

Ćwiczenie nr ~~13+22~~ Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest praktyczne wykorzystanie teoretycznej wiedzy studentów z zakresu analizy jakościowej anionów i kationów oraz zapoznanie się z techniką pomiaru pH roztworów.

Studenci dokonują identyfikacji soli prostej na podstawie:

- pomiaru pH roztworu soli
- obserwacji roztworu wodnego badanej soli
- analizy widmowej w płomieniu
- przeprowadzenia reakcji charakterystycznych dla poszczególnych kationów
- przeprowadzenia analizy odczynnikami grupowymi dla identyfikacji anionów.

Aparatura i odczynniki:

- PHmetr CP-505 z elektrodą szklaną i naczynkiem zabezpieczającym elektrodę,
- druciany statyw na probówki,
- 10 probówek \varnothing 10x150,
- zlewka PP 250 cm³,
- naczynko pomiarowe,
- tryskawka,
- zestaw odczynników do analizy kationów
- zestaw odczynników do analizy anionów,
- zestaw odczynników do przeprowadzenia próby ślepej.
- bibuła filtracyjna (sączek)
- uniwersalne papierki wskaźnikowe pH

Wykonanie ćwiczenia:

Ćwiczenie składa się z 3 części:

1. Przygotowanie roztworów do badań.

- Sól do identyfikacji, znajdującą się w probówce oznaczonej symbolem „X” rozpuścić w wodzie destylowanej dodając do probówki wodę do poziomu zaznaczonego kreską. Probówkę zatkać i wstrząsać przez ok. minutę w celu rozpuszczenia soli.
- Zaobserwować kolor roztworu soli oraz łatwość rozpuszczania się. Z załączonej w instrukcji Tabeli 1. „Rozpuszczalność soli w wodzie” wytypować jakie rodzaje związków są możliwe w przypadku badanej soli, pisać do sprawozdania.
- Na podstawie Tabeli 2. określić jakie są możliwości występowania poszczególnych kationów w badanej soli – wpisać do sprawozdania.
- Około połowę objętości badanego roztworu przelać z probówki do kolby miarowej 100 cm³ i dopełnić wodą destylowaną do kreski, zatkać korkiem i wymieszać. Ten roztwór będzie służył do wykonania kolejnej części ćwiczenia.

Ćwiczenie nr 13+22 Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

- Roztwór pozostały w probówce rozcieńczyć ponownie do kreski i wymieszać. Ten roztwór będzie służył do wykonania identyfikacji kationów i anionów - jest to roztwór pierwotny.

Tabela 1. Rozpuszczalność soli w wodzie

	chlorki	węglany	siarczany	fosforany	azotany	wodorotlenki
NH_4^+	R	R	R	R	R	R
Na^+	R	R	R	R	R	R
Mg^{2+}	R	NR	R	NR	R	SR
Ca^{2+}	R	NR/TR	SR	NR	R	SR
Cr^{3+}	R	NR	R	NR	R	NR
Fe^{3+}	R	NR	R	NR	R	NR
Ni^{2+}	R	NR	R	NR	R	NR
Cu^{2+}	R	NR	R	NR	R	NR
Ag^+	NR	NR	SR	NR	R	NR
Zn^{2+}	R	NR	R	NR	R	NR
Sn^{2+}	R	NR	R	NR	R	NR
Pb^{2+}	SR	NR	NR	NR	R	NR

R – sole dobrze rozpuszczalne w wodzie

SR – sole słabo rozpuszczalne

NR – sole praktycznie nierozpuszczalne w wodzie TR – trudno rozpuszczalne

Tabela 2. Barwa roztworów wodnych pochodząca od obecności kationów

Kation	Barwa roztworu
Cr^{3+}	Fioletowa, zielona
Fe^{3+}	Żółta, brunatna
Ni^{2+}	Zielona
Cu^{2+}	Niebieska, szmaragdowa
Co^{2+}	Różowa

Ćwiczenie nr ~~13~~²² Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

2. Pomiar pH.

- Zapoznać się u prowadzącego ćwiczenia z instrukcją obsługi ph-metru.

Informacje ogólne:

- pH-metr jest wykalibrowany i gotowy do użycia
- przed przystąpieniem do pomiaru i przed pomiarem kolejnego roztworu elektrodę opłukujemy wodą destylowaną (za pomocą tryskawki) a następnie badanym roztworem
- naczynko pomiarowe płuczemy wodą destylowaną i badanym roztworem
- Wszystkie pomiary pH wykonujemy używając plastikowego naczynka pomiarowego
- elektrodę pomiarową zanurzamy na taką głębokość aby stalowa elektroda pomiaru temperatury zanurzyła się na ok. 3 mm
- wynik zapisujemy po ok. 3 minutach gdy ustabilizuje się wskazanie (jeżeli wynik płynie zgłosić to do prowadzącego)
- na zakończenie pomiaru opłukujemy elektrodę wodą destylowaną

A. Pomiar pH wody wodociągowej

- Do szklanej zlewki nabieramy wody wodociągowej z kranu.
- Po opłukaniu elektrody i naczynka wodą destylowaną a następnie wodą wodociągową wykonujemy 3 pomiary pH nalewając za każdym razem nowego roztworu do naczynka pomiarowego.
- Wyniki zapisujemy w sprawozdaniu.

B. Pomiar pH roztworu identyfikowanej soli

- Do pomiaru pH wykorzystujemy roztwór sporządzony wcześniej w kolbie miarowej.
- Po opłukaniu elektrody i naczynka wodą destylowaną a następnie badanym roztworem, wykonujemy 3 pomiary pH nalewając za każdym razem nowego roztworu do naczynka pomiarowego.
- Wyniki zapisujemy w sprawozdaniu.
- Wyciągamy wnioski co do składu identyfikowanej soli na podstawie uzyskanego wyniku.
- Wnioski wpisujemy do sprawozdania.

3. Analiza jakościowa soli (identyfikacja)

WAŻNE:

- Badana sól jest solą prostą to znaczy, że zbudowana jest z jednego kationu i jednego anionu.
- W wykonywanym ćwiczeniu możliwości występowania poszczególnych kationów ograniczone zostały do 12 a anionów do 6 zgodnie z Tabelą 1.
- każdą próbę na identyfikację poszczególnego kationu/anionu wykonujemy z roztworu pierwotnego

3.1. Analiza kationów

WAŻNE:

- Ponieważ badana sól jest solą prostą identyfikację kationu przeprowadza się za pomocą reakcji charakterystycznej dla danego kationu to znaczy, że w wykonywanym ćwiczeniu **nie robimy** analizy systematycznej za pomocą odczynników grupowych.

Ćwiczenie nr ~~13+22~~ Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

- Większość reakcji charakterystycznych wykonujemy w probówkach (Tabela 4.) jedynie identyfikację kationów cyny i niklu przeprowadzamy w odmienny sposób

3.1.A Próba płomieniowa

- odlać roztwór pierwotny do niskiej probówki
- pobrać od prowadzącego drucik platynowy i zapoznać się z techniką wykonania próby płomieniowej
- przejść z probówką do dygestorium z palnikiem gazowym
- zapalić gaz w palniku
- kilkakrotnie zanurzyć drucik platynowy w stężonym kwasie HCl (buteleczka z kwasem znajduje się pod dygestorium) a następnie wyżarzyć w płomieniu palnika do momentu gdy drucik nie zmienia barwy płomienia
- zanurzyć drucik w probówce z roztworem pierwotnym i przenieść w płomień palnika obserwując zmianę zabarwienia płomienia
- na podstawie Tabeli 3. odczytać jon powodujący obserwowane zabarwienie
- wynik wpisać do sprawozdania

Tabela 3. Identyfikacja kationów za pomocą próby płomieniowej

Kation	Zabarwienie płomienia
Na ⁺	intensywnie żółte
Ca ²⁺	ceglastoczerwone
Ba ²⁺	jasnozielone
Cu ²⁺	krótkotrwałe zielone błyski

UWAGA: obecność wapnia, baru i miedzi należy jeszcze potwierdzić reakcjami charakterystycznymi

3.1.B Reakcje charakterystyczne w probówkach

- na podstawie wcześniejszych prób wyeliminować kationy niemożliwe do występowania w badanej próbce i sprawdza tylko reakcje charakterystyczne dla wytypowanych kationów
- nalać do czystej probówki około 1-2 cm³ roztworu pierwotnego
- zgodnie z Tabelą 4. dodać odpowiedni odczynnik do identyfikacji wybranego kationu (5-10 kropli) wstrząsnąć probówką i zaobserwować zmianę - wynik wpisać do sprawozdania
- jeżeli zmiana jest zgodna z tabelą potwierdzić obecność kationu zalecaną reakcją z osadem (jeżeli taka reakcja jest zapisana w tabeli) i zakończyć analizę kationów, jeżeli nie do nowej probówki wlać roztwór pierwotny i dodać kolejne odczynniki do identyfikacji kolejnego kationu
- jeżeli nie zidentyfikowano żadnego z kationów występujących w Tabeli 4. przejść do punktu 3.1.C

Ćwiczenie nr **13+22** Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

Tabela 4. Warunki identyfikacji kationu w roztworze soli prostej.

Dodany odczynnik	Obserwowany efekt	Własności wytrąconego osadu	Dalsze postępowanie		Zidentyfikowany kation
			Etap II	Etap III	
NaOH	Brak osadu		Po wstrząśnięciu wyraźny zapach amoniaku	Po ogrzaniu próbówki w łaźni wodnej, zwilżony wodą destylowaną pasek wskaźnikowy umieszczony nad próbówką zabarwia się na niebiesko	NH_4^+
	Biały osad	Rozpuszczalny w HNO_3			Możliwe: Mg, Ca, Zn, Sn, Pb, Ag
	Brunatny osad	Rozpuszczalny w HNO_3			Możliwe Fe
	Niebieski osad				Możliwe Cu
3 krople NaOH + 5 kropli magnezonu	Niebieski osad lub roztwór (nie fioletowy)				Mg^{2+}
$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	Biały osad	Nie rozpuszcz. w CH_3COOH			Ca^{2+}
3 krople HCl + 5 kropli difenylkarbazydu	Roztwór zabarwił się na czerwono-fioletowy kolor				Cr^{3+}
KSCN	Roztwór krwistoczerwony (smocza krew)				Fe^{3+}
Kilka kropeł NH_4OH	Niebieski osad	Rozpuszcza się w nadmiarze NH_4OH			Cu^{2+}
HCl	Biały osad	Osad ciemnieje, nie rozpuszcza się w HNO_3			Ag^+
3 krople $(\text{NH}_4)_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ + 1 kropla $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$	Po intensywnym mieszanii niebieski osad				Zn^{2+}
K_2CrO_4	Żółto-pomarańczowy osad				Pb^{2+}

Ćwiczenie nr ~~13+22~~ Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

3.1.C Identyfikacja jonów cyny i niklu.

Cyna – reakcja Meissnera.

- do małej parowniczkę wlać ok. 1-2 cm³ roztworu pierwotnego, a do probówki umytej z zewnątrz ok. 4 cm³ zimnej wody wodociągowej
- przejść z parowniczką pod dygestorium i dodać 2-3 krople stężonego HCl
- za pomocą pincety wrzucić do parowniczkę kawałek metalicznego cynku i wymieszać zawartość probówką z zimną wodą
- zapalić palnik
- przenieść szybko probówkę w płomień palnika i uważnie obserwować kolor płomienia
- niebieskie płomyki (błyski) świadczą o obecności jonów Sn²⁺
- wynik wpisać do sprawozdania

Nikiel – reakcja z dimetyloglioksymem

- pobrać z kufy małą bibułę filtracyjną
- nanieść na środek bibuły 3 krople roztworu amoniaku
- na środek powstałej plamy zakropić 2 krople roztworu pierwotnego
- na brzeg kropli zakropić 1 kroplę dwumetyloglioksymu
- różowo-czerwone zabarwienie powstające na brzegu okręgu świadczy o obecności jonów Ni²⁺
- wynik wpisać do sprawozdania

3.2. Analiza anionów.

WAŻNE:

- Do analizy anionów używane są 2 odczynniki AgNO₃ oraz BaCl₂.
- AgNO₃ jest odczynnikiem bardzo agresywnym i należy zachować szczególną ostrożność przy jego używaniu.
- Kwas azotowy HNO₃ służy do sprawdzenia rozpuszczalności powstałego osadu.
- Tylko osady AgCl i BaSO₄ nie rozpuszczają się w kwasie azotowym co pozwala na łatwą identyfikację anionu chloru i siarczanowego
- Obecność pozostałych anionów należy potwierdzić dodatkowymi reakcjami.

WYKONANIE:

- do dwóch czystych probówek nalać po ok. 2 cm³ roztworu pierwotnego
- do pierwszej probówki wlać kilka kropel AgNO₃ wstrząsnąć i obserwować wynik reakcji, w przypadku powstania osadu sprawdzić jego rozpuszczalność w HNO₃
- wyniki zanotować w sprawozdaniu
- do drugiej probówki wlać kilka kropel BaCl₂ wstrząsnąć i obserwować wynik reakcji, w przypadku powstania osadu sprawdzić jego rozpuszczalność w HNO₃
- na podstawie Tabeli 5. Sprawdzić możliwość występowania poszczególnych anionów – anion jest możliwy jeżeli oba warunki reakcji z AgNO₃ oraz BaCl₂ są spełnione równocześnie
- jeżeli możliwy jest anion węglanowy, fosforanowy lub azotowy należy przeprowadzić dodatkowe reakcje potwierdzające według Tabeli 5.

Ćwiczenie nr ~~13+22~~ Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

Tabela 5. Schemat blokowy analizy jakościowej anionów

Anion	Reakcja z AgNO ₃		Reakcja z BaCl ₂		Reakcje potwierdzające dodatkowe
	Barwa osadu	Rozpuszczalność osadu w HNO ₃	Barwa osadu	Rozpuszczalność osadu w HNO ₃	
Cl ⁻	biały	nie rozpuszczalny	brak osadu		
CO ₃ ²⁻	biały lub żółty	rozpuszczalny	biały	Rozpuszczalny	Po dodaniu kwasu do roztworu pierwotnego obserwowane są wydzielające się pęcherzyki gazu CO ₂
SO ₄ ²⁻	brak osadu		biały	nie rozpuszczalny	
PO ₄ ³⁻	żółty	rozpuszczalny	biały	rozpuszczalny	Na szkiełko zegarkowe(u prowadzącego) nanieść 2 krople roztworu pierwotnego i dodać kroplę mieszaniny magnezowej, pozostawić do wyschnięcia. pod mikroskopem optycznym obserwować kroplę – jeżeli widoczne są krystaliczne formy w kształcie gałązek paproci lub litery X za które odpowiedzialna jest sól MgNH ₄ PO ₄ potwierdza to obecność fosforanów
NO ₃ ⁻	brak osadu		brak osadu		Wykonujemy pod dygestorium. Do czystej(bardzo starannie wymytej w wodzie destylowanej) próbówki wlać kilka kropli roztworu difenylaminy w kwasie siarkowym a następnie po ścięciu zakropić 1 kroplę badanego roztworu. Powstanie ciemnoniebieskiego zabarwienia świadczy o obecności jonów NO ₃ ⁻ .
OH ⁻	brunatny	rozpuszczalny	biały	rozpuszczalny	Odczyn silnie zasadowy – papierek wskaźnikowy zanurzony w roztworze pierwotnym zabarwia się na kolor niebiesko-fioletowy

Ćwiczenie nr 13+22 Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

4. Przykładowe zadanie – schemat wykonania.

Do analizy otrzymano sól która nie rozpuściła się dobrze w wodzie dając zawieszinę białego osadu.

- Z Tabeli 1. Rozpuszczalności soli wynika, że trudno rozpuszczalne są sole i wodorotlenki: $Mg(OH)_2$, $CaSO_4$, $CaCO_3$, $Ca(OH)_2$, Ag_2SO_4 , $PbCl_2$, zapisujemy to we wnioskach.
- Na podstawie braku zabarwienia roztworu możemy wyeliminować wszystkie kationy z Tabeli 2. ale nie jest to dla nas wskazówka pomocna, gdyż i tak z pierwszej eliminacji wykluczaliśmy wszystkie sole kationów dających kolorowe roztwory, zapisujemy to we wnioskach.
- Mierząc pH badanego roztworu uzyskaliśmy wynik 9,9 co świadczy o zasadowym charakterze soli w związku z tym pozostają nam tylko zasady i sól słabego kwasu i mocnej zasady: $Mg(OH)_2$, $Ca(OH)_2$, $CaCO_3$ zapisujemy to we wnioskach.
- Zgodnie z Tabelą 4. kation magnezu identyfikuje się w środowisku zasadowym w obecności odczynnika magnezonu. Pobieramy do czystej probówki ok. 2 cm^3 badanego roztworu (pierwotnego). Chociaż nasza próbka jest zasadowa dla pewności dodajemy 2 krople zasady sodowej wstrząsamy probówką i następnie 1 kroplę magnezonu. Po wstrząśnięciu probówki barwa roztworu jest fioletowa – nie obserwujemy zmiany zabarwienia na niebiesko ani niebieskiego osadu. Wynik reakcji z magnezonem wpisujemy do sprawozdania.
- Zgodnie z Tabelą 4. kation wapnia identyfikuje się za pomocą odczynnika szczawianu amonu $(NH_4)_2C_2O_4$. Pobieramy do czystej probówki ok. 2 cm^3 badanego roztworu (pierwotnego). Dodajemy 2-4 kropli szczawianu amonu i wstrząsamy probówką. Po wstrząśnięciu probówki pojawił się dodatkowy intensywny biały osad co wskazuje na obecność jonów wapnia. Dla potwierdzenia obecności wapnia przeprowadzamy dodatkową reakcję. Sprawdzamy czy powstały osad rozpuszcza się w kwasie octowym CH_3COOH . Wpuszczamy do probówki ok. 5 kropli kwasu octowego i wstrząsamy probówką. Obserwujemy efekt zmniejszenia się mętności roztworu w probówce ale na dnie pozostaje osad. Dodajemy jeszcze kolejne 5 kropli kwasu. Widzimy, że osad pozostał na dnie probówki. Potwierdza to obecność jonów wapnia oraz daje nam dodatkową informację, że badana sól rozpuszcza się w kwasie octowym. Wyniki obu reakcji wpisujemy do sprawozdania.
- Wykrytym kationem jest Ca^{2+} .
- Wiedząc, że z poprzednich obserwacji liczba anionów zawężyła się nam do węglanów i wodorotlenków przystępujemy do analizy anionów.
- Do dwóch czystych probówek nalewamy po ok. 2 cm^3 roztworu pierwotnego
- Do pierwszej probówki wlewamy ostrożnie 2 krople $AgNO_3$ wstrząsamy lekko probówką i obserwujemy, że wytrącił się nam żółtawy osad. Sprawdzamy jego rozpuszczalność w HNO_3 – widzimy, że osad się rozpuszcza i dodatkowo pojawiają się małe pęcherzyki gazu. Zgodnie z Tabelą 5. wskazuje to na obecność anionu CO_3^{2-} wyniki notujemy w sprawozdaniu. Według Tabeli 5. musi też zajść odpowiednia reakcja z $BaCl_2$ tak żeby oba warunki były spełnione.
- do drugiej probówki wlewamy 2-3 krople $BaCl_2$ wstrząsamy i obserwujemy, że znowu wydzielił nam się dodatkowy biały osad. Sprawdzamy jego rozpuszczalność w HNO_3 poprzez dodanie 4 kropli HNO_3 i wstrząsamy probówką. Widzimy, że wszystkie osady się nam rozpuściły. Wyniki naszych reakcji wpisujemy do sprawozdania
- Zidentyfikowaliśmy anion CO_3^{2-} a nasza sól to $CaCO_3$.

5. Arkusz sprawozdania

Ćwiczenie nr ~~13+22~~ Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

Pomiar pH wody wodociągowej i roztworu soli		
	Woda wodociągowa	Roztwór soli
Pomiar 1		
Pomiar 2		
Pomiar 3		
Wartość średnia		

Analiza soli – badania wstępne			
L.p.	Właściwość	Obserwacje	Wnioski
1.	Rozpuszczalność soli		
2.	Barwa roztworu		
3.	Barwa płomienia		
4.	pH roztworu		
Wnioski możliwe kationy, aniony			

Analiza soli – identyfikacja kationów				
L.p.	Dodany odczynnik	Środowisko wymuszone	Obserwacje	Wnioski
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				
6.				
7.	Reakcja Meissnera			
Wykryty kation				

Ćwiczenie nr **13+22** Jakościowa analiza soli prostej – pomiar pH

Analiza soli – identyfikacja anionów			
Dodany odczynnik		Obserwacje	Wnioski
AgNO ₃	Powstanie osadu		
	Rozpuszczalność osadu w HNO ₃		
BaCl ₂	Powstanie osadu		
	Rozpuszczalność osadu w HNO ₃		
Reakcje charakter-			
Wykryty anion			
Wykryta sól wzór chemiczny			