analizie.

- b. Drugą część osadu z pkt. 9. rozpuścić na gorąco w 1 M H_2SO_4 z dodatkiem kilku kropel 10% H_2O_2 , następnie dodać 5 kropel 2 M HNO_3 , kroplę roztworu AgNO_3 i szczyptę Pb_3O_4 , zawiesinę ogrzewać w łaźni wodnej przez około 10 minut, odwirować.
 - i. Supernatant z pkt. 9b. zabarwiony na różowo lub fioletowo – analiza zawiera jony **Mn^{2+}** .
 - ii. Supernatant barwy innej niż różowa lub fioletowa – **brak** jonów Mn^{2+} w analizie.
10. Supernatant z punktu 7b. lub 8a.,
 - a. Roztwór jest żółty – przejść do pkt. 11.
 - b. Roztwór jest bezbarwny – brak jonów Cr^{3+} w analizie – przejść do pkt. 13.
11. Roztwór z punktu 10a. podzielić na dwie części.
 - a. Pierwszą część roztworu z pkt. 11 zakwasić CH_3COOH po czym dodać roztwór $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.
 - i. Żółty osad – analiza zawiera jony **Cr^{3+}** .
 - ii. Brak osadu – **brak** jonów Cr^{3+} w analizie.
 - b. Druga część roztworu z pkt. 11 – przejść do pkt. 12.
12. Roztwór z pkt. 11b. zakwasić CH_3COOH , dodać BaCl_2 , odwirować.
 - a. Supernatant przelać do innej probówki – przejść do pkt. 13.
 - b. Osad wyrzucić do odpadów chemicznych.
13. Bezbarwny roztwór z pkt. 10b. lub 12a., dodać AKT, ogrzewać na łaźni wodnej przez około 5 min.
 - a. Biały osad – analiza zawiera jony **Zn^{2+}** .
 - b. Brak osadu – **brak** jonów Zn^{2+} w analizie.

Analiza jakościowa wybranych jonów IV grupy analitycznej

Oznaczone jony: Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}

1. Roztwór po wytrąceniu kationów III grupy analitycznej zakwasić roztworem HCl, odparować do sucha i lekko wyprażyć (pod wyciągiem!), suchą pozostałość rozpuścić w 1 cm³ 0,2 M HCl, odwirować.
 - a. Supernatant – przejść do punktu 2.
 - b. Osad – wyrzucić do odpadów chemicznych.
2. Supernatant z pkt. 2a., dodać 5 kropeł 5 M NH₄Cl i doprowadzić za pomocą NH₃·H₂O do odczynu lekko zasadowego. Dodać 5 kropeł 2 M (NH₄)₂CO₃, ogrzewać 5 min. na łaźni wodnej.
 - a. Wytrącił się osad – przejść do pkt. 3.
 - b. Brak osadu – **brak** kationów IV grupy w analizie. Roztwór analizować na zawartość kationów V grupy.
3. Zawiesinę z pkt. 2a. odwirować.
 - a. Supernatant przelać do innej probówki, pozostawić do analizy kationów V grupy.
 - b. Osad – przejść do pkt. 4.
4. Osad z pkt. 4b. rozpuścić w kilku kroplach 6 M CH₃COOH, rozcieńczyć wodą do około 3 cm³, ogrzać do wrzenia, dodać kroplę 10% K₂CrO₄.
 - a. Wytrąca się osad – przejść do pkt. 5.
 - b. Brak osadu – przejść do pkt. 7.
5. Do zawiesiny z pkt. 4a. dodawać kroplami 10% K₂CrO₄ do całkowitego wytrącenia osadu, próbkę odwirować.
 - a. Supernatant przelać do innej probówki – przejść do pkt. 7.
 - b. Osad świadczy o prawdopodobnej zawartości jonów Ba^{2+} w analizie, w celu potwierdzenia przejść do pkt. 6.
6. Osad z pkt. 5b. przemyć wodą, odwirować, supernatant odrzucić. Pozostałość rozpuścić w 2 M HCl.
 - a. Do roztworu z pkt. 6. dodać rozcieńczonego H₂SO₄.
 - i. Osad świadczy o obecności jonów Ba^{2+} .
 - ii. Brak osadu – przejść do pkt. 6b.
 - b. Na roztworze z pkt. 6. wykonać próbę płomieniową
 - i. Zielone zabarwienie płomienia świadczy o obecności jonów Ba^{2+} .
 - ii. Brak zielonego zabarwienia płomienia – **brak** jonów Ba^{2+} w analizie.
7. Roztwór z pkt. 4b. i/lub supernatant z pkt. 5a. zalkalizować za pomocą NH₃·H₂O, ogrzać do temp. Około 60°C na łaźni wodnej, dodać (NH₄)₂CO₃.
 - a. Wytrącił się osad – przejść do pkt. 8
 - b. Brak osadu świadczy o **braku** kationów Sr^{2+} oraz Ca^{2+} w analizie.
8. Osad z pkt. 7a. odwirować.
 - a. Supernatant wylać do odpadów chemicznych.
 - b. Osad przemyć wodą i ponownie odwirować, supernatant wylać do odpadów chemicznych – przejść do pkt. 9.
9. Osad z pkt. 8b. rozpuścić w 30% CH₃COOH, uzyskany roztwór podzielić na dwie części.
 - a. Do pierwszej części roztworu z pkt 9. dodać kilka kropeł wody gipsowej, odczekać około 1-2 minut.
 - i. Roztwór z pkt. 9a. uległ zmętnieniu – analiza zawiera jony Sr^{2+} , potwierdzić w analizie płomieniowej - przejdź do pkt. 9b.

- ii. Roztwór z pkt. 9a pozostaje klarowny – **brak** jonów Sr^{2+} w analizie – przejdź do pkt. 9b.
- b. Druga część roztworu z pkt 9.
 - i. W pkt 9a. wykryto jony Sr^{2+} - przejdź do pkt. 10
 - ii. W pkt 9a. **nie** wykryto jonów Sr^{2+} - przejdź do pkt. 11.
- 10. Do roztworu z pkt. 9bi. dodać 5% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, ogrzewać kilka minut we wrzącej łaźni wodnej, odwirować na gorąco.
 - a. Osad zawiera potwierdzone wcześniej jony Sr^{2+} - wyrzucić do odpadów chemicznych lub użyć do analizy płomieniowej w celu potwierdzenia obecności jonów Sr^{2+} .
 - b. Supernatant – przejść do pkt. 11.
- 11. Roztwór z pkt. 9bii i/lub supernatant z pkt. 10b., dodać kilka kropel 4% roztworu $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ i ogrzewać na łaźni wodnej przez kilka minut.
 - a. Wytrąca się osad – analiza zawiera jony Ca^{2+} . Potwierdzić analizą płomieniową.
 - b. Brak osadu – **brak** jonów Ca^{2+} w analizie.

Analiza jakościowa wybranych jonów V grupy analitycznej.

Oznaczane jony: K^+ , Mg^{2+} , NH_4^+

1. Do 1 cm³ macierzystej analizy (przed wytrąceniem kationów grup I-IV) dodać 2 cm³ 6 M NaOH, roztwór gotować na łaźni wodnej.
 - a. Wyczuwalny jest zapach amoniaku – analiza zawiera jony NH_4^+ .
 - b. Zbliżony do wylotu probówki, zwilżony wodą papierek wskaźnikowy przybiera niebieskie zabarwienie – analiza zawiera jony NH_4^+ .
 - c. Żaden z eksperymentów z punktów 1a. i 1b. nie dał pozytywnego wyniku – **brak** jonów NH_4^+ w analizie.
2. Roztwór po wytrąceniu IV grupy analitycznej odparować do sucha i wyprażyć (pod wyciągiem!). Dodać 1 cm³ stężonego HCl, ponownie odparować i wyprażyć (pod wyciągiem!). Ponownie rozpuścić w 1 cm³ wody. Roztwór podzielić na dwie części.
 - a. Pierwsza część roztworu – przejść do pkt. 3.
 - b. Druga część roztworu – przejść do pkt. 4.
3. Roztwór z pkt. 2a.
 - a. Kroplę roztworu wprowadzić do płomienia palnika, fioletowe zabarwienie (lepiej widoczne przez szkło kobaltowe) – analiza zawiera jony K^+ .
 - b. Do roztworu dodać 2-3 krople kwasu winowego i 2 krople roztworu CH_3COONa , odczekać kilka minut, ewentualnie podrapać ścianki probówki bagietką szklaną, biały osad – analiza zawiera jony K^+ .
 - c. Żaden z eksperymentów z punktów 3a. i 3b. nie dał pozytywnego wyniku – **brak** jonów K^+ w analizie.
4. Roztwór z pkt. 2b., dodać kilka krople 10% $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ i nadmiaru $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, odczekać kilka minut, ewentualnie potrzeb ścianki probówki szklaną bagietką.
 - a. Biały osad – analiza zawiera kationy Mg^{2+} .
 - b. Brak osadu – **brak** jonów Mg^{2+} w analizie.