

## Wprowadzenie

### Reakcje z pierwotnej próbki (wstępne rozpoznanie przy przeprowadzaniu analizy)

-barwa i odczyn r-ru (bezbarwny r-r nie zawiera: $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ , $\text{CrO}_4^{2-}$ , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , $\text{MnO}_4^-$ ) (w silnie kwaśnym r-rze nie ma: $\text{NO}_2^-$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{S}^{2-}$ i $\text{CN}^-$ )	<b>próba 0</b>
- reakcja z $\text{AgNO}_3$ (barwa osadu, działanie światła) i rozp. produktów w $\text{HNO}_3$	<b>1</b>
- reakcja z $\text{BaCl}_2$ i rozp. produktów w kwasie mineralnym (np. $\text{HNO}_3$ )	<b>2</b>
- próba z rozcieńczonym kwasem mineralnym/np. $2\text{MHCl}$ (wydzielanie gazów lub zapach)	<b>3</b>
- działanie stężonym kwasem siarkowym (na suchą, odparowaną próbkę)	<b>4</b>
- reakcja z rozcieńczonym roztworem $\text{KMnO}_4$ w środowisku kwaśnym $\text{H}_2\text{SO}_4$ (obecność średnich i słabych reduktorów/po podgrzaniu)	<b>5</b>
- reakcja z $\text{I}_2$ (obecność mocnych reduktorów)	<b>6</b>
- reakcja z $\text{I}^-$ (najlepiej w środowisku kwaśnym/ $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (obecność utleniaczy)	<b>7</b>

**Uwaga!** Na podstawie wyniku prób 1 i 2 ustalono podział anionów na grupy wg Bunsena:

I analiza	I gr.	$\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{CN}^-$ , $\text{SCN}^-$ , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ , $\text{ClO}^-$	$\text{Ag}^+$ wytrącają osad nierozp. w rozc. $\text{HNO}_3$ $\text{Ba}^{2+}$ osadu nie wytrącają
	II gr.	$\text{NO}_2^-$ , $\text{S}^{2-}$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$	$\text{Ag}^+$ wytrącają osad rozp. w $\text{HNO}_3$ $\text{Ba}^{2+}$ osadu nie wytrącają
	III gr.	$\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$ , $\text{BO}_2^-$	$\text{Ag}^+$ wytrącają biały osad rozp. w $\text{HNO}_3$ $\text{Ba}^{2+}$ wytrącają biały osad rozp. w $\text{HNO}_3$
II analiza	IV gr.	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{CrO}_4^{2-}$ , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , $\text{AsO}_3^{3-}$ , $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$	$\text{Ag}^+$ wytrącają barwny osad rozp. w $\text{HNO}_3$ $\text{Ba}^{2+}$ wytrącają osad rozp. w $\text{HNO}_3$
	V gr.	$\text{MnO}_4^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{ClO}_3^-$ , $\text{ClO}_4^-$	$\text{Ag}^+$ osadu nie wytrącają $\text{Ba}^{2+}$ osadu nie wytrącają
	VI gr.	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{F}^-$ , $\text{SiF}_6^{2-}$	$\text{Ag}^+$ osadu nie wytrącają $\text{Ba}^{2+}$ wytrącają osad
-	VII gr.	$\text{SiO}_3^{2-}$	$\text{Ag}^+$ wytrącają żółty osad rozp. w $\text{HNO}_3$ $\text{Ba}^{2+}$ wytrącają biały osad rozp. w $\text{HNO}_3$

### Ćwiczenie 32: Przyporządkowanie anionu do grupy oraz określenie właściwości utleniająco – redukujących (anion z zestawu: $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{SCN}^-$ , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{2-}$ , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$ , $\text{NO}_2^-$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{BO}_2^-$ ).

A. Na podstawie podanego niżej postępowania ustal, do której grupy należy każdy anion z zestawu:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{BO}_2^-$  (próba 1 i 2)

#### Postępowanie:

- Niewielkie ilości roztworu anionu przenieść do dwóch probówek.
- Do jednej probówki dodać kroplami  $\text{AgNO}_3$ , do drugiej  $\text{BaCl}_2$ .
- Obserwować wytrącanie lub nie wytrącanie osadu.
- Do wytrąconego osadu dodać 1M  $\text{HNO}_3$ , obserwować ewentualne jego rozpuszczenie.

Zapisz równania wszystkich wykonanych reakcji oraz obserwacje.

B. Określ właściwości utleniająco-redukujące anionów (UWAGA! Tylko dla tych, dla których będzie zachodziła reakcja). W tym celu przeprowadź dwie reakcje:

a) z  $\text{KMnO}_4$  w środowisku kwaśnym (**próba 5**)

b) z  $\text{KI}$  w środowisku kwaśnym (**próba 7**)

Zapisz obserwacje i równania reakcji. Uzupełnij współczynniki w oparciu o bilans elektronowy.

**Ćwiczenie 33: Badanie rozpuszczalności soli srebra wybranych anionów I grupy**

W osobnych probówkach wytrąć osady: AgCl, AgBr, AgI oraz AgSCN. Zapisz równania reakcji.

Zbadaj rozpuszczalność osadów w: stężonym  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

Uzupełnij tabelkę i zapisz równania reakcji.

	kolor	+ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	+ $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
AgCl			
AgBr			
AgI			
AgSCN			

### **Ćwiczenie 34: Reakcje jonów $I^-$ , $Br^-$ z wodą chlorową.**

A. Do niewielkiej ilości roztworu KI dodaj chloroform tak by wyraźnie były widoczne dwie warstwy. Dodajemy wody chlorowej. Energicznie wytrząsamy. Obserwuj zabarwienie warstwy chloroformowej. Zapisz obserwacje i równanie reakcji.

B Do niewielkiej ilości roztworu KBr dodaj chloroform tak by wyraźnie były widoczne dwie warstwy. Roztwór zakwaszamy kwasem solnym i dodajemy wody chlorowej. Energicznie wytrząsamy. Obserwuj zabarwienie warstwy chloroformowej. Zapisz obserwacje i równanie reakcji.

C Zmieszaj niewielkie ilości roztworu KBr i  $NH_4SCN$ . Dodaj chloroform tak by wyraźnie były widoczne dwie warstwy. Roztwór zakwaszamy kwasem solnym i dodajemy wody chlorowej. Energicznie wytrząsamy. Obserwuj zabarwienie warstwy chloroformowej. Zapisz obserwacje i równanie reakcji. Wyjaśnij wynik doświadczenia. Zaproponuj sposób wykrycia tych jonów obok siebie.

### **Ćwiczenie 35: Identyfikacja mieszaniny anionów: $Cl^-$ , $Br^-$ , $I^-$**

W próbówce wirówkowej zmieszaj niewielką ilość anionów  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $I^-$  (roztwór R1)

#### **Oddzielenie jonów $Cl^-$ od jonów $Br^-$ , $I^-$**

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodawaj kroplami  $AgNO_3$  do całkowitego wytrącenia osadu. Odwiruj, sprawdź całkowitość wytrącenia, oddziel osad (O1) od roztworu. Zapisz jonowo odpowiednie równania reakcji. Do osadu (O1) dodaj  $(NH_4)_2CO_3$ , dobrze wymieszaj bagietką, oddziel osad (O2) od roztworu (R2). Zapisz jonowo odpowiednie równania reakcji. Zachowaj próbkę z osadem (O2) do sprawdzenia (P1).

Potwierdzenie obecności jonów  $Cl^-$

Do roztworu (R2) dodaj 6M  $HNO_3$  do wytrącenia białego osadu. Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj próbkę z osadem do sprawdzenia (P2).

Potwierdzenie obecności jonów  $I^-$  i  $Br^-$

Do niewielkiej ilości roztworu wyjściowego (R1) dodajemy chloroform tak by wyraźnie były widoczne dwie warstwy. Roztwór zakwaszamy kwasem siarkowym i dodajemy wody chlorowej. Energicznie wytrząsamy. Fioletowe zabarwienie warstwy chloroformowej świadczy o obecności jonów  $I^-$ . Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj próbkę do sprawdzenia (P3).

Przeprowadź powyższe postępowanie ponownie. Następnie dodawaj kolejne porcje wody chlorowej, energicznie wytrząsając. Zmiana zabarwienia warstwy chloroformowej z fioletowej na żółtą lub żółto-pomarańczową świadczy o obecności jonów  $Br^-$ . Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj próbkę do sprawdzenia (P4).

**Ćwiczenie 36: Wykrywanie obok siebie jonów  $SCN^-$  i  $[Fe(CN)_6]^{4-}$**

Wykonanie próby bibułowej:

- Bibułę filtracyjną (sączek) umieścić na parownicze w taki sposób, aby jego brzegi oparły się na krawędzi parowniczy.
- Następnie za pomocą pipetki plastikowej nanosimy roztwory na środek sączka w odpowiedniej kolejności. W tym celu nabieramy roztwór do pipetki i jej końcówką dotykamy środka bibułki, aby powstała mokra plamka o średnicy ok. 2 cm. Roztworu nie powinno być za dużo, a pomiędzy kolejnymi kroplami roztworów należy zachować odstęp około 1 min. Pomiedzy nanoszeniem różnych roztworów pipetkę trzeba przemywać wodą destylowaną.

Wykonać w parach trzy próby bibułowe identyfikacji:

- jonów  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
- jonów  $\text{SCN}^-$
- mieszaniny jonów  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$  i  $\text{SCN}^-$

W tym celu przygotować próbki z roztworami A, B i C oraz z mieszaniną  $\text{FeCl}_3$  i  $\text{H}_2\text{SO}_4$  rozcz. i  $\text{H}_2\text{O}$  dest.(do przemywania pipetki). Na bibułę nanieść roztwór  $\text{FeCl}_3$  i  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , a następnie roztwór z próbki A. Odstawić do wyschnięcia, obserwować zmiany na bibule, zapisać je wraz z odpowiednimi równaniami reakcji. Czynność powtórzyć w taki sam sposób z roztworami B i C.

### Ćwiczenie 37: Właściwości utleniająco – redukujące jonu $\text{NO}_2^-$

A. Przeprowadź reakcję jonów  $\text{NO}_2^-$  z jonami  $\text{I}^-$  w środowisku kwaśnym (**próba 7**)

B. Przeprowadź reakcję jonów  $\text{NO}_2^-$  z jonami  $\text{MnO}_4^-$  w środowisku kwaśnym (**próba 5**)

C. Przeprowadź reakcję jonów  $\text{NO}_2^-$  z pyłem cynkowym w środowisku zasadowym. Podczas ogrzewania mieszaniny zidentyfikuj wydzielający się gaz.

D. Przeprowadź reakcję jonów  $\text{NO}_2^-$  z roztworem  $\text{FeSO}_4$  i rozcieńczonym  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

E. Przeprowadź reakcję jonów  $\text{NO}_2^-$  ze stałym  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . W jaki sposób stwierdzisz zakończenie reakcji? Przeprowadź odpowiedni test.

Sposób i warunki przeprowadzenia reakcji opisane są w podręczniku.

Dla wszystkich doświadczeń zapis obserwacje i równania reakcji dobierając współczynniki w oparciu o bilans elektronowy. Uzupełnij tabelkę.

	+	środowisko	produkt z azotem	stopień utlenienia azotu
$\text{NO}_2^-$	$\text{I}^-$			
$\text{NO}_2^-$	$\text{MnO}_4^-$			
$\text{NO}_2^-$	Zn			
$\text{NO}_2^-$	$\text{FeSO}_4$ , roz. $\text{H}_2\text{SO}_4$			
$\text{NO}_2^-$	$\text{NH}_4\text{Cl}$			

### **Ćwiczenie 38: Reakcje zapachowe $\text{CH}_3\text{COO}^-$**

A. Przeprowadź reakcje jonów  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  z 1M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Zbadaj zapach po reakcji. Zapisz równanie reakcji (**próba 3**).

B. Przeprowadź reakcje jonów  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  etanolem (lub metanolem) w obecności stężonego  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . (sposób wykonania w Kocjanie). Zbadaj zapach po reakcji. Zapisz równanie reakcji.

### **Ćwiczenie 39: Wybrane reakcje jonów $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$**

A. Przeprowadź reakcje jonów  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  z 1M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Zapisz równania reakcji (**próba 3**)

B. Przeprowadź reakcje jonów  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  z  $\text{KMnO}_4$ , w środowisku kwaśnym (w razie potrzeby ogrzewaj). Zapisz równania reakcji (bilans elektronowy) (**próba 5**)

C. Przeprowadź reakcje jonów  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  z  $\text{I}_2$ , w środowisku kwaśnym. Zapisz równania reakcji (bilans elektronowy) (**próba 6**)

D. Przeprowadź reakcje jonów  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  z jonami  $\text{Ca}^{2+}$ . Sprawdź rozpuszczalność powstałego osadu w kwasie octowym. Zapisz równania reakcji.

Uzupełnij tabelkę:

	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{SO}_3^{2-}$	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	
+ 1M $\text{H}_2\text{SO}_4$				wydzielający się gaz ( <b>próba 3</b> )
+ $\text{KMnO}_4$ ,				odbarwienie? ( <b>próba 5</b> )
+ $\text{I}_2$				czy zachodzi reakcja? ( <b>próba 6</b> )
+ $\text{Ca}^{2+}$ ,				czy wytrąca się osad?
				czy się rozpuszcza w $\text{CH}_3\text{COOH}$ ?



**Ćwiczenie 40: Reakcja charakterystyczna na jon  $\text{BO}_2^-$ .** Pokaz wykonywany przez prowadzącego.

Umieścić na parownicze parę kropli jonów boranowych. Odparować do sucha. Do suchej pozostałości dodaj parę kropel stężonego  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (**próba 4**) oraz alkohol (metylowy lub etylowy). Zawartość parownicy podpalić. Obserwować barwę płomienia.

**Ćwiczenie 41: Analiza kontrolna mieszaniny anionów grup I-III**

**Ćwiczenie 42: Wybrane reakcje jonów  $S_2O_3^{2-}$ ,  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $ClO_3^-$**

A. Przeprowadź reakcje jonów  $S_2O_3^{2-}$ ,  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $ClO_3^-$  z roztworem  $BaCl_2$ . Zapisz równania reakcji. Zbadaj rozpuszczalność powstałych osadów w rozcieńczonym  $HNO_3$ . Zapisz równania reakcji (**próba 2**)

B. Przeprowadź reakcje jonów  $S_2O_3^{2-}$ ,  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $ClO_3^-$  z  $KMnO_4$ , w środowisku kwaśnym. Zapisz równania reakcji (bilans elektronowy) (**próba 5**)

C. Przeprowadź reakcje jonów  $S_2O_3^{2-}$ ,  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $ClO_3^-$  z  $I_2$ . Zapisz równania reakcji (bilans elektronowy) (**próba 6**)

Uzupełnij tabelkę:

	$S_2O_3^{2-}$	$AsO_2^-$	$PO_4^{3-}$	$NO_3^-$	$SO_4^{2-}$	$ClO_3^-$	
+ $Ba^{2+}$							osad, kolor ( <b>próba 2</b> )
							+ $HNO_3$
+ $KMnO_4$ ,							odbarwienie ? ( <b>próba 5</b> )
							produkt reakcji
+ $I_2$							odbarwienie? ( <b>próba 6</b> )
							produkt reakcji

**Ćwiczenie 43: Przyporządkowanie anionu do grupy oraz określenie właściwości utleniająco – redukujących (anion z zestawu:  $S_2O_3^{2-}$ ,  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ )**

A. Ustal do której grupy anionów należy anion obecny w roztworze otrzymanym od prowadzącego (po jednym anionie w dwóch probówkach) (**próba 1 i 2**)

*Postępowanie:*

- Niewielkie ilości otrzymanych roztworów przenieść do dwóch probówek
- Do jednej probówki dodać kroplami  $AgNO_3$ , do drugiej  $BaCl_2$
- Obserwować wytrącanie lub nie wytrącanie osadu
- Do probówek gdzie wytrącił się osad dodać 1M  $HNO_3$ , obserwować ewentualne rozpuszczenie osadu.
- Na podstawie wykonanych reakcji ustalić do której grupy analitycznej należy anion.
- To samo postępowanie wykonać dla drugiego roztworu

Zapisz równania wszystkich wykonanych reakcji oraz obserwacje.

B. Ustal czy otrzymany anion to reduktor czy utleniacz. W tym celu przeprowadź reakcje z  $KMnO_4$  w środowisku kwaśnym oraz z  $KI$  w środowisku kwaśnym. Zapisz obserwacje i równania reakcji. Uzupełnij współczynniki w oparciu o bilans elektronowy (**próba 5 i 7**)

**Ćwiczenie 44: Wybrane reakcje jonów  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$**

A. W oddzielnych probówkach przeprowadź reakcje jonów  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$  z mieszaniną magnezową ( $MgCl_2$ ,  $NH_4Cl$ ,  $NH_3H_2O$ ). Zapisz równania reakcji i obserwacje.

B. Przeprowadź reakcje jonów  $\text{AsO}_2^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  z  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  w nadmiarze stężonego  $\text{HNO}_3$  (Do  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  dodawaj kroplami stężony  $\text{HNO}_3$  aż do rozpuszczenia powstałego osadu. Następnie dodaj niewielką ilość badanych jonów). Zapisz równania reakcji i obserwacje.

#### **Ćwiczenie 45: Reakcje jonów $\text{AsO}_2^-$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ z AKT**

Przeprowadź reakcje jonów  $\text{AsO}_2^-$  i  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  z AKT w środowisku silnie kwaśnym (zakwasz HCl). Ogrzewaj 10 minut na łaźni wodnej. Obserwuj postać i kolor powstałych osadów. Zapisz równania reakcji.

#### **Ćwiczenie 46: Reakcje jonów $\text{NO}_3^-$ , $\text{ClO}_3^-$ z pyłem cynkowym**

A. Przeprowadź reakcję jonów  $\text{NO}_3^-$  z pyłem cynkowym w środowisku zasadowym (dodać NaOH). Ogrzewaj mieszaninę w parownicze tak długo aż wydzielający się gaz zabarwi zwilżony papierek lakmusowy. Zapisz równanie reakcji (bilans elektronowy)

B. Przeprowadź reakcję jonów  $\text{ClO}_3^-$  z pyłem cynkowym w środowisku kwaśnym (3M  $\text{HNO}_3$ ). Ogrzewaj. Następnie odlej małą część roztworu i dodaj do niej  $\text{AgNO}_3$ . Zapisz równania obu reakcji (redoks).

#### **Ćwiczenie 47: Reakcja obrączkowa dla $\text{NO}_3^-$**

Przeprowadź reakcję jonów  $\text{NO}_3^-$  z roztworem  $\text{FeSO}_4$  w środowisku stężonego  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (sposób wykonania w Kocjanie). Zapisz obserwacje i równania reakcji.

### Ćwiczenie 48: Identyfikacja mieszaniny anionów: $S_2O_3^{2-}$ , $AsO_2^-$ , $PO_4^{3-}$ , $NO_3^-$ , $SO_4^{2-}$

W próbówce wirówkowej zmieszaj niewielką ilość anionów  $S_2O_3^{2-}$ ,  $AsO_2^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$  (roztwór R1).

#### Potwierdzenie obecności jonów $S_2O_3^{2-}$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj kilka kropli HCl. Oczekaj 5 minut. Zapisz obserwacje i jonowo równanie reakcji. Zachowaj próbkę do sprawdzenia (P1).

#### Potwierdzenie obecności jonów $AsO_2^-$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj AKT. Zakwasz stężonym HCl. Ogrzewaj na łaźni wodnej 10 minut. Zapisz obserwacje i jonowo równanie reakcji. Zachowaj próbkę do sprawdzenia (P2).

#### Potwierdzenie obecności jonów $PO_4^{3-}$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj mieszaniny magnezowej. Zapisz obserwacje i jonowo równanie reakcji. Zachowaj próbkę do sprawdzenia (P3).

#### Potwierdzenie obecności jonów $SO_4^{2-}$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj  $Sr(NO_3)_2$ . Dobrze wymieszaj i dodaj jeszcze trochę  $Sr(NO_3)_2$ . Oddziel osad od roztworu. Do osadu dodaj 1M HCl. Dobrze wymieszaj. Jeśli osad nie rozpuszcza się całkowicie świadczy to o obecności jonów  $SO_4^{2-}$ . Zapisz jonowo równania reakcji. Zachowaj próbkę do sprawdzenia (P4).

#### Potwierdzenie obecności jonów $NO_3^-$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj 6M NaOH. Dodaj odrobinę pyłu cynkowego. Ogrzewaj. Nad wylotem próbki trzymaj zwilżony wodą papierek wskaźnikowy. Obserwuj niebieskie zabarwienie. Zapisz jonowo równania reakcji i zachowaj próbkę i papierek do sprawdzenia (P5).

**Ćwiczenie 49: Analiza kontrolna mieszaniny anionów grup IV-VII**

### Ćwiczenie 50: Identyfikacja mieszaniny anionów: $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$

W próbówce wirówkowej zmieszaj niewielką ilość anionów  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  (roztwór R1)

#### Oddzielenie jonów $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodawaj kroplami 1M  $\text{HNO}_3$  aby usunąć jon  $\text{CO}_3^{2-}$ . Sprawdź czy roztwór ma odczyn kwaśny i dodaj  $\text{AgNO}_3$ . Odwiruj, sprawdź całkowitą wytrącenia, oddziel osad (O1) od roztworu. Zapisz jonowo odpowiednie równania reakcji.

#### Oddzielenie jonów $\text{Cl}^-$ od $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$

Do osadu (O1) dodaj  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , dobrze wymieszaj bagietką, oddziel osad (O2) od roztworu (R2). Zapisz jonowo odpowiednie równania reakcji. Zachowaj próbkę z osadem (O2) do sprawdzenia (P1).

#### Potwierdzenie obecności jonów $\text{Cl}^-$

Do roztworu (R2) dodaj 6M  $\text{HNO}_3$  do wytrącenia białego osadu. Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj próbkę z osadem do sprawdzenia (P2).

#### Potwierdzenie obecności jonów $\text{I}^-$ i $\text{Br}^-$

Do niewielkiej ilości roztworu wyjściowego (R1) dodajemy chloroform tak by wyraźnie były widoczne dwie warstwy. Roztwór zakwaszamy kwasem siarkowym i dodajemy wody chlorowej. Energicznie wytrząsamy. Fioletowe zabarwienie warstwy chloroformowej świadczy o obecności jonów  $\text{I}^-$ . Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj próbkę do sprawdzenia (P3).

Przeprowadź powyższe postępowanie ponownie. Następnie dodawaj kolejne porcje wody chlorowej, energicznie wytrząsając. Zmiana zabarwienia warstwy chloroformowej z fioletowej na żółtą lub żółto-pomarańczową świadczy o obecności jonów  $\text{Br}^-$ . Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj próbkę do sprawdzenia (P4).



Potwierdzenie obecności jonów  $CO_3^{2-}$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj 6M  $HNO_3$ . Umieść probówkę na łaźni wodnej i obserwuj wydzielanie się bąbelków gazu. Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj probówkę do sprawdzenia (P5)

Potwierdzenie obecności jonów  $SO_4^{2-}$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj 6M  $HNO_3$  do całkowitego usunięcia jonów węglanowych. Dodaj  $BaCl_2$ . Obserwuj wydzielanie się białego osadu. Zapisz jonowo równanie reakcji i zachowaj probówkę do sprawdzenia (P6)

Potwierdzenie obecności jonów  $NO_3^-$

Do niewielkiej ilości roztworu (R1) dodaj 6M  $NaOH$ . Dodaj odrobinę pyłu cynkowego. Ogrzewaj. Nad wylotem próbówki trzymaj zwilżony wodą papierek wskaźnikowy. Obserwuj niebieskie zabarwienie. Zapisz jonowo równania reakcji i zachowaj próbówkę i papierek do sprawdzenia (P7)

**Ćwiczenie 51: Rozdział i identyfikacja jonów w znanej mieszaninie rozpuszczalnych soli**

Zestaw 1: mieszanina A:  $Cd(NO_3)_2 + NaCl$ , mieszanina B:  $Co(NO_3)_2 + FeCl_3$

Zestaw 2: mieszanina A:  $NaNO_3 + CuSO_4$ , mieszanina B:  $AlCl_3 + Zn(NO_3)_2$

Zestaw 3: mieszanina A:  $Co(NO_3)_2 + SbCl_3$ , mieszanina B:  $NaCl + NaClO_3$

Zestaw 4: mieszanina A:  $MnCl_2 + NH_4NO_3$ , mieszanina B:  $(NH_4)_2C_2O_4 + FeCl_3$

Zestaw 5: mieszanina A:  $AlCl_3 + KI$ , mieszanina B:  $FeCl_3 + NH_4NO_3$

Ćwiczenie wykonać w parach. Zmieszać wskazane przez prowadzącego roztwory soli (jeden zestaw na parę). Na podstawie zdobytej do tej pory wiedzy i umiejętności zaproponować sposób rozdziału i jednoznacznej identyfikacji jonów zawartych w mieszaninie. Przedstawić swój pomysł prowadzącemu. Po akceptacji wykonać zaproponowane reakcje. Zapisać równania reakcji i obserwacje.

### Ćwiczenie 52: Identyfikacja jonów w nieznanym mieszaninie rozpuszczalnych soli.

Każdy student otrzymuje trzy nieznanne mieszaniny rozpuszczonych soli. Ćwiczenie polega na ustaleniu, które zestawy otrzymano do identyfikacji. Zapisać tok postępowania i wszystkie wykonywane reakcje (również te negatywne).

Możliwe zestawy:

- NaCl
- KCl
- CaCl<sub>2</sub>
- CH<sub>3</sub>COONa
- MgSO<sub>4</sub>
- Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- NaCl+KCl
- NaCl+Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- KCl+Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- KCl+MgCl<sub>2</sub>+NaCl
- NaCl+KCl+Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- CaCl<sub>2</sub>+NaCl+MgCl<sub>2</sub>
- K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+CaCl<sub>2</sub>+NaCO<sub>3</sub>+MgCl<sub>2</sub>
- CH<sub>3</sub>COONa+CaCl<sub>2</sub>+MgSO<sub>4</sub>+KCl
- CH<sub>3</sub>COONa+CaCl<sub>2</sub>+MgCl<sub>2</sub>+KCl

### Ćwiczenie 53: Określanie tożsamości jonów (Farmakopea VII-IX (2008-2013)).

Badanie tożsamości wg Farmakopei Polskiej należy wykonywać w probówkach. Odczynniki bezwzględnie należy dodawać w podawanej kolejności. Obserwacje prowadzi się (jeżeli przepisy nie stanowią inaczej) po 3 minutach. Zmętnienie białe należy obserwować na czarnym tle a zmętnienie barwne na matowym białym tle. Do oznaczeń stosuje się 1 ml analizowanego roztworu o stężeniu 10 g/l.

Przed przystąpieniem do systematycznej analizy ocenia się następujące parametry:

a) właściwości fizyczne (stan skupienia, barwa)

b) odczyn roztworu

Określanie tożsamości jonów:

**Wykonaj poniżej podane próby na roztworach otrzymanych od prowadzącego (3 roztwory). Określ tożsamość jonów obecnych w roztworze.**

#### 1. Jon chlorkowy

Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 0,1 molowego roztworu azotanu (V) srebra. Wytrąca się biały serowaty osad. Sprawdzić rozpuszczalność powstałego osadu w 10% amoniaku. Osad powinien wytrącić się na nowo po zakwaszeniu roztworu kwasem azotowym (V).

#### 2. Jon bromkowy

Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 10% kwasu solnego, kilka kropel roztworu chloraminy T i wytrząsnąć z 2 ml chloroformu. Zaobserwować zmianę zabarwienia warstwy chloroformowej (żółte lub żółtopomarańczowe).

#### 3. Jon jodkowy

A. Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 10% kwasu solnego, kilka kropli 10% azotanu (III) sodu i wytrząsnąć z 2 ml chloroformu. Zaobserwować zmianę zabarwienia warstwy chloroformowej (różowe).

B. Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 0,1 molowego roztworu azotanu (V) srebra. Wytrąca się żółty osad. Potwierdź, że dany osad nie rozpuszcza się 10% w amoniaku i kwasie azotowym (V).

#### 4. Jon siarczanowy (VI)

A. Do 1 ml analizowanego roztworu dodać 0,5 ml 1 molowego roztworu chlorku baru. Wytrąci się biały osad, nierozpuszczalny w kwasie solnym.

B. Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 10% roztworu octanu ołowiu (II). Zaobserwuj wytrącanie się białego osadu.

#### 5. Jon węglanowy

Do 1 ml próby dodawać 10% kwas solny do momentu wydzielania się pęcherzyków gazu, następnie do próby dodać kilka kropli wody wapiennej lub 10% roztworu wodorotlenku baru. Powinien wytrącić

się biały osad.

#### 6. Jon azotanowy (V)

1. Do 1 ml próby dodać 3 ml świeżo przyrządzonego 2% roztworu siarczanu żelaza (II), następnie podwarstwić (dodać i nie mieszać) 3 ml stężonego kwasu siarkowego (IV). Na granicy warstw powstanie ciemnobrunatny pierścień.

#### 7. Jon octanowy

A. Do 1 ml próby dodać 3 krople 10% roztworu chlorku żelaza (III) – powstaje ciemnoczerwone zabarwienie.

B. Do 1 ml próby dodać równą objętość stężonego kwasu siarkowego (VI), 1 ml etanolu (metanolu) i ogrzać – z roztworu wydziela się zapach octanu etylu.

C. 1 ml próby ogrzewać z 0,5 ml stężonego kwasu siarkowego (VI) – wydziela się zapach kwasu octowego.

#### 8. Jon fosforanowy

A. Do 1 ml próby dodać kilka kropli azotanu (V) srebra – powstaje żółty osad rozpuszczalny w kwasie azotowym (V) i amoniaku.

B. Do 1 ml próby dodać 1 – 2 krople stężonego kwasu azotowego (V), kilka kropli molibdenianu amonowego i ogrzać – powstaje żółty osad.

#### 9. Jon sodowy

Do 1 ml próby dodać 1 ml roztworu heksahydroksoantymonianu potasowego – powstaje biały, krystaliczny osad.

#### 10. Jony potasu

Do 1 ml próby dodać 0,5 ml przygotowanego na świeżo roztworu heksanitrokobaltanu (III) sodu o stężeniu 2% – powstaje żółty osad.

#### 11. Jon wapniowy

Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 4% roztworu szczawianu amonowego; powstaje biały, krystaliczny osad, rozpuszczalny w kwasie solnym.

#### 12. Jon żelaza (II)

A. Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 15% roztworu wodorotlenku sodu – powstaje zielony osad, przyjmujący szybko zabarwienie brunatne.

B. Do 1 ml próby dodać 0,5 ml 10% kwasu solnego i trzy krople 1% roztworu heksacjanożelazianu

(III) potasu – powstaje ciemnoniebieski osad.

### 13. Jony cynku

A. Do 1 ml próby dodać 0,5 ml AKT w środowisku zasadowym i 0,5 ml 2M kwasu octowego – powstaje biały osad nierozpuszczalny w kwasie octowym.

B. Do 1 ml próby dodać 0,5 ml kwasu solnego (20%) i 0,5 ml roztworu heksacyjanożelazianu (II) potasu – powstaje biały osad zmieniający barwę na żółtobrunatną, nierozpuszczalny w kwasie solnym.

### **Ćwiczenie 54: Określanie tożsamości jonów w preparatach farmaceutycznych (Farmakopea VII-IX (2008-2013)).**

Wykonaj analizę podanych preparatów farmaceutycznych podobnie jak w podanym przykładzie:

#### ***Kalium iodatum* – stosowany w płynach ifuzyjnych**

**Postać i właściwości:** bezbarwne kryształy lub biały proszek, bez zapachu

**pH** 10% roztworu 5,0 – 7,0

**Rozpuszczalność:** substancja bardzo łatwo rozpuszcza się w wodzie

#### **Określenie tożsamości**

A. Substancja daje reakcje na jon potasowy – żółty osad

B. Substancja daje reakcje na jon jodkowy - różowe zabarwienie warstwy chloroformowej

#### **Sól Karlsbardska - *Sal Carolinum artificiale***

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości jonów:

#### **Sól Emska – *Sal Ems artificiale***

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości jonów:

**Sól Vichy – Sal Vichy artificiale**

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości jonów:

**Zincum sulfuricum - preparat ściągający**

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości:

A. 0,125 g substancji rozpuścić w 2,5 ml wody, dodać 3 krople 15% roztworu wodorotlenku sodowego; powstaje biały, bezpostaciowy osad, rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika; następnie dodać 3 krople roztworu siarczku sodowego – powstaje biały osad.

B. Potwierdzenie tożsamości jonów

**Magesium sulfuricum – preparat przeczyszczający**

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości:

A. 0,05 g substancji rozpuścić w 2,5 ml wody, dodać 1,5 ml 10% amoniaku - powstaje biały osad. Następnie dodawać 10% roztwór chlorku amonowego do rozpuszczenia osadu i dodać 1 ml 10% roztworu wodorofosforanu sodowego; powstaje biały osad.

B. Potwierdzenie tożsamości jonów

**Magesium oxydatum – preparat alkalizujący sok żołądkowy**

Postać i właściwości (rozpuszczalność w kwasach i w wodzie):

Określenie tożsamości:

A. 0,05 g substancji rozpuścić w 1 ml 10% kwasu solnego, dodać 1,5 ml wody i 1,5 ml 10% amoniaku; powstaje biały osad. Następnie dodawać 10% roztwór chlorku amonowego do rozpuszczenia osadu i dodać 1 ml 10% roztworu wodorofosforanu sodowego – powstaje biały osad.

B. 0,05 g substancji rozpuścić w 1 ml 10% kwasu solnego, dodać kroplę 0,5 molowego roztworu dwuchromianu potasowego, 0,5 ml eteru i wytrząsać – nie powinno powstawać niebieskie zabarwienie warstwy eterowej.

**Cuprum sulfuricum** – preparat przyżegający

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości:

A. 0,125 g substancji rozpuścić w 5 ml wody i dodać 3 krople 10% amoniaku - powstaje niebieskawozielony osad, rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika

B. Potwierdzenie tożsamości jonów

**Roztwór chlorku wapniowego do wstrzykiwań - Injecto Calcii chlorati**

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości jonów:

**Aqua Calcis** – preparat przeciwzapalny alkalizujący

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości:

A. Preparat mętnieje po zagotowaniu, a po ostygnięciu w znacznym stopniu się przejaśnia.

B. Preparat w zetknięciu z powietrzem pokrywa się białą błonką i stopniowo mętnieje

C. Potwierdzenie tożsamości jonów

**Hydrogenium peroxidatum 30%**

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości:

Do 1 ml preparatu dodać 9 ml wody:

a) do 3 ml roztworu dodać 1 ml stężonego kwasu siarkowego (VI) i powoli kroplami 0,5% roztwór nadmanganianu potasu – roztwór odbarwia się i wydziela się obficie tlen.

b) do 1 ml roztworu dodać 0,2 ml 16% kwasu siarkowego (VI), 2 ml eteru, 0,2 ml 5% roztworu dichromianu potasowego i wytrząsnąć – warstwa eterowa zabarwia się na ciemnoniebiesko

**Nadmanganian potasu - Kalium hypermanganicum**

Postać i właściwości:

Określenie tożsamości:

0,005 g substancji rozpuścić w 5 ml wody (roztwór ma fioletowe zabarwienie) i dodać 1 ml 16% kwasu siarkowego (VI):

a) do 2 ml roztworu dodać 0,5 ml 3% nadtlenku wodoru – roztwór natychmiast odbarwia się;



b) do 2 ml roztworu, ogrzanego do temperatury około 80 ° C, dodać 0,5 ml 1% roztworu kwasu szczawiowego – roztwór prawie natychmiast odbarwia się

**Ćwiczenie 55: Analiza mieszaniny kationów i anionów.**

Przeprowadź rozdział i identyfikację mieszaniny jonów otrzymanej przez prowadzącego. (kationy I-V i aniony I-VI)

**Ćwiczenie 56: Analiza kontrolna mieszaniny kationów i anionów.**