



Ćwiczenia laboratoryjne z chemii analitycznej

Ćwiczenia nr I

Informacje organizacyjne. BHP. Zasady uzyskania zaliczenia.

Analiza jakościowa – reakcje z odczynnikami grupowymi i reakcje charakterystyczne kationów oraz anionów

Odczynniki:

sole kationów: sodu, potasu, amonu, magnezu, strontu, baru, wapnia, niku(II), kobaltu(II), żelaza(II), żelaza(III), manganu(II), chromu(III), glinu, cynku, kadmu, rtęci(II), ołowiu(II), miedzi(II), srebra(I).

sole zawierające następujące aniony: chlorkowy, bromkowy, jodkowy, tiocyjanowy, siarczanowy(IV), siarczanowy(VI), fosforanowy(V), tiosiarczanowy(VI), azotanowy(III), azotanowy(V), etanianowych, siarczkowych, szczawianowych, węglanowy.

Komplet odczynników do analizy jakościowej. H_2O_2

Analizę jakościową połączeń nieorganicznych przeprowadza się najczęściej na drodze mokrej. Przystępując do badania płynów, należy najpierw zwrócić uwagę na ich pewne charakterystyczne cechy, które mogą skierować badającego od razu na właściwą drogę i w znacznym stopniu ułatwić analizę. Cechami charakterystycznymi roztworów (badanych płynów) są zabarwienie, zapach i odczyn.

W toku analizy jakościowej wykrywamy zawsze najpierw kation, a następnie anion, ponieważ wcześniejsze wykrycie kationu pozwala wnioskować o obecności niektórych anionów, do których ograniczamy późniejsze badania.

W toku analizy do próbki, w której przeprowadzamy reakcje, nalewamy bardzo małą objętość (0,5 – 1 cm³) badanego płynu (próbki pierwotnej (pp)) i zadajemy go niewielką objętością wodnego roztworu odpowiedniego odczynnika analitycznego (1-2 cm³).

Dla każdej analizowanej substancji:

- określ barwę wodnego roztworu i zapach;
- przeprowadź reakcję z odczynnikami grupowymi – na podstawie tych reakcji zakwalifikuj badane kationy i aniony do poszczególnych grup analitycznych.



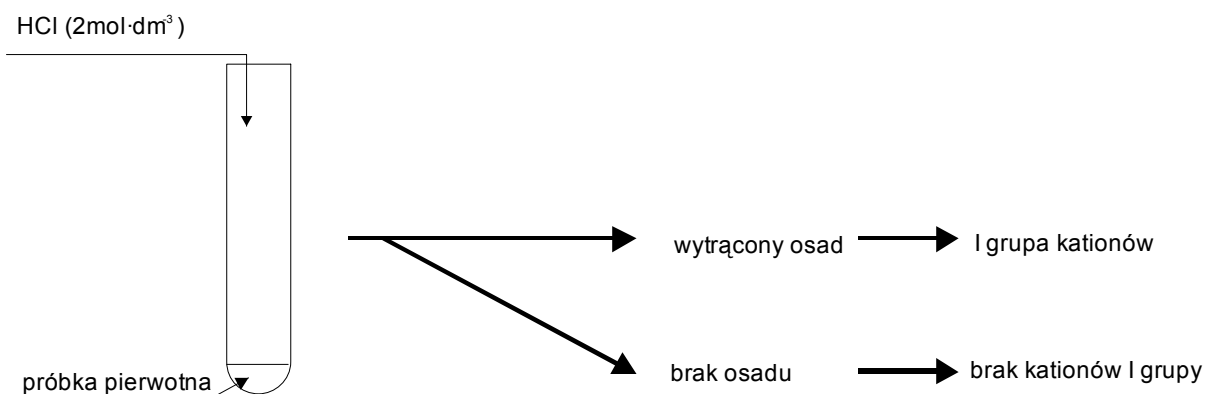
- przeprowadź reakcje charakterystyczne dla danego kationu i danego anionu.

Reakcje kationów z odczynnikami grupowymi:

grupa kationów	odczynnik grupowy
I	HCl 2mol·dm ⁻³
II	H ₂ S.aq w obecności HCl 2mol·dm ⁻³
III	(NH ₄) ₂ S w obecności NH ₄ Cl i NH ₃ .aq
IV	(NH ₄) ₂ CO ₃ w obecności NH ₄ Cl i NH ₃ .aq
V	brak odczynnika grupowego

Aby przyporządkować badany kation do danej grupy należy prowadzić analizę poczynając od grupy I kolejno przez eliminację poszczególnych grup.

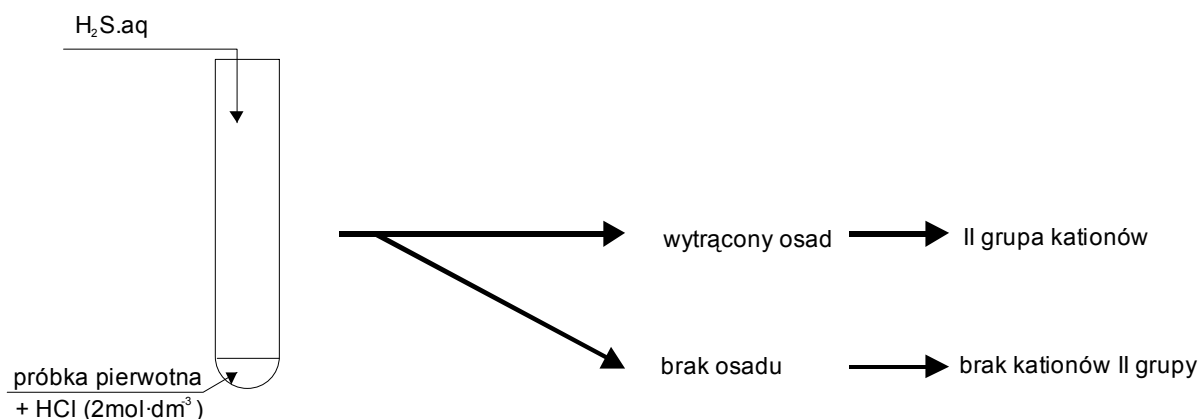
Pobrać niewielką ilość badanej próbki do probówki, a następnie dodać niewielką ilość HCl 2mol·dm⁻³.



Jeżeli wytrąci się osad oznacza to, że badany kation należy do pierwszej grupy kationów. Nie ma potrzeby prowadzenia dalszej analizy z odczynnikami grupowymi, należy przeprowadzić reakcje charakterystyczne w celu identyfikacji kationów w obrębie grupy I.

Brak osadu oznacza, że w badanej próbce nie ma kationów I grupy i należy kontynuować analizę.

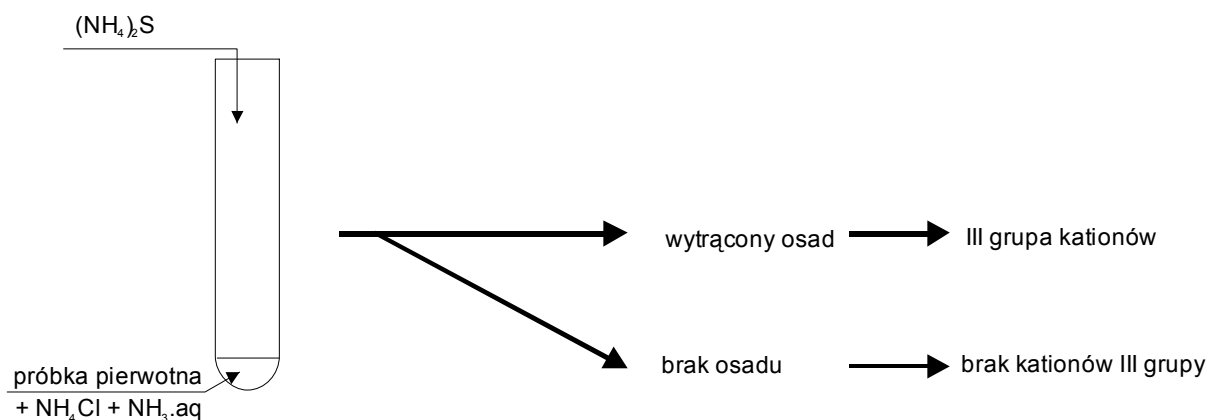
Aby sprawdzić czy w badanej próbce obecne są kationy grupy II należy do próbki pierwotnej dodać niewielką ilość HCl 2mol·dm⁻³, a następnie wodnego roztworu siarkowodoru. (UWAGA! Prace z siarkowodorem należy bezwzględnie prowadzić pod dygestorium).



Jeżeli wytrąci się osad oznacza to, że badany kation należy do drugiej grupy kationów. Nie ma potrzeby prowadzenia dalszej analizy z odczynnikami grupowymi, należy przeprowadzić reakcje charakterystyczne w celu identyfikacji kationów w obrębie grupy II.

Brak osadu oznacza, że w badanej próbce nie ma kationów II grupy i należy kontynuować analizę.

Aby sprawdzić czy w badanej próbce obecne są kationy grupy III należy do nowej porcji próbki pierwotnej dodać: niewielką ilość roztworu chlorku amonu oraz niewielką porcję wodnego roztworu amoniaku, a następnie wodnego roztworu siarczku amonu. (UWAGA! Prace z siarczkami należy prowadzić pod dygestorium).



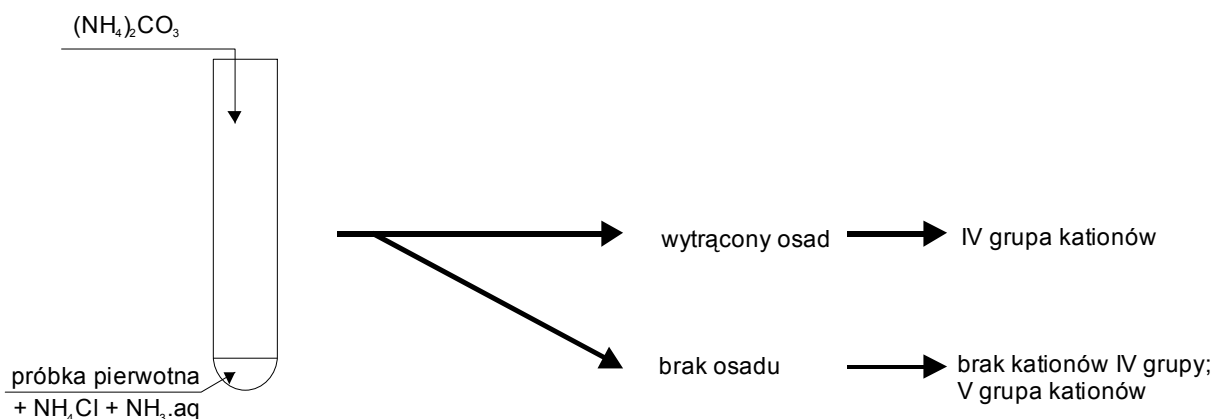
Jeżeli wytrąci się osad oznacza to, że badany kation należy do trzeciej grupy kationów. Nie ma potrzeby prowadzenia dalszej analizy z odczynnikami grupowymi, należy przeprowadzić reakcje charakterystyczne w celu identyfikacji kationów w obrębie grupy III.

Brak osadu oznacza, że w badanej próbce nie ma kationów III grupy i należy kontynuować analizę.

Aby sprawdzić czy w badanej próbce obecne są kationy grupy IV należy do nowej porcji próbki pierwotnej dodać: niewielką ilość roztworu chlorku amonu oraz



niewielką porcję wodnego roztworu amoniaku, a następnie wodnego roztworu węglanu amonu.



Jeżeli wytrąci się osad oznacza to, że badany kation należy do czwartej grupy kationów. Należy przeprowadzić reakcje charakterystyczne w celu identyfikacji kationów w obrębie grupy IV.

Brak osadu oznacza, że w badanej próbce nie ma kationów IV grupy, natomiast badane kationy należą do V grupy. W celu ich identyfikacji należy przeprowadzić reakcje charakterystyczne.

Reakcje charakterystyczne kationów

Kation srebra Ag^+

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj HCl, a następnie do powstałego osadu dodaj niewielką porcję stężonego roztworu amoniaku
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj dichromian(VI) potasu. Do niewielkiej porcji powstałego osadu dodaj kwas azotowy(V) o stężeniu $2 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$.
3. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj jodku potasu.

Kation rtęci(I) Hg_2^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj HCl, a następnie do powstałego osadu dodaj niewielką porcję stężonego roztworu amoniaku
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj jodku potasu.

Kation ołowiu(II) Pb^{2+}



1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj HCl, a następnie do powstałego osadu dodaj niewielką porcję stężonego roztworu amoniaku
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj jodku potasu.

Kation miedzi(II) Cu^{2+} .

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu NaOH,
Wydzielony osad podziel na trzy części:
do pierwszej części dodaj nadmiar NaOH
do drugiej części dodaj stężony roztwór amoniaku
do trzeciej części dodaj HCl
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję dodaj wodnego roztworu heksacyjanożelazianu(II) potasu - $K_4[Fe(CN)_6]$

Kation rtęci(II) Hg^{2+} .

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj (kroplami!) niewielką porcję roztworu jodku potasu, a następnie nadmiar jodku potasu.

Kation kadmu Cd^{2+} .

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu wodorotlenku sodu
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu amoniaku, a następnie dodaj roztworu amoniaku w nadmiarze.

Kation glinu Al^{3+} .

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję (kroplami!) roztworu NaOH. Wydzielony osad podziel na dwie części. Do jednej dodaj nadmiar NaOH, a do drugiej HCl
2. Do roztworu badanej próbki dodaj niewielką porcję roztworu amoniaku, a następnie roztworu amoniaku w nadmiarze.
3. Błękit Thenarda (reakcja charakterystyczna na drodze suchej)
Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję chlorku amonu, a następnie wodnego roztworu amoniaku. Wytrącony osad zbierz w małym sączku i przepłucz wodą destylowaną i zwilż kilkoma kroplami rozcieńzonego, wodnego roztworu azotanu(V) kobaltu(II). Sączek z osadem wysusz początkowo na siatce azbestowej, a następnie owinięty na druciku platynowym praż w płomieniu palnika



gazowego. Ostudzony popiół, zbierz na białym papierze. Zaobserwuj barwę popiołu.

Kation cynku Zn^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję (kroplami!) roztworu NaOH. Wydzielony osad podziel na dwie części. Do jednej dodaj nadmiar NaOH, a do drugiej HCl
2. Do roztworu badanej próbki dodaj niewielką porcję roztworu amoniaku, a następnie roztworu amoniaku w nadmiarze.
3. Zieleń Rinmanna (reakcja charakterystyczna na drodze suchej)
Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję chlorku amonu, a następnie wodnego roztworu amoniaku. Wytrącony osad zbierz w małym sączku i przepłucz wodą destylowaną i zwilż kilkoma kroplami rozcieńzonego, wodnego roztworu azotanu(V) kobaltu(II). Sączek z osadem wysusz początkowo na siatce azbestowej, a następnie owinięty na druciku platynowym praż w płomieniu palnika gazowego. Ostudzony popiół, zbierz na białym papierze. Zaobserwuj barwę popiołu.

Kation żelaza(II) Fe^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu NaOH
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu heksacjanożelazianu(III) potasu - $K_3[Fe(CN)_6]$

Kation żelaza(III) Fe^{3+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu NaOH
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu zawierającego jony tiocyjanianowe (np. tiocyjanian amonu, tiocyjanian potasu)
3. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu heksacjanożelazianu(II) potasu - $K_4[Fe(CN)_6]$

Kation kobaltu(II) Co^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu NaOH, a następnie dodać nadmiar NaOH
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu amoniaku, a następnie dodać nadmiar amoniaku.
3. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję Na_2HPO_4
4. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję tiocyjanianu amonu oraz niewielką



porcję acetonu lub etanolu

5. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj kroplami niewielką porcję węglanu amonu, a następnie dodaj nadmiar węglanu amonu

Kation chromu(III) Cr^{3+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję (kroplami!) roztworu NaOH. Wydzielony osad podziel na dwie części. Do jednej dodaj nadmiar NaOH, a do drugiej HCl
2. Do roztworu próbki należy dodać NaOH, aż do zaniku osadu, a następnie dodać kilka kropli 3% roztworu H_2O_2 , zamieszać i ogrzać. Obserwować zmianę barwy
3. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję Na_2HPO_4

Kation manganu(II) Mn^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu NaOH
2. Do 1 cm^3 badanej próbki dodajemy 1 - 2 cm^3 stężonego kwasu azotowego(V) i wsypujemy szczyptę PbO_2 lub Pb_3O_4 , a następnie zawartość próbki bardzo ostrożnie ogrzewamy aż do wrzenia przez kilka minut. Po zakończeniu ogrzewania i opadnięciu osadu na dno próbki obserwować barwę roztworu.

Kation niku(II) Ni^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu NaOH
2. Do roztworu badanej próbki dodaj niewielką porcję roztworu amoniaku, a następnie roztworu amoniaku w nadmiarze.
3. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję Na_2HPO_4
4. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj kroplami niewielką porcję węglanu amonu, a następnie dodaj nadmiar węglanu amonu
5. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu heksacyjanożelazianu(II) potasu - $K_4[Fe(CN)_6]$

Kation baru Ba^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wody gipsowej, czyli wodnego roztworu siarczanu(VI) wapnia.
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję kwasu etanowego a następnie porcję roztworu chromianu(VI) potasu.
3. Pręcik platynowy rozżarzyć w płomieniu palnika, zanurzyć w badanej próbce, a następnie ponownie wprowadzić drucik platynowy do nieświecącego płomienia



palnika gazowego. Obserwować barwę płomienia.

Kation strontu Sr^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wody gipsowej, czyli wodnego roztworu siarczanu(VI) wapnia.
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu chromianu(VI) potasu. Do wytrąconego osadu dodać kwasu etanowego (octowego)
3. Pręcik platynowy rozżarzyć w płomieniu palnika, zanurzyć w badanej próbce, a następnie ponownie wprowadzić drucik platynowy do nieświecącego płomienia palnika gazowego. Obserwować barwę płomienia.

Kation wapnia Ca^{2+}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wody gipsowej, czyli wodnego roztworu siarczanu(VI) wapnia.
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu chromianu(VI) potasu.
3. Pręcik platynowy rozżarzyć w płomieniu palnika, zanurzyć w badanej próbce, a następnie ponownie wprowadzić drucik platynowy do nieświecącego płomienia palnika gazowego. Obserwować barwę płomienia.

Kation magnezu Mg^{2+}

1. Do 2 cm³ pierwotnej próbki dodajemy po kilka cm³ wodnych roztworów: chlorku amonu, wody amoniakalnej i jednowodorooortofosforanu(V) sodu.
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję NaOH.

Kation amonu NH_4^+

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wodorotlenku sodu. Zawartość próbki ogrzewaj, trzymając u wylotu próbki zwilżony wodą uniwersalny papierek wskaźnikowy; sprawdź zapach gazu ulatniającego się z próbki.
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję odczynnika Nesslerera - $K_2[HgI_4]$ (Do roztworu chlorku rtęci(II) ($HgCl_2$) dodaje się jodku potasu do wytrącenia i dalej do zaniku osadu jodku rtęci(II). Otrzymany roztwór alkalinizuje się dodatkiem stałego wodorotlenku potasu)

Kation potasu K^+



1. Do 2 cm³ pierwotnej próbki dodajemy kilka cm³ wodnego roztworu wodorwinianu sodu, a następnie przez dłuższy czas pocieramy ostrożnie pręcikiem szklanym wewnętrzne ścianki probówki. W przypadku braku winianu sodu można użyć wodnego roztworu kwasu winowego w obecności wodnego roztworu octanu sodu.
2. Pręcik platynowy rozżarzyć w płomieniu palnika, zanurzyć w badanej próbce, a następnie ponownie wprowadzić drucik platynowy do nieświecącego płomienia palnika gazowego. Obserwować barwę płomienia. Obserwację płomienia prowadzić przez szkło kobaltowe.

Kation sodu Na⁺.

1. Pręcik platynowy rozżarzyć w płomieniu palnika, zanurzyć w badanej próbce, a następnie ponownie wprowadzić drucik platynowy do nieświecącego płomienia palnika gazowego. Obserwować barwę płomienia.



analiza anionów

Podział anionów na grupy analityczne:

Grupa	Wzór anionu	Z odczynnikiem grupowym AgNO_3	Z odczynnikiem grupowym BaCl_2 lub $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$
I	Cl^- Br^- I^- SCN^-	osady białe (Cl^- , SCN^-) lub żółtawe (Br^- , I^-) serowate, nieroztworalne w 2 M HNO_3	Nie dają osadu
II	S^{2-} CH_3COO^- NO_2^-	osady białe NO_2^- CH_3COO^- lub czarne S^{2-} roztworalne w 2 M HNO_3 (osad Ag_2S dopiero na gorąco w st. HNO_3) CH_3COOAg i AgNO_2 wytrącają się tylko z roztworów stężonych	Nie dają osadu
III	CO_3^{2-} , $(\text{COO})_2^{2-}$ SO_3^{2-}	osady białe, roztworalne w 2M HNO_3	osady białe, roztworalne w 2 M HNO_3
IV	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ PO_4^{3-}	osady białe, ulegają zmianie poprzez barwę żółtą, pomarańczową i brunatną do czarnej ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) i żółtej (PO_4^{3-}), roztworalne w 2M HNO_3	osady barwy białej roztworalne w 2M HNO_3 ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ daje tylko zmętnienie)
V	NO_3^-	nie daje osadu	nie daje osadu
VI	SO_4^{2-}	nie daje osadu	osad biały, ciężki, nieroztworalny w 2M HNO_3

Do dwóch probówek nalej niewielką porcję badanej próbki. Następnie do jednej probówki dodaj niewielką porcję roztworu AgNO_3 , a do drugiej niewielką porcję $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Obserwuj zmiany zachodzące w probówkach. Z probówek, w których wytrącił się osad, usuń większość tego osadu, pozostawiając jego niewielką porcję i dodaj do niego roztwór niewielką porcję roztworu HNO_3 o stężeniu 2 mol·dm³.



Reakcje charakterystyczne anionów

Anion chlorkowy Cl^-

1. Do 1 - 2 cm³ pierwotnej próbki w probówce wysypujemy łyżeczką niewielką ilość tlenku manganu(IV). Probówkę umieszczamy w drewnianej łapce i dodajemy ostrożnie 1-2 cm³ stężonego kwasu siarkowego(VI). Obserwować zabarwienie par nad próbką; zbadać zapach wydzielających się par (wykonywać ostrożnie, pod wyciągiem, przy zasuniętej prawie do samego dołu zasuwie digestorium).

Anion bromkowy Br^-

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wody chlorowej, a następnie niewielką ilość chloroformu. Zawartość probówki wstrząśnij kilkakrotnie. Obserwuj zabarwienie warstwy chloroformowej.

Anion jodkowy I^-

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wody chlorowej, a następnie niewielką ilość chloroformu. Zawartość probówki wstrząśnij kilkakrotnie. Obserwuj zabarwienie warstwy chloroformowej.

Anion tycyjaniowy SCN^-

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu soli żelaza(III). Obserwuj barwę roztworu.

Anion siarczkowy S^{2-}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję pentacyjanonitrożyżelazianu(III) sodu zwanego zwyczajowo nitroprusydkiem sodu - $Na_2[Fe(CN)_5NO]$. Obserwuj zmianę zabarwienia roztworu
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję rozcieńczonego roztworu kwasu siarkowego(VI). Zbadaj zapach par nad roztworem próbki.

Anion octanowy CH_3COO^-

1. Do badanej próbki dodaj kilka cm³ rozcieńczonego wodnego roztworu jakiegoś mocnego kwasu. Zbadaj zapach par nad roztworem próbki.
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wodnego roztworu chlorku żelaza(III) (lub innej rozpuszczalnej w wodzie soli żelaza(III)). Obserwuj barwę roztworu. Następnie dodaj do tej mieszaniny niewielką porcję kwasu solnego. Obserwuj zmianę zabarwienia.



Anion azotanowy(III) NO_2^-

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję kwasu siarkowego(VI). Obserwuj zmiany zachodzące w próbówce.

Anion węglanowy CO_3^{2-}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu kwasu siarkowego(VI)

Anion szczawianowy $(COO)_2^{2-}$

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję wody gipsowej. Wytrącony osad podziel na dwie części. Do jednej dodaj 2M roztworu kwasu azotowego(V), a do drugiej roztworu kwasu etanowego (octowego).
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję kwasu siarkowego(VI) a następnie niewielką porcję roztworu manganianu(VII) potasu. Obserwuj zmianę zabarwienia roztworu.

Anion siarczanowy(IV) SO_3^{2-}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu jodu w wodnym roztworze jodku potasu lub w etanolu (jodyna):
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję kwasu siarkowego(VI) oraz roztworu manganianu(VII) potasu. Obserwuj barwę roztworu.

Anion tiosiarczanowy(VI) $S_2O_3^{2-}$

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję stężonego roztworu HCl
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję roztworu jodu w wodnym roztworze jodku potasu lub w etanolu (jodyna):

Anion ortofosforanowy(V) PO_4^{3-}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję mieszaniny magnezowej
2. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję stężonego roztworu kwasu azotowego(V), a następnie niewielką porcję wodnego roztworu molibdenianu(VI) amonu

Anion azotanowy(V) NO_3^-

1. Reakcja „obrączkowa”. Do 1 - 2 cm³ badanej próbki nalewamy kilka cm³



stężonego wodnego roztworu siarczanu(VI) żelaza(II), a następnie, ostrożnie po ściance pochylonej nieco ukośnie probówki, kilka cm^3 stężonego kwasu siarkowego(VI).

Anion siarczanowy(VI) SO_4^{2-}

1. Do roztworu próbki pierwotnej dodaj niewielką porcję azotanu(V) ołowiu(II).

Ćwiczenia nr II – IV

Analiza jakościowa – Identyfikacja soli w roztworach wodnych

Kolokwium (ćwiczenia IV) - analiza jakościowa



Ćwiczenia nr V – Analiza ilościowa – analiza wagowa

Analiza ilościowa - Oznaczanie wody krystalizacyjnej w uwodnionym chlorku baru

sprzęt i odczynniki:

naczynko wagowe, termostatowana suszarka (125° C), eksykator, waga analityczna, uwodniony chlorek baru,

wykonanie oznaczenia:

Uwaga! naczynka wagowego nie należy trzymać bezpośrednio palcami, gdyż tłuszcz lub fragmenty naskórka mogą zmienić jego masę – można np. posłużyć się paskiem bibuły.

Czyste naczynko wagowe wraz z przykrywką przepłukać wodą destylowaną, a następnie wysuszyć do stałej masy. W tym celu należy umieścić naczynko wagowe i pokrywkę w termostatowanej suszarce na około 30 minut, przenieść do eksykatora, wystudzić i zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001g. Ponownie suszymy naczynko przez około 15 minut i po ostudzeniu w eksykatorze ponownie ważymy. Wyniki dwóch kolejnych ważeń powinny być identyczne (z tolerancją do 0,0002g), w przeciwnym przypadku suszenie należy powtórzyć.

Do wysuszonego do stałej masy naczynka wagowego należy wsypać około 2-3g uwodnionego chlorku baru, przykryć naczynko przykrywką, a następnie całość zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001g.

Po zważeniu naczynko wagowe z solą należy umieścić w suszarce, przykrywkę położyć ukośnie na naczynku i suszyć przez około 1,5 godziny. Po tym czasie naczynko przenosimy do eksykatora i po wystudzeniu ważymy. Ponownie należy umieścić naczynko z solą w suszarce i suszyć przez około 30 minut. Po tym czasie należy naczynko wystudzić w eksykatorze i zważyć. Suszenie, studzenie i ważenie należy powtarzać do momentu uzyskania stałej masy. Następnie należy obliczyć procentową zawartość wody krystalizacyjnej w badanej soli.

Aby obliczyć masę odważki ($m_{\text{sol}})$ soli uwodnionej od masy naczynka wagowego z solą uwodnioną należy odjąć masę pustego naczynka wagowego.

Aby obliczyć masę wody krystalizacyjnej (m_{wody}) w odważce od masy naczynka z solą uwodnioną należy odjąć masę naczynka z solą po wysuszeniu.

Korzystając z proporcji:

Jeżeli w masie soli uwodnionej m_{sol} zawarte było m_{wody} g wody krystalizacyjnej to w 100 g soli zawarte będzie x g wody krystalizacyjnej. Czyli

$$x = \frac{100 \cdot m_{\text{wody}}}{m_{\text{sol}}}$$

Otrzymany wynik wyrażony w gramach jest równoważny zawartości procentowej wyrażonej w procentach.



Ćwiczenia nr VI – Analiza ilościowa alkacymetria

Sporządzanie mianowanego roztworu HCl (ustalanie miana za pomocą Na_2CO_3).

sprzęt i odczynniki:

biureta, cylinder miarowy, kolba miarowa, lejek, erlenmeyerka o poj. 250cm^3
aerometr, zlewki, pipeta o pojemności 20cm^3 , tryskawka, HCl stężony, 0,05
roztwór wodny Na_2CO_3 , woda destylowana, oranż metylowy.

wykonanie:

Za pomocą aerometru należy zmierzyć gęstość stężonego kwasu solnego, a następnie odczytać z tablic stężenie procentowe roztworu HCl. Obliczyć ile cm^3 tego kwasu należy odmierzyć, aby sporządzić 250cm^3 roztworu HCl o stężeniu $0,1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$.

Do kolby miarowej o pojemności 250cm^3 należy wlać niewielką ilość wody destylowanej, a następnie za pomocą cylindra miarowego odmierzyć i przenieść ilościowo do kolby miarowej obliczoną objętość stężonego roztworu HCl. Uzupełnić kolbę wodą destylowaną do objętości 250cm^3 . Tak sporządzony roztwór posiada stężenie około $0,1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$.

Aby ustalić dokładne stężenie HCl należy roztwór zmianować za pomocą wodnego roztworu Na_2CO_3 o stężeniu $0,05\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$. W tym celu biuretę należy przepłukać, a następnie napełnić sporządzonym roztworem HCl. Do erlenmeyerki o pojemności 250cm^3 należy odpipetować 20cm^3 roztworu Na_2CO_3 , dodać 50cm^3 wody destylowanej oraz kilka kropli oranżu metylowego jako wskaźnika. Tak przygotowaną próbkę należy miareczkować roztworem HCl

Miareczkowanie prowadzi się aż do uzyskania zmiany zabarwienia roztworu z żółtej na morelową. Po zakończeniu miareczkowania należy odczytać ilość zużytych cm^3 roztworu kwasu solnego, a następnie na podstawie równania reakcji obliczyć dokładne stężenie molowe roztworu HCl.

Oznaczanie zawartości amoniaku w wodnym roztworze mianowanym roztworem HCl wobec czerwieni metylowej.

sprzęt i odczynniki:

biureta, tryskawka, erlenmeyerka o poj. 250cm^3 zawierająca wodny roztwór amoniaku do oznaczenia, mianowany roztwór HCl (z poprzedniego ćwiczenia), czerwień metylowa, woda destylowana

wykonanie oznaczenia:

Do kolby stożkowej (erlenmeyerki) zawierającej wodny roztwór amoniaku należy dodać około 40cm^3 wody destylowanej oraz kilka kropli wskaźnika – czerwieni metylowej. Tak przygotowaną próbkę miareczkuje się mianowanym roztworem HCl do zmiany zabarwienia roztworu z żółtej na czerwoną.



Na podstawie równania reakcji oraz ilości zużytego HCl należy obliczyć zawartość amoniaku, w gramach, w badanej próbce.

alkalimetria – oznaczanie zawartości CH_3COOH w occie handlowym za pomocą NaOH wobec fenoloftaleiny

sprzęt i odczynniki:

próbka octu handlowego, biureta, pipeta o pojemności 20cm^3 , erlenmeyerka o poj. 250cm^3 , fenoloftaleina, mianowany roztwór NaOH o stężeniu $0,1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, woda destylowana, tryskawka

wykonanie oznaczenia:

Odpipetować 20 cm^3 badanej próbki do erlenmeyerki, a następnie dodać około 40 cm^3 wody destylowanej oraz kilka kropli fenoloftaleiny. Biuretę napęlnić mianowanym roztworem NaOH o stężeniu $0,1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, a następnie miareczkować przygotowaną próbkę do zmiany barwy na jasno różową.

Na podstawie równania reakcji oraz objętości zużytego titranta obliczyć zawartość kwasu etanowego w próbce w przeliczeniu na 100cm^3 próbki (procenty wagowo-objętościowe).

**Obliczenia na podstawie wyników miareczkowania
Opracowanie sprawozdania**



Ćwiczenia nr VII – Analiza ilościowa - manganometria Oznaczanie zawartości jonów żelaza(II) w roztworze wodnym.

sprzęt i odczynniki:

próbka zawierająca jony żelaza(II) w erlenmeyerce o poj. 250cm^3 , zlewki, biureta, lejek do biurety, cylinder miarowy, KMnO_4 $0,02\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, 10% H_2SO_4 , woda destylowana, tryskawka

wykonanie oznaczenia:

Do badanej próbki, zawierającej jony żelaza(II), należy dodać około 100cm^3 10% roztworu H_2SO_4 . Tak przygotowaną do analizy próbkę, miareczkuje się roztworem KMnO_4 do uzyskania trwałego, blad różowego zabarwienia.

Obliczyć zawartość jonów Fe^{2+} w badanej próbce, w gramach.

Oznaczanie procentowej zawartości kwasu szczawiowego lub szczawianu potasu w roztworze wodnym.

sprzęt i odczynniki:

erlenmeyerka (poj. 250cm^3), zlewki, pipeta o pojemności 10cm^3 , biureta, lejek do biurety, palnik, trójnóg, siatka ceramiczna, badana próbka, KMnO_4 $0,02\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, cylinder miarowy 50cm^3 , 10% roztwór H_2SO_4 , woda destylowana

wykonanie oznaczenia:

Odpipetować 10cm^3 próbki do erlenmeyerki, dodać około 50cm^3 wody destylowanej oraz 50cm^3 10% roztworu H_2SO_4 .

Biuretę napęlnić roztworem KMnO_4 .

Do przygotowanej do analizy próbki dodać z biurety $0,5\text{cm}^3$ KMnO_4 a następnie ogrzać próbkę do temperatury ok 70°C . Podczas ogrzewania nastąpi odbarwienie roztworu. Kontynuować miareczkowanie, aż do uzyskania trwałego blad różowego zabarwienia.

Obliczyć stężenie procentowe kwasu szczawiowego lub szczawianu potasu

(Manganometryczne oznaczenie H_2O_2 w roztworze wodnym.)

sprzęt i odczynniki:

analizowana próbka zawierająca H_2O_2 w erlenmeyerce o poj. 250cm^3 , zlewki, biureta, lejek do biurety, 15% roztwór H_2SO_4 , cylinder miarowy 100cm^3 , mianowany roztwór KMnO_4 o stężeniu $0,02\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$

wykonanie oznaczenia:

Do badanej próbki dodać około 100cm^3 15% roztworu kwasu siarkowego(VI).

Tak przygotowaną próbkę miareczkuje się mianowanym roztworem KMnO_4 o stężeniu $0,02\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ do uzyskania, trwałego, blad różowego zabarwienia roztworu. Obliczyć zawartość H_2O_2 w badanej próbce, w gramach.

Obliczenia na podstawie wyników miareczkowania.

Opracowanie sprawozdania



Ćwiczenia nr VIII- Analiza ilościowa - jodometria

Jodometria bezpośrednia - jodometryczne oznaczanie procentowej zawartości K_3AsO_3 lub Na_3AsO_3 w wodnym roztworze.

sprzęt i odczynniki:

erlenmeyerka o poj. 250 cm^3 , badana próbka, pipeta o poj. 10 cm^3 , $NaHCO_3$ – stały, waga techniczna, kleik skrobiowy, biureta, lejek do biurety, mianowany roztwór jodu o stężeniu, woda destylowana, tryskawka

wykonanie oznaczenia:

Do Erlenmeyerki odpipetować 10 cm^3 badanej próbki, a następnie dodać około 50 cm^3 wody destylowanej oraz około $1,5\text{ g}$ stałego wodorowęglanu sodu, a także 1 cm^3 kleiku skrobiowego jako wskaźnika. Tak przygotowaną próbkę miareczkuje się mianowanym roztworem jodu do uzyskania trwałego niebiesko-granatowego zabarwienia roztworu

Obliczyć stężenie procentowe K_3AsO_3 lub Na_3AsO_3 w próbce zakładając gęstość roztworu próbki $1\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$.

Jodometria pośrednia (miareczkowanie roztworem $Na_2S_2O_3$) - jodometryczne oznaczanie zawartości jonów Cu^{2+} w roztworze wodnym chlorku miedzi(II)

sprzęt i odczynniki:

Próbka $CuCl_2$, roztwór H_2SO_4 o stężeniu $1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, roztwór KI o stężeniu 20%, parownicza, palnik, trójnog siatka ceramiczna, kleik skrobiowy, $Na_2S_2O_3$ o stężeniu $0,1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, zlewki, erlenmeyerka o poj. 250 cm^3 , tryskawka, woda destylowana, biureta, lejek do biuret

wykonanie oznaczenia:

Oznaczenie przeprowadza się w roztworze siarczanu(VI) miedzi(II) w środowisku kwaśnym, dlatego badaną próbkę $CuCl_2$ należy zadać roztworem kwasu siarkowego(VI), a następnie odparować do sucha celem odpędzenia anionów chlorkowych. Następnie próbkę należy rozpuścić w wodzie destylowanej. Do roztworu próbki dodaje się około 20 cm^3 10% roztworu jodku potasu oraz 2 cm^3 roztworu H_2SO_4 o stężeniu $1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, a także 1 cm^3 kleiku skrobiowego. Wydzielony jod miareczkuje się mianowanym roztworem $Na_2S_2O_3$ o stężeniu $0,1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ do zmiany barwy z ciemnoniebieskiej na żółto-białą.

Obliczenia na podstawie wyników miareczkowania

Opracowanie sprawozdania



Ćwiczenia nr IX

Precipitometria (analiza strąceniowa).

Argentometryczne oznaczanie zawartości jonów chlorkowych (w gramach) w wodnym roztworze (Metoda Mohra).

sprzęt i odczynniki:

próbka zawierająca jony chlorkowe umieszczona w kolbie stożkowej o pojemności 250cm^3 , 5% roztwór K_2CrO_4 , $0,1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ roztwór AgNO_3 , biureta, cylinder miarowy, zlewki, tryskawka, woda destylowana, lejek do biurety,

wykonanie oznaczenia:

Do kolby stożkowej zawierającej badaną próbkę dodaje się około 50cm^3 wody destylowanej, a następnie 1 cm^3 5% roztworu K_2CrO_4 jako wskaźnika. Tak przygotowaną próbkę miareczkuje się roztworem azotanu(V) srebra do uzyskania czerwono-brunatnej poświaty w mieszaninie.

Obliczyć zawartość jonów Cl^- w próbce, w gramach.

Argentometryczne ustalanie miana roztworu KSCN.

sprzęt i odczynniki:

oznaczany roztwór KSCN, kolba erlenmeyera o pojemności 250cm^3 , biureta, pipeta o poj. 10cm^3 , lejek do biurety, tryskawka, roztwór soli żelaza(III), mianowany roztwór AgNO_3 o stężeniu $0,1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, woda destylowana.

wykonanie oznaczenia:

Do kolby stożkowej odmierzyć z biurety lub pipetą 10cm^3 mianowanego roztworu azotanu(V) srebra. Następnie dodać 50cm^3 wody destylowanej oraz około 1cm^3 roztworu soli żelaza(III) jako wskaźnika. Biuretę napełnia się roztworem KSCN i miareczkuje się nim sporządzoną uprzednio próbkę. Miareczkowanie prowadzi się do uzyskania lekko różowego zabarwienia. Na podstawie ilości zużytego titranta oblicza się jego stężenie molowe.

Oznaczanie zawartości jonów jodkowych metodą Volharda.

sprzęt i odczynniki:

roztwór badanej próbki w kolbie stożkowej o pojemności 250cm^3 , roztwór soli żelaza(III), AgNO_3 o stężeniu $0,1\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, mianowany roztwór KSCN z poprzedniego ćwiczenia, HNO_3 o stężeniu $2\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$, woda destylowana, biureta, pipeta o poj. 20cm^3 , lejek do biurety, tryskawka.

wykonanie oznaczenia:

Do kolby stożkowej zawierającej roztwór badanej próbki należy dodać około 30cm^3 wody destylowanej oraz około 10 cm^3 kwasu azotowego(V) o stężeniu $2\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$. Następnie należy dodać dokładnie 20 cm^3 mianowanego roztworu AgNO_3 . Należy dokładnie wytrząsnąć zawartość kolby, a następnie dodać około 1 cm^3 roztworu soli żelaza(III) jako wskaźnika. Tak przygotowaną



próbkę miareczkuje się mianowanym roztworem KSCN aż do uzyskania czerwono-różowego zabarwienia mieszaniny.

Zawartość jonów jodkowych oblicza się na podstawie różnicy wprowadzonej liczby moli AgNO_3 a zmiareczkowanego nadmiaru AgNO_3 , który nie przereagował z jonami jodkowymi.

Obliczenia na podstawie wyników miareczkowania
Opracowanie sprawozdania

Ćwiczenia nr X – Kompleksometria

Kompleksometryczne oznaczanie zawartości jonów cynku (w gramach) w roztworze wodnym.

sprzęt i odczynniki:

badana próbka zawierająca jony cynku, umieszczona w kolbie stożkowej o poj. 250 cm^3 , mianowany roztwór EDTA o stężeniu $0,01 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$, bufor amonowy $\text{pH}=10$, czerń erichromowa T zmieszana z NaCl, biureta, woda destylowana, tryskawka, lejek do biurety.

wykonanie oznaczenia:

Do kolby stożkowej zawierającej badaną próbkę dodaje się kroplami bufor amonowy o $\text{pH} = 10$, aż do momentu zaniku powstającego osadu. Po rozpuszczeniu osadu należy dodać jeszcze $0,5 \text{ cm}^3$ wkraplanego buforu amonowego. Następnie do próbki należy dodać około 70 cm^3 wody destylowanej oraz około 50mg czerni erichromowej T zmieszanej z NaCl.

Tak przygotowaną próbkę należy miareczkować roztworem EDTA do zmiany barwy badanego roztworu z różowej na fioletową.

Obliczyć zawartość jonów cynku w badanej próbce, w gramach.

Badanie ogólnej twardości wody

sprzęt i odczynniki:

woda mineralna, mianowany roztwór EDTA o stężeniu $0,01 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$, bufor amonowy $\text{pH}=10$, czerń erichromowa T zmieszana z NaCl, kolba stożkowa o poj. 250 cm^3 , pipeta o poj. 50 cm^3 , biureta, woda destylowana, tryskawka, lejek do biurety.

wykonanie oznaczenia:

Do kolby stożkowej odpipetować 50 cm^3 badanej wody, następnie dodać 1 cm^3 buforu amonowego o $\text{pH}=10$, a także około 0,1g czerni erichromowej T zmieszanej z NaCl jako wskaźnika. Biuretę napelnić mianowanym roztworem EDTA i miareczkować do zmiany barwy badanego roztworu z różowej na fioletowo-niebieską.

Obliczyć twardość wody w stopniach niemieckich.

Opracowanie sprawozdania

kolokwium: analiza ilościowa i obliczenia na podstawie wyników miareczkowania
zaliczenie.