Ćwiczenie 1.3.

Analiza jakościowa soli prostej

Dlaczego analiza jakościowa ma znaczenie?

Klasyczna analiza jakościowa jest modelem procesu decyzyjnego: obserwacja sygnału chemicznego (barwy, powstania osadu, rozpuszczalności osadu lub wydzielania gazu) ogranicza liczbę możliwych hipotez, a kolejny test służy ich potwierdzeniu lub odrzuceniu. Taka logika jest bliska interpretacji wyników w diagnostyce i analizie danych: wynik pojedynczego testu nie zawsze jest rozstrzygający, dlatego znaczenie mają selektywność, interferencje i zgodność kilku niezależnych obserwacji.

Najważniejsze zagadnienia

- **Jony i związki jonowe** – budowa soli, kationy i aniony oraz zapis wzorów związków jonowych.
- **Roztwory wodne i elektrolity** – dysocjacja elektrolityczna soli oraz zachowanie jonów w roztworze wodnym.
- **Reakcje chemiczne w roztworach wodnych** – reakcje strącania osadów, reakcje kwas–zasada, reakcje kompleksowania.
- **Równania jonowe reakcji** – zapis jonowy pełny i skrócony oraz identyfikacja jonów biorących udział w reakcji.
- **Rozpuszczalność i strącanie osadów** – podstawowe reguły rozpuszczalności soli, iloczyn rozpuszczalności.
- Reakcje charakterystyczne wybranych kationów i anionów.

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest identyfikacja kationu i anionu tworzących nieznaną sól prostą na podstawie sekwencji reakcji jakościowych oraz ocena, w jaki sposób kolejne obserwacje zawężają zbiór możliwych rozwiązań. Student ma nie tylko wskazać skład badanej soli, lecz także uzasadnić tok rozumowania, odróżnić obserwację od wniosku i ocenić selektywność zastosowanych testów.

1. Aparatura i wyposażenie

- statyw na probówki;
- probówki szklane – minimum 10–12 szt. na stanowisko;
- pipety Pasteura / zakraplacze przypisane do poszczególnych odczynników;
- tryskawka z wodą destylowaną/dejonizowaną;
- łaźnia wodna do łagodnego ogrzewania próby na NH_4^+;
- uniwersalne papierki wskaźnikowe do potwierdzenia wydzielania NH_3;
- szkiełko zegarkowe oraz pipeta kapilarna lub zakraplacz do próby fosforanowej;
- mikroskop optyczny – jeśli stosowana jest mikrokrystaliczna próba fosforanowa;
- dygestorium – do próby azotanowej i pracy z odczynnikiem zawierającym stężony H_2SO_4;
- pojemniki na odpady zawierające metale ciężkie, Ag^+ i Cr(VI), zgodnie z oznakowaniem stanowiska.

2. Odczynniki i materiały

- nieznana sól prosta oznaczona symbolem X;
- woda destylowana/dejonizowana;
- roztwory robocze: NaOH, NH_4OH, HCl, HNO_3 i CH_3COOH;
- magnezon (odczynnik magnezowy);

- roztwór $(NH_4)_2C_2O_4$;
- roztwór KSCN;
- alkoholowy roztwór dimetyloglioksymu (DMG);
- roztwór $K_4[Fe(CN)_6]$ do potwierdzania Zn^{2+};
- roztwór K_2CrO_4 do potwierdzania Pb^{2+};
- roztwór H_2O_2 oraz roztwór soli Ba^{2+} do potwierdzania Cr^{3+};
- roztwór $AgNO_3$ i roztwór $BaCl_2$ do analizy anionów;
- mieszanina magnezowa do potwierdzania PO_4^{3-};
- odczynnik difenyloaminowy w H_2SO_4 do potwierdzania NO_3^-.

Zasada pracy

Nie wykonuj wszystkich testów po kolei „na wszelki wypadek”. Najpierw wykorzystaj obserwacje wstępne, a następnie wybierz testy, które najlepiej pasują do postawionych hipotez. Każdy niezależny test wykonuj na świeżej porcji roztworu pierwotnego, chyba że instrukcja wyraźnie opisuje dalszą reakcję z tym samym osadem.

3. Przygotowanie roztworu pierwotnego i badania wstępne

1. Do probówki z nieznaną solą X dodać wodę destylowaną do poziomu zaznaczonego na probówce.
2. Probówkę zamknąć i mieszać przez około 1 min. Ocenić, czy sól rozpuszcza się całkowicie, częściowo czy bardzo słabo.
3. Zapisać barwę roztworu. Barwę traktować wyłącznie jako informację wstępną – nie jako test potwierdzający.
4. Na podstawie rozpuszczalności i barwy roztworu zawęzić listę możliwych kationów i anionów.
5. Jeżeli roztwór jest wyraźnie stężony lub powstaje duża ilość osadu w testach wstępnych, przygotować robocze rozcieńczenie zgodnie z poleceniem prowadzącego. Roztwór używany do dalszych testów oznaczyć jako roztwór pierwotny.

3.1. Barwa roztworu jako cecha przesiewowa

Kation	Typowa barwa roztworu wodnego	Znaczenie w algorytmie
Cr^{3+}	zielona lub fioletowa	wskazówka; wymaga potwierdzenia reakcyjnego
Fe^{3+}	żółta do brunatnej	wskazówka; potwierdzić KSCN
Ni^{2+}	zielona	wskazówka; potwierdzić DMG
Cu^{2+}	niebieska / niebieskozielona	silna wskazówka; potwierdzić NH_3
pozostałe kationy z puli	zwykle bezbarwna	brak barwy nie identyfikuje jonu

3.2. Reguły rozpuszczalności przydatne w ćwiczeniu

Tabela ma charakter orientacyjny i służy do zawężania hipotez. Rozpuszczalność zależy od temperatury, stężenia i formy chemicznej; dlatego sama rozpuszczalność nie jest dowodem obecności lub braku konkretnego jonu.

Kation	Cl^-	CO_3^{2-}	SO_4^{2-}	PO_4^{3-}	NO_3^-
NH_4^+	R	R	R	R	R
Mg^{2+}	R	NR/SR	R	NR	R
Ca^{2+}	R	NR	SR	NR	R
Cr^{3+}	R	NR / hydroliza	R	NR	R
Fe^{3+}	R	NR / hydroliza	R	NR	R
Ni^{2+}	R	NR	R	NR	R
Cu^{2+}	R	NR	R	NR	R
Ag^+	NR	NR	SR	NR	R
Zn^{2+}	R	NR	R	NR	R
Pb^{2+}	SR	NR	NR	NR	R

R – rozpuszczalna; SR – słabo rozpuszczalna; NR – praktycznie nierozpuszczalna.

Wynik ujemny też jest wynikiem

Brak osadu, brak zmiany barwy albo rozpuszczenie osadu po dodaniu kolejnego odczynnika są informacją decyzyjną. W karcie pracy zapisuj wszystkie wykonane testy – także te, które dały wynik ujemny.

4. Identyfikacja kationu — algorytm postępowania

Badana próbka zawiera tylko jeden kation. Nie wykonuje się klasycznej systematycznej separacji grupowej. Po badaniach wstępnych należy wybrać najbardziej informacyjny test charakterystyczny, a następnie – jeśli jest to potrzebne – test potwierdzający.

Etap	Pytanie	Działanie	Decyzja
A	Czy roztwór jest barwny?	Porównaj z tabelą 3.1.	Zawęź do Cr^{3+} / Fe^{3+} / Ni^{2+} / Cu^{2+} lub przejdź dalej.
B	Czy potrzebny jest test przesiewowy?	Na świeżej porcji dodaj NaOH kroplami i obserwuj barwę osadu / brak osadu.	Wybierz 1–3 najbardziej prawdopodobne kationy.
C	Czy reakcja charakterystyczna jest dodatnia?	Wykonaj test z tabeli 4.1.	Jeśli tak – przejdź do potwierdzenia. Jeśli nie – odrzuć hipotezę.
D	Czy wynik jest zgodny z obserwacjami wstępnymi?	Porównaj barwę, rozpuszczalność i reakcje potwierdzające.	Zidentyfikuj kation lub powtórz test na świeżej porcji.

4.1. Reakcje charakterystyczne kationów

Kation	Wykonanie	Wynik dodatni	Potwierdzenie / interpretacja
NH_4^+	Do 1–2 cm^3 roztworu dodać kilka kropli NaOH i łagodnie ogrzać w łaźni wodnej. Nad wylotem probówki umieścić zwilżony uniwersalny papierek wskaźnikowy.	Papierek zmienia barwę na niebieską wskutek wydzielania NH_3.	$NH_4^+ + OH^- \rightarrow NH_3\uparrow + H_2O$.
Mg^{2+}	Do świeżej porcji dodać NaOH, następnie magnezon.	Powstaje intensywnie niebieskie zabarwienie / niebieski „lake”.	Barwnik adsorbuje się na powstającym $Mg(OH)_2$.
Ca^{2+}	Do 1–2 cm^3 roztworu dodać kilka kropli $(NH_4)_2C_2O_4$.	Biały osad CaC_2O_4.	Osad nie rozpuszcza się w CH_3COOH; rozpuszcza się w mocnych kwasach.
Cr^{3+}	Dodać NaOH do powstania szarozielonego $Cr(OH)_3$, następnie nadmiar NaOH do rozpuszczenia.	Wytrąca się szarozielony osad $Cr(OH)_3$..	Po dodaniu roztworu Ba^{2+} powstaje żółty $BaCrO_4$.
Fe^{3+}	Do ok. 1 cm^3 roztworu dodać 1–2 krople KSCN.	Intensywne krwistoczerwone zabarwienie.	Tworzy się kompleks Fe–SCN.
Ni^{2+}	Do świeżej porcji dodać kilka kropli $NH_3{\cdot}H_2O$, następnie 2–3 krople alkoholowego dimetyloglioksymu.	Różowoczerwony / malinowoczerwony osad $Ni(DMG)_2$.	Osad jest charakterystycznym potwierdzeniem Ni^{2+}.
Cu^{2+}	Dodawać NH_4OH kroplami do 1–2 cm^3 roztworu, następnie dodać niewielki nadmiar.	Najpierw niebieski osad, następnie po nadmiarze NH_3 intensywnie ciemnoniebieski roztwór.	Tworzy się kompleks amminowy Cu(II).
Ag^+	Do świeżej porcji dodać 1–2 krople HCl. Do powstałego osadu dodawać NH_4OH do rozpuszczenia, a następnie zakwasić HNO_3.	Biały AgCl → rozpuszczenie w NH_3 → ponowne wytrącenie po HNO_3.	Sekwencja trzech etapów stanowi potwierdzenie Ag^+.
Zn^{2+}	Dodać 1-2 krople $Co(NO_3)_2$ a następnie kilka kropel $(NH_4)_2Hg(SCN)_4$.	Niebieski osad tetratiocyjanianokobaltan(II) amonu .	Jon Zn^{2+} wypiera z soli jon Co^{2+} umożliwiając mu stworzenie barwnego kompleksu.
Pb^{2+}	Do świeżej porcji dodać kilka kropli K_2CrO_4.	Intensywnie żółty osad $PbCrO_4$.	$Pb^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow PbCrO_4\downarrow$.

5. Identyfikacja anionu — algorytm postępowania

Anion identyfikuje się na świeżych porcjach roztworu pierwotnego. Podstawą jest wzór odpowiedzi na dwa odczynniki przesiewowe: $AgNO_3$ i $BaCl_2$.

1. Do pierwszej probówki wprowadzić ok. 1–2 cm^3 roztworu pierwotnego i dodać kilka kropli $AgNO_3$. Zanotować, czy powstał osad i jaka jest jego barwa.
2. Jeżeli powstał osad, dodać kilka kropli HNO_3 i sprawdzić, czy osad się rozpuszcza.
3. Do drugiej probówki wprowadzić nową porcję roztworu pierwotnego i dodać kilka kropli $BaCl_2$. Zanotować wynik.
4. Jeżeli powstał osad, dodać kilka kropli HNO_3 i sprawdzić jego rozpuszczalność.
5. Porównać uzyskany wzorzec reakcji z tabelą 5.1. Jeśli pasuje do więcej niż jednego anionu, wykonać reakcję potwierdzającą.

5.1. Wzorzec odpowiedzi anionów

Anion	$AgNO_3$ – osad	po HNO_3	$BaCl_2$ – osad	po HNO_3	Potwierdzenie
Cl^-	biały AgCl	nie rozpuszcza się	brak	—	wzorzec AgCl; w razie potrzeby AgCl rozpuścić w NH_3 i ponownie wytrącić HNO_3
CO_3^{2-}	jasny / żółtawy	rozpuszcza się	biały	rozpuszcza się	na świeżej porcji dodać kwas: wydzielanie CO_2
SO_4^{2-}	zwykle brak widocznego osadu	—	biały $BaSO_4$	nie rozpuszcza się	nierozpuszczalność $BaSO_4$ w HNO_3
PO_4^{3-}	żółty Ag_3PO_4	rozpuszcza się	biały	rozpuszcza się	mieszanina magnezowa → krystaliczny $MgNH_4PO_4$
NO_3^-	brak	—	brak	—	próba difenyloaminowa → ciemnoniebieskie zabarwienie

5.2. Reakcje potwierdzające aniony

Anion	Wykonanie	Wynik dodatni	Uwagi
CO_3^{2-}	Do świeżej porcji roztworu dodać kilka kropli rozcieńczonego HCl.	Wydzielanie bezbarwnego gazu – CO_2.	Reakcję wykonywać na świeżej porcji, ponieważ wcześniejsze zakwaszenie usuwa CO_3^{2-}.
PO_4^{3-}	Na szkiełko mikroskopowe nanieść 2 krople próbki i kroplę mieszaniny magnezowej. Postępować zgodnie z instrukcją stanowiskową; w razie stosowania próby mikrokrystalicznej obserwować pod mikroskopem.	Białe, charakterystyczne kryształy $MgNH_4PO_4$; w próbie mikrokrystalicznej mogą tworzyć formy rozgałęzione / krzyżowe.	Nie interpretować samego białego zmętnienia bez właściwego obrazu krystalicznego.
NO_3^-	Wyłącznie pod dygestorium: do czystej probówki dodać kilka kropli odczynnika difenyloaminowego w H_2SO_4, następnie ostrożnie 1 kroplę badanej próbki.	Ciemnoniebieskie zabarwienie.	Silne utleniacze mogą dawać wynik dodatni; w puli tego ćwiczenia nie występują inne aniony utleniające.

6. Najważniejsze równania jonowe

Jon	Równanie / zapis reakcji
NH_4^+	$NH_4^+ + OH^- \rightarrow NH_3\uparrow + H_2O$
Mg^{2+}	$Mg^{2+} + 2OH^- \rightarrow Mg(OH)_2\downarrow$
Ca^{2+}	$Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} \rightarrow CaC_2O_4\downarrow$
Cr^{3+}	$Cr^{3+} + 3OH^- \rightarrow Cr(OH)_3\downarrow$; po utlenieniu w zasadowym środowisku powstaje CrO_4^{2-}

Jon	Równanie / zapis reakcji
Fe^{3+}	$Fe^{3+} + SCN^- \rightleftharpoons$ kompleks Fe–SCN (krwistoczerwony)
Ni^{2+}	$Ni^{2+} + 2\ DMG \rightarrow Ni(DMG)_2\downarrow$
Cu^{2+}	$Cu^{2+} + 2OH^- \rightarrow Cu(OH)_2\downarrow$; w nadmiarze NH_3 powstaje ciemnoniebieski kompleks amminowy
Ag^+	$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl\downarrow$; $AgCl + 2NH_3 \rightleftharpoons [Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^-$
Pb^{2+}	$Pb^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow PbCrO_4\downarrow$
Cl^-	$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl\downarrow$
CO_3^{2-}	$CO_3^{2-} + 2H^+ \rightarrow CO_2\uparrow + H_2O$
SO_4^{2-}	$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4\downarrow$
PO_4^{3-}	$3Ag^+ + PO_4^{3-} \rightarrow Ag_3PO_4\downarrow$

7. Selektywność, interferencje i jakość wyniku

- Barwa roztworu i rozpuszczalność są cechami przesiewowymi – nie mogą być jedyną podstawą identyfikacji.
- Każdy niezależny test wykonuj na świeżej porcji próbki. Odczynniki z poprzedniego etapu wprowadzają własne jony i mogą zmieniać wynik kolejnej reakcji.
- Wynik dodatni powinien być zgodny z co najmniej jedną niezależną informacją: badaniem wstępnym, reakcją potwierdzającą albo wzorcem odpowiedzi drugiego odczynnika.
- Wynik ujemny odrzuca hipotezę tylko wtedy, gdy test wykonano w prawidłowym środowisku i z odpowiednią ilością odczynnika.
- Zbyt stężony roztwór może dawać obfite osady i maskować barwy; zbyt rozcieńczony – utrudniać obserwację słabych reakcji.
- Osady mogą zmieniać wygląd w czasie: np. AgCl ciemnieje na świetle. Obserwację należy zapisać bezpośrednio po wykonaniu testu.
- Jeżeli końcowa identyfikacja kationu i anionu prowadzi do soli, której przewidywana rozpuszczalność lub barwa jest sprzeczna z obserwacją początkową, należy wrócić do algorytmu i sprawdzić najbardziej wątpliwy test.

Perspektywa informatyki medycznej

Każdy test można traktować jak cechę klasyfikacyjną: wynik dodatni lub ujemny zmienia prawdopodobieństwo poszczególnych hipotez. Dobra analiza nie polega na wykonaniu maksymalnej liczby prób, lecz na wyborze kolejnego testu tak, aby jak najbardziej zmniejszyć niepewność decyzji.

8. Dokumentowanie analizy — karta pracy = sprawozdanie

Karta pracy jest jednocześnie sprawozdaniem z ćwiczenia. Ma przedstawiać tok rozumowania, a nie tylko końcową nazwę soli.

- dla każdego wykonanego testu wpisz: odczynnik, warunki/środowisko, obserwację i wniosek;
- oddzielaj fakt obserwowany („powstał biały osad") od interpretacji („możliwy Ag^+");
- zapisuj także testy ujemne – są częścią algorytmu decyzyjnego;
- wpisz równanie reakcji dla testów, które wykorzystujesz jako podstawę identyfikacji;
- na końcu podaj wykryty kation, wykryty anion, nazwę i wzór soli oraz krótkie uzasadnienie identyfikacji;
- wskaż co najmniej jedną możliwą interferencję lub ograniczenie zastosowanego testu.

9. Algorytm w skrócie

Krok	Co robisz	Co uzyskujesz
1	Rozpuszczasz sól i oceniasz rozpuszczalność oraz barwę.	Pierwszy zbiór możliwych jonów.
2	Wybierasz test charakterystyczny kationu.	Potwierdzenie lub odrzucenie hipotezy kationowej.
3	Na nowych porcjach wykonujesz $AgNO_3$ i $Ba(NO_3)_2$ + HNO_3.	Wzorzec odpowiedzi anionu.
4	Jeśli wzorzec nie jest jednoznaczny, wykonujesz test potwierdzający anion.	Identyfikacja anionu.
5	Sprawdzasz zgodność końcowej soli z obserwacją początkową.	Kontrola jakości decyzji.

10. Literatura

- Atkins P., Jones L., Laverman L., Chemia ogólna, PWN, Warszawa 2020 – temat 6I „Rozpuszczalność” oraz 6J „Strącanie osadów”, szczególnie 6J.4 „Analiza jakościowa”.
- Jones L., Atkins P., Chemia ogólna. Cząsteczki, materia, reakcje, PWN, Warszawa 2004 – rozdz. 3 „Reakcje chemiczne” (roztwory wodne, równania jonowe, reakcje strącania) oraz rozdz. 16 „Równowagi w roztworach wodnych”, szczególnie 16.11–16.17.