

ĆWICZENIE 1

Nieorganiczna analiza jakościowa

1. Informacje ogólne

Jakościowa analiza nieorganiczna opiera się na przeprowadzaniu reakcji badanej próbki z określonym związkami w konkretnych warunkach. W efekcie zachodzących reakcji obecność w badanym materiale konkretnego pierwiastka lub jonu stwierdzana jest na podstawie powstania nowego związku, którego właściwości są znane analitykowi. Na przykład, dodanie do badanej próbki roztworu tiocyjanianu (rodanku) potasu (KSCN) powoduje, przy obecności w analizowanym materiale jonów Fe^{3+} , powstanie krwistoczerwonego zabarwienia, pochodzącego od jonów typu $\text{Fe}(\text{SCN})_n^{3-n}$ ($n = 1-6$). Jest to reakcja bardzo **specyficzna** (zachodząca tylko dla jonów Fe^{3+}), jednoznacznie potwierdzająca obecność związków żelaza(III) w próbce. Reakcję pozwalającą wykryć obecność danego pierwiastka lub jonu nazywamy **reakcją analityczną**, zaś dodawaną podczas wykonywanych prób substancję – **odczynnikiem analitycznym**. Stosowane w laboratorium odczynniki to przeważnie roztwory pojedynczych związków chemicznych.

W praktyce w postępowaniu analitycznym stosuje się zarówno reakcje zachodzące w roztworach jak i w fazie stałej. Wykrycie każdego składnika próbki (**analitu**) powinno być potwierdzone kilkoma różnymi reakcjami analitycznymi. Wyniki analizy są pewne wyłącznie wówczas, jeśli warunki prowadzenia reakcji (temperatura, odczyn roztworu, stężenia) są przestrzegane i zachowana jest należyta staranność pracy, wyrażająca się głównie unikaniem zanieczyszczenia próbki, jak i stosowanych odczynników innymi substancjami.

Podstawowymi pojęciami analizy jakościowej są:

- **selektywność reakcji analitycznej** (odczynnika analitycznego) – odczynnik reaguje, w określonych warunkach, tylko z kilkoma jonami (np.: rozcieńczony kwas solny wytrąca białe osady z roztworów zawierających jony Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}). Odczynnik nieselektywny reaguje z szerokim spektrum jonów – przykładem może być wodny roztwór wodorotlenku sodu wytrącający osady z roztworów zawierających sole większości metali dwu i trójwartościowych.
- **specyficzność reakcji analitycznej** (odczynnika analitycznego) – odczynnik reaguje, w określonych warunkach, wyłącznie z jednym jonem/pierwiastkiem (np.: wodny roztwór skrobi tworzy ciemnoniebieski kompleks w obecności I_2).
- **czułość reakcji analitycznej** – im mniejsze stężenie substancji może być wykryte przy pomocy stosowanej metody analitycznej, tym jest ona czulsza. Miarą czułości metody jest tzw. **stężenie graniczne**, minimalne stężenie analitu (wykrywanej substancji), które wystarcza do zaobserwowania zajścia reakcji i, w efekcie, wykrycia szukanego składnika.

Ponieważ większość związków nieorganicznych to substancje jonowe, analiza jakościowa nieorganiczna obejmuje dwa zagadnienia: analizę kationów i analizę anionów. Na podstawie wyników wykrywania anionów i kationów w próbce można określić, z jakich substancji była ona złożona. W przypadku próbek o charakterze niejonowym (metale i ich stopy, tlenki) konieczne jest najczęściej ich przeprowadzenie w formę jonową na drodze roztwarzania w odpowiednich odczynnikach, np.: kwasach.

2. Podstawowe techniki stosowane w chemii analitycznej

OGRZEWANIE

Ogrzewanie roztworów prowadzi się najczęściej w probówkach (rzadziej, przy konieczności ogrzania dużych objętości roztworu, stosuje się zlewki lub kolby stożkowe). Jeśli próbka nie zawiera składników palnych (np.: rozpuszczalników organicznych) i ogrzewanie nie musi być prowadzone w określonej temperaturze, roztwór ogrzewa się przy pomocy palnika gazowego. Należy pamiętać o skierowaniu wylotu probówki „od siebie” (ale nie w kierunku osoby pracującej obok!!). Probówki nie należy napełniać do więcej niż 1/3 objętości. Podczas ogrzewania zawartość probówki należy mieszać, wykonując delikatne ruchy ręką, aby zapobiec przegrzaniu zawartości. Nie należy ogrzewać dna probówki lecz jej ścianki, około 1 cm powyżej dna. Jeśli konieczne jest kontrolowanie temperatury, roztwór ogrzewa się w tzw. łaźni wodnej, czyli zlewce wypełnionej wodą, ogrzewanej do odpowiedniej temperatury za pomocą maszynki elektrycznej lub palnika gazowego.

WYTRĄCANIE I ODDZIELANIE OSADÓW

Pamiętaj, aby do reakcji używać minimalnych ilości roztworu badanego i odczynnika (po kilka kropli). Wprowadzając roztwory do probówki nie opieraj pipety o ścianki naczynia – unikniesz w ten sposób zabrudzenia końcówki pipety, mogącego skutkować zanieczyszczeniem roztworu badanego lub odczynnika w butelce.

Jeśli zachodzi konieczność oddzielenia osadu od roztworu możesz tego dokonać przy pomocy dwóch technik: 1) dekantacji i 2) wirowania.

1. Pozostaw probówkę z roztworem i osadem na kilka minut. Gdy osad opadnie na dno naczynia, zlej delikatnie ciecz znad osadu uważając, aby nie wymieszać zawartości, lub usuń roztwór przy pomocy czystej pipety, starając się nie zaciągnąć osadu do pipety.
2. Zawartość probówki (roztwór z osadem) przelej do plastikowej probówki wirówkowej. Probówkę umieść w wirówce laboratoryjnej (w celu uruchomienia wirówki zwróć się do prowadzącego zajęcia). Po zakończeniu wirowania zlej delikatnie roztwór znad osadu.

Oddzielony osad należy przemyć, w tym celu do probówki należy wlać ok. 2 cm³ wody (lub innego, zaleczonego w procedurze analitycznej, czynnika przemywającego), wymieszać zawartość i powtórzyć procedurę wirowania lub dekantacji.

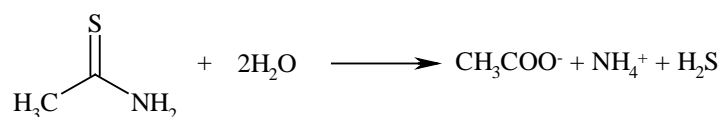
Jeśli do dalszej analizy potrzebny jest roztwór, należy sprawdzić czy osad został wytrącony w całości – w tym celu do oddzielonego roztworu dodaj kroplę odczynnika strącającego, jeśli osad nadal się wytrąca, procedurę strącania i oddzielania osadu należy powtórzyć.

3. Analiza jakościowa kationów

Kationy dzieli się na pięć grup analitycznych w oparciu o strącanie się, w określonych warunkach, nierozpuszczalnych w wodzie chlorków, siarczków (i wodorotlenków) oraz węglanów w reakcjach z odczynnikami, zwanymi odczynnikami grupowymi. Podział ten został zaproponowany przez Freseniusa. Przynależność do określonej grupy analitycznej jest oparta na rozpuszczalności (bądź nierozpuszczalności) określonego związku danego kationu, a nie na jego ogólnych właściwościach chemicznych. W przypadku analizy mieszaniny zawierającej kilka kationów osady, strącane w poszczególnych grupach za pomocą odczynników grupowych, rozpuszcza się następnie w określonych rozpuszczalnikach i w tak uzyskanych roztworach wykrywa się kationy z danej grupy w oparciu o reakcje charakterystyczne. Podział na grupy analityczne kationów jest następujący:

- I grupa analityczna – należą do niej kationy, które w środowisku rozcieńczonego kwasu solnego strącają się w formie nierozpuszczalnych chlorków (Pb^{2+} , Hg_2^{2+} , Ag^+);
- II grupa analityczna – obejmuje kationy wytrącające się w formie siarczków z roztworu kwaśnego (0,3 do 3 M HCl) pod wpływem siarkowodoru lub AKT (Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , As^{3+} , As^{5+}); w oparciu o ich właściwości kwasowo – zasadowe dzieli się ją na dwie podgrupy;
- III grupa analityczna – należą do niej kationy strącające się w formie siarczków (i wodorotlenków) z zalkalizowanego amoniakiem roztworu po dodaniu siarczku amonu, siarkowodoru lub AKT (Cr^{3+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+});
- IV grupa analityczna kationów – obejmuje kationy metali II grupy głównej układu okresowego (Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}), strącające się pod wpływem $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ w formie węglanów;
- V grupa analityczna – obejmuje kationy niestrącające się z żadnym z wymienionych odczynników grupowych (litowce, Mg^{2+} i NH_4^+).

Należy pamiętać, że kationy należące do grupy „wcześniejszej” reagują często z odczynnikami strącającymi dla grup kolejnych – niepełne strącenie powoduje więc zanieczyszczenie osadów uzyskanych w kolejnych etapach analizy. Rozdzielenie na poszczególne grupy dokonuje się w oparciu o tak zwany tok analityczny. Stosowany dawniej do strącania kationów grupy II siarkowodor (używany również do otrzymywania odczynnika grupowego dla grupy III), ze względu na cuchnący zapach i silnie toksyczne właściwości starano się wyeliminować z postępowania analitycznego. Początkowo, zamiast gazowego H_2S używano wodnego roztworu tego gazu – wody siarkowodorowej która, aczkolwiek wygodniejsza w użyciu, nadal zachowywała niekorzystne właściwości siarkowodoru, była nietrwała i wymagała częstego przygotowywania. Wygodnym reagentem, zastępującym gazowy siarkowodor i jego wodny roztwór okazał się kompleks hydrochinonu z tym gazem. Uzyskany w formie krystalicznej klatrat siarkowodoru nie wydzielal H_2S podczas przechowywania, natomiast dodany do kwaśnego roztworu podczas strącania kationów II grupy analitycznej rozkładał się, zapewniając powstawanie siarczków. Niestety, nie nadaje się on do strącania z roztworów zasadowych, w których jest trwały. We współczesnej analizie stosuje się związki organiczne, które podczas hydrolizy uwalniają H_2S . Najpopularniejszym z nich jest amid kwasu tiooctowego, zwany tioacetamidem (AKT). Wydziela on siarkowodor zarówno w środowisku kwaśnym jak i zasadowym (po ogrzaniu), jest natomiast trwały w obojętnym roztworze wodnym. Roztwór stosowany w analizie ma stężenie ok. 0,5 M. Należy pamiętać, że jest to związek toksyczny, wykazuje bowiem działanie kancerogenne.



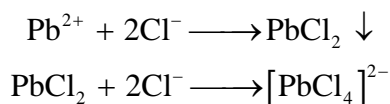
3.1 I Grupa analityczna kationów

Do I grupy analitycznej kationów zaliczamy: Pb^{2+} , Hg_2^{2+} i Ag^+ . Jony te tworzą osady z anionami chlorkowymi. Najtrudniej rozpuszczalny jest chlorek srebra (AgCl), natomiast najlepiej – chlorek ołowiu(II). Stąd też kation Pb^{2+} , pomimo iż zalicza się do I grupy analitycznej, po dodaniu do roztworu badanego chlorków nie strąca się całkowicie i bywa zaliczany jednocześnie do grupy II. Ołów, rtęć i srebro należą do różnych grup układu okresowego, przez co wykazują duże różnice we właściwościach chemicznych i stwierdzić należy, że strącanie trudno rozpuszczalnych chlorków jest jedyną ich wspólną, charakterystyczną reakcją. Warto pamiętać, że większość soli kationów tej grupy jest trudno rozpuszczalnych. Wyjątek stanowią azotany(V), fluorki, chlorany(V), chlorany(VII) i octany. Większość związków kationów I grupy jest bezbarwna.

Ołów – Pb^{2+}

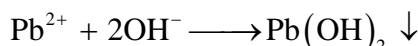
Ołów występuje w związkach na +2 i +4 stopniu utlenienia, przy czym związki ołowiu(IV) są mniej trwale niż związki ołowiu(II) i w roztworach wodnych praktycznie nie występują, gdyż ulegają szybkiej hydrolizie oraz redukcji. Wodorotlenek ołowiu(II) jest związkiem trwałym, wykazującym właściwości amfoteryczne. Wodne roztwory soli ołowiu(II) posiadają tendencję do hydrolizowania, dlatego należy je zakwaszać.

1. Kwas solny i rozpuszczalne chlorki wytrącają z roztworów soli ołowiu(II) biały, drobnokrystaliczny (igły) osad chlorku ołowiu:

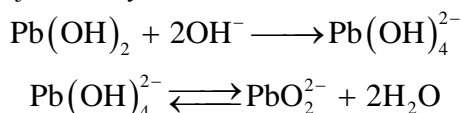


Rozpuszczalność PbCl_2 w wodzie jest dość duża (0,7 g w 100 cm^3), dlatego z rozcieńczonych roztworów osad może się nie wytrącać. Chlorek ołowiu(II) jest rozpuszczalny w gorącej wodzie (3,34 g w 100 cm^3). Rozpuszcza się też w stężonym kwasie solnym, tworząc związek kompleksowy. Reakcję należy prowadzić w środowisku kwaśnym lub obojętnym, gdyż w środowisku silnie zasadowym tworzą się rozpuszczalne ołowiany(II), natomiast w obecności amoniaku, hydroksysole. Do reakcji strącania należy użyć rozcieńczony kwas solny, aby uniknąć tworzenia kompleksów.

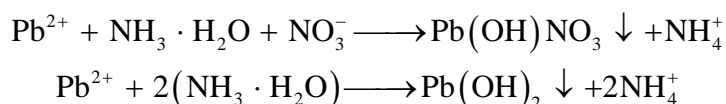
2. Wodorotlenek potasu lub sodu strąca jony Pb^{2+} w formie galaretowatego, białego osadu wodorotlenku ołowiu(II):



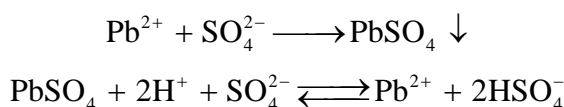
rozpuszczający się w nadmiarze odczynnika, z wytworzeniem ołowianów(II). Reakcja ta służy do oddzielania Pb^{2+} od Hg_2^{2+} , gdyż rtęć nie wykazuje amfoteryczności.



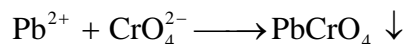
3. Wodny roztwór amoniaku strąca z roztworów zawierających jony Pb^{2+} biały osad hydroksysole i wodorotlenku ołowiu(II), nierozpuszczalny w nadmiarze amoniaku. W środowisku silnie zasadowym reakcja nie zachodzi.



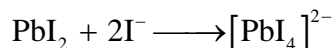
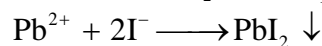
4. Kwas siarkowy(VI) powoduje strącanie siarczanu(VI) ołowiu(II) w postaci drobnokrystalicznego, białego osadu. Cechą PbSO_4 jest rozpuszczalność w stężonym kwasie siarkowym(VI), stężonych zasadach i wodnym roztworze octanu amonu. Reakcję strącania należy prowadzić przy pomocy rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI).



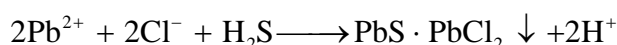
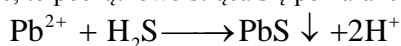
5. Chromian(VI) potasu wytrąca z roztworów soli ołowiu(II) żółty osad chromianu(VI) ołowiu(II). Reakcję należy prowadzić w obecności kwasu octowego. Osad jest nierozpuszczalny w stężonym amoniaku, rozpuszcza się natomiast w stężonym HNO_3 .



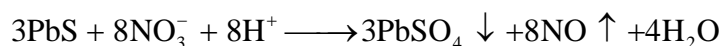
6. Jodek potasu. Jony I^- powodują strącanie żółtego osadu PbI_2 w formie złotych płatków. Ze względu na to, że rozpuszczalność jodku ołowiu(II) w wodzie jest znacznie niższa niż PbCl_2 , dodanie roztworu jodku potasu do roztworu chlorku ołowiu(II) powoduje powstanie osadu PbI_2 . Osad rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika.



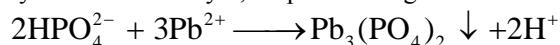
7. AKT z roztworu zawierającego jony Pb^{2+} wytrąca, po ogrzaniu, czarny osad siarczku ołowiu(II). Jeśli w roztworze znajdują się jony chlorkowe, to początkowo strąca się pomarańczowy chlorosiareczek.



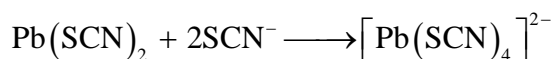
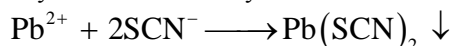
Osad PbS rozpuszcza się w rozcieńczonym i stężonym kwasie azotowym(V) z wytworzeniem, odpowiednio, siarki lub białego siarczanu(VI) ołowiu(II).



8. Wodorofosforan(V) sodu powoduje powstawanie białego osadu fosforanu(V) ołowiu(II), nie rozpuszczalnego w rozcieńczonym kwasie octowym, rozpuszczalnego w 2M HNO_3 i 2M NaOH .



9. Tiocyjaniany litowców powodują strącanie białego osadu tiocyjanianu ołowiu(II), rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika, kwasie azotowym a także w wodnych roztworach wodorotlenków.



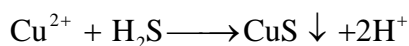
3.2 II Grupa analityczna kationów

Do II grupy kationów zalicza się Hg^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , które wraz z Pb^{2+} tworzą podgrupę IIA oraz Sn^{2+} , Sn^{4+} , As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} i Sb^{5+} (podgrupa IIB). Odczynnikiem grupowym jest siarkowodor bądż AKT, strącające w środowisku kwaśnym (0,3 M roztwór HCl) osady siarczków powyższych metali. Siarczki wszystkich metali tej grupy są bardzo słabo rozpuszczalne w wodzie, co gwarantuje ich praktycznie ilościowe strącenie z badanego roztworu. Podział na podgrupy opiera się na rozpuszczalności siarczków jonów metali z II grupy w roztworach siarczków litowców oraz mocnych zasadach (siarczki z podgrupy IIA nie rozpuszczają się, co odróżnia je od siarczków z podgrupy IIB). Własności kationów z tej grupy różnią się znacznie. Część z nich wykazuje wyraźne własności amfoteryczne.

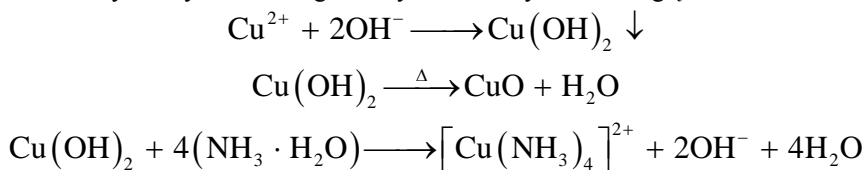
Miedź – Cu^{2+}

Miedź jest w związkach jedno- lub dwuwartościowa. Sole miedzi(I) są przeważnie mniej trwałe niż miedzi(II) i nierozpuszczalne. Związki miedzi(II) są z reguły barwne (ze względu na obecność wody hydratacyjnej, jon $\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4^{2+}$ jest niebieski) a wiele z nich jest dobrze rozpuszczalnych w wodzie (chlorek, bromek, fluorek, azotan(V), siarczan(VI) i inne). Cyjanek i jodek miedzi(II) są nietrwałe.

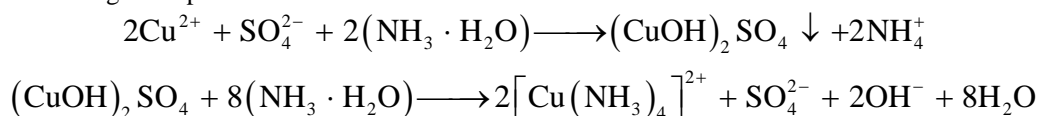
1. AKT strąca z roztworów soli miedzi(II) czarny osad siarczku miedzi(II), praktycznie nie rozpuszczalny na zimno w rozcieńczonym kwasie solnym i siarkowym(VI). Rozpuszcza się natomiast na gorąco w 2M roztworze kwasu azotowego(V).



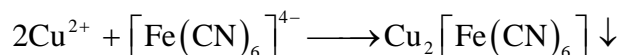
2. Wodorotlenek sodu lub potasu powoduje wytrącanie się galaretowatego, niebieskiego osadu wodorotlenku miedzi(II), który podczas ogrzewania czernieje na skutek dehydratacji. Osad wodorotlenku miedzi(II) rozpuszcza się w wodnym roztworze amoniaku z wytworzeniem granatowoniebieskiego kompleksu. Osad nie wytrąca się w obecności hydroksykwasów organicznych i sacharydów ze względu na tworzenie kompleksów.



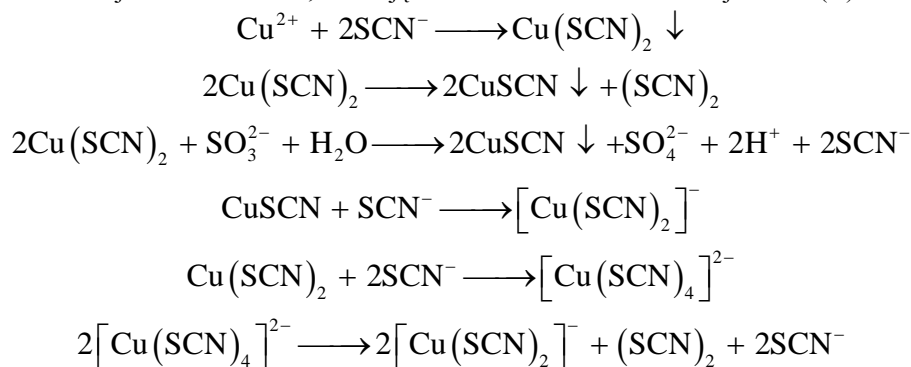
3. Wodny roztwór amoniaku. Niewielka ilość wodnego roztworu amoniaku powoduje strącenie zielononiebieskich hydroksysoli, rozpuszczalnych w nadmiarze odczynnika z wytworzeniem ciemnoniebieskiego kompleksu.



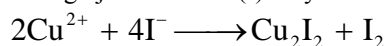
4. Heksacyjanożelazian(II) potasu w reakcji z jonami Cu^{2+} tworzy brunatny osad heksacyjanożelazianu(II) miedzi(II). Osad nie rozpuszcza się w rozcieńczonych kwasach, rozpuszcza się natomiast w amoniaku, tworząc niebieski roztwór. Jony żelaza przeszkadzające w reakcji maskuje się fluorkami lub winianami. Próbę przeprowadza się w środowisku obojętnym lub w rozcieńczonym kwasie octowym.



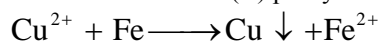
5. Tiocyjaniany litowców powodują wytrącanie czarnego tiocyjanianu miedzi(II), przechodzącego powoli (po dodaniu siarczanu(IV)sodu szybko) w biały, trudno rozpuszczalny tiocyjanian miedzi(I). Związek ten rozpuszcza się natomiast w nadmiarze odczynnika z wytworzeniem jonów kompleksowych. Tak otrzymany roztwór jest bezbarwny. Również tiocyjanian miedzi(II) rozpuszcza się w nadmiarze KSCN (lub NH_4SCN) z tym, że tak uzyskany roztwór cechuje brunatna barwa, zanikająca z czasem na skutek redukcji miedzi(II) do miedzi(I).



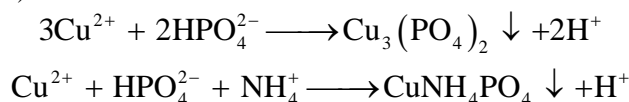
6. Jodek potasu powoduje wytrącanie białego jodku miedzi(I) i wydzielenie wolnego jodu



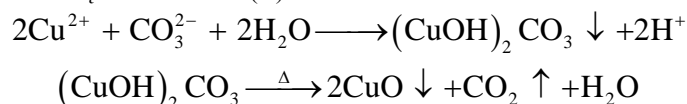
7. Żelazo. Druć żelazny, zanurzony w roztworze soli miedzi(II) pokrywa się warstwą miedzi metalicznej.



8. Wodorofosforan(V) sodu powoduje wytrącanie niebieskiego osadu fosforanu(V) miedzi(II), rozpuszczalnego w kwasie octowym i stężonym amoniaku. W obecności soli amonowych strąca się jasnoniebieski, krystaliczny osad fosforanu(V) miedzi(II) i amonu.



9. Węglan sodu powoduje strącanie zielononiebieskich hydroksosoli, które podczas ogrzewania zawiesiny czernieją na skutek tworzenia się tlenku miedzi(II)

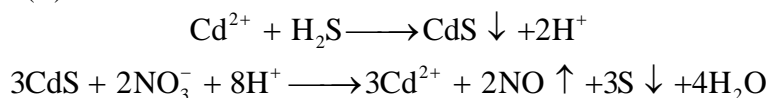


10. Barwienie płomienia. Roztwór soli miedzi wprowadzony do płomienia palnika na druciku platynowym, powoduje zabarwienie płomienia na zielononiebieski kolor. Aby efekt był wyraźniejszy należy do roztworu badanego dodać kilka kropeł kwasu solnego.

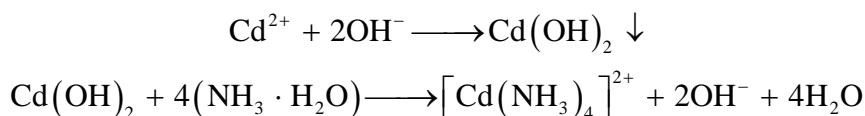
Kadm – Cd²⁺

Kadm tworzy wyłącznie kationy dwuwartościowe, w solach jest z reguły bezbarwny. Związki kadmu są dobrze rozpuszczalne w wodzie (dotyczy to w szczególności soli mocnych kwasów nieorganicznych i organicznych). Jon Cd²⁺ wykazuje bardzo silne właściwości kompleksotwórcze. Wodorotlenek kadmu nie wykazuje właściwości amfoterycznych.

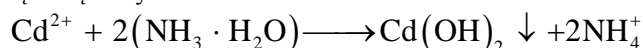
1. AKT powoduje strącanie siarczku kadmu. Barwa tego związku zależy od pH roztworu, w którym zachodzi reakcja i waha się od jasnożółtej (strącanie w środowisku obojętnym) do pomarańczowej (przy pH około 1). Siarczek kadmu rozpuszcza się w gorącym, rozcieńczonym kwasie solnym lub siarkowym(VI) oraz w zimnym, 2 M kwasie azotowym(V).



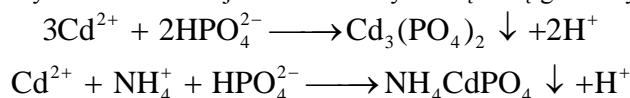
2. Wodorotlenek sodu lub potasu powoduje powstawanie białego, galaretowatego osadu wodorotlenku kadmu, nierozpuszczalnego w nadmiarze odczynnika, lecz łatwo rozpuszczalnego w kwasach i wodnym roztworze amoniaku.



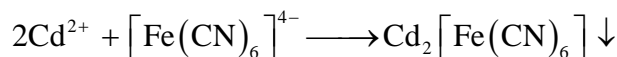
3. Wodny roztwór amoniaku, dodawany w niewielkich ilościach, strąca biały, galaretowaty osad wodorotlenku kadmu, rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika. Po dodaniu AKT do tak sporządzonego roztworu aminakompleksu kadmu strąca się żółty osad CdS.



4. Wodorofosforan(V) sodu powoduje wypadanie białego osadu fosforanu(V) kadmu, rozpuszczalnego w rozcieńczonym kwasie octowym. W obecności jonów amonowych strąca się grubokrystaliczna sól mieszana.



5. Heksacyjanożelazian(II) potasu strąca z roztworu soli kadmu biały osad heksacyjanożelazianu(II) kadmu, rozpuszczalny w amoniaku i kwasach nieorganicznych.



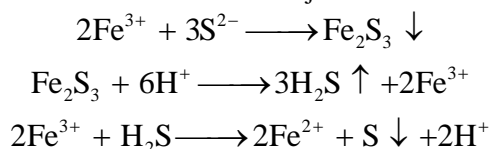
3.3. III Grupa analityczna kationów

Kationy III grupy analitycznej strącają się z roztworu o odczynie słabo zasadowym (środowisko amoniakalne) pod wpływem siarkowodoru lub AKT. Osad złożony jest z siarczków i wodorotlenków metali tej grupy. Zaliczamy tu Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} i Co^{2+} (przy czym dwa pierwsze tworzą w opisanych warunkach wodorotlenki, pozostałe zaś siarczki). Siarczki kationów III grupy analitycznej są znacznie lepiej rozpuszczalne niż grupy II, dlatego należy zadbać o dostatecznie duże stężenie odczynnika strącającego. Pierwiastki tej grupy, za wyjątkiem cynku i glinu, występują na różnych stopniach utlenienia i mają skłonność do tworzenia związków kompleksowych. Sole wielu z nich są intensywnie barwne (za wyjątkiem Al^{3+} i Zn^{2+}). Właściwości amfoteryczne wykazują tylko niektóre z tlenków.

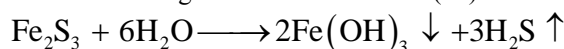
Żelazo – Fe^{3+}

W związkach żelazo występuje jako pierwiastek dwu-, trój- lub sześciowartościowy, przy czym na najwyższym stopniu utlenienia znajduje się w żelazianach(VI), nietrwałych w roztworach wodnych. Sole żelaza(II) w formie hydratów są zielone, natomiast bezwodne – bezbarwne lub jasnożółte. Roztwory wodne zawierające Fe^{2+} są nietrwałe na powietrzu i ulegają powolnemu utlenianiu. Sole żelaza(III) mają zabarwienie żółte bądź brunatnofioletowe. Większość soli żelaza jest dobrze rozpuszczalna w wodzie. Jony Fe^{2+} i jony Fe^{3+} wykazują skłonność do tworzenia kompleksów.

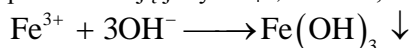
1. AKT strąca czarny osad siarczku żelaza(III), rozpuszczalny w kwasach z wytworzeniem siarkowodoru, który redukuje jony Fe^{3+} do Fe^{2+} z wydzieleniem siarki elementarnej.



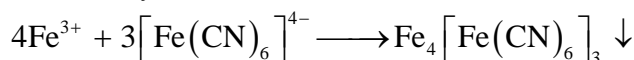
Reakcję strącania należy prowadzić w środowisku słabo zasadowym. Wilgotny siarczek żelaza(III) ulega powolnej hydrolizie, z wydzieleniem brunatnego wodorotlenku żelaza(III).



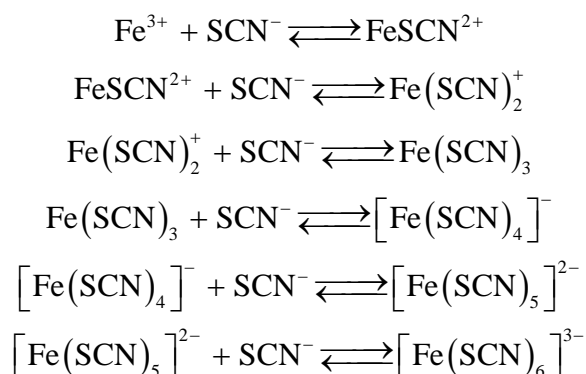
2. Wodorotlenki litowców i wodny roztwór amoniaku strącają kłaczkowaty, brunatny osad wodorotlenku żelaza(III), rozpuszczalny nawet w bardzo rozcieńczonych kwasach. Osad nie rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika (odróżnienie od Cr^{3+}), ale rozpuszcza się w roztworach kwasu winowego lub cytrynowego z wytworzeniem kompleksów. Reakcji przeszkadzają jony PO_4^{3-} , F^- i inne, tworzące kompleksy z kationami Fe^{3+} .



3. Heksacyjanożelazian(II) potasu wytrąca z roztworów zawierających jony żelaza(III) ciemnoniebieski osad heksacyjanożelazianu(II) żelaza(III), zwany błękitem pruskim. Reakcję należy prowadzić w środowisku kwaśnym. Jony kompleksujące żelazo przeszkadzają w oznaczeniu. Osad jest odporny na działanie kwasów, rozkładają go natomiast wodne roztwory wodorotlenków.

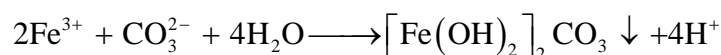
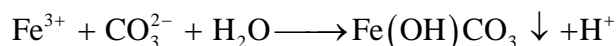
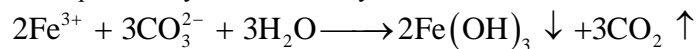


4. Tiocyjaniany amonu lub potasu tworzą z jonami Fe^{3+} krwistoczerwone kompleksy tiocyjanianowe o stechiometrii zależnej od stężenia żelaza w roztworze. Reakcję należy prowadzić w środowisku słabo kwaśnym.

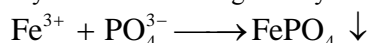


Powstające kompleksy rozpuszczają się w rozpuszczalnikach organicznych, dlatego jeśli barwa roztworu jest maskowana przez obecność innych jonów, do mieszaniny dodajemy kilka cm³ 1-pentanolu (alkoholu amylowego) lub eteru dietylowego. Po wymieszaniu i rozdzieleniu warstw, faza organiczna (górną), w obecności jonów żelaza jest zabarwiona na czerwono.

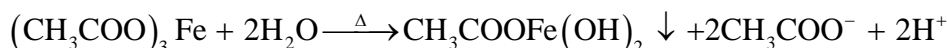
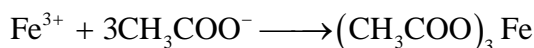
5. Węglan sodu lub amonu strąca brunatny osad, będący mieszaniną wodorotlenku i hydroksywęglanów żelaza(III). Osad jest łatwo rozpuszczalny w rozcieńczonych kwasach.



6. Wodorofosforan(V) sodu strąca żółty osad fosforanu(V) żelaza(III), nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie octowym, lecz łatwo rozpuszczalny w kwasach nieorganicznych.



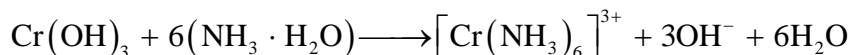
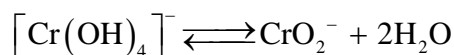
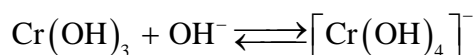
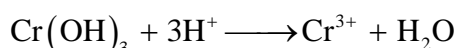
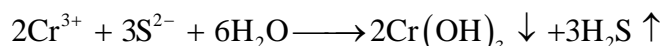
7. Octan sodu tworzy z jonami Fe³⁺ czerwone kompleksy, przechodzące podczas ogrzewania w brunatne hydroksysole żelaza(III).



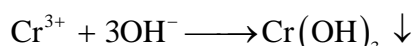
Chrom – Cr³⁺

W związkach chrom występuje jako pierwiastek dwu-, trój- bądź sześciowartościowy, przy czym na najwyższym stopniu utlenienia jako anion CrO₄²⁻ lub Cr₂O₄²⁻. Związki chromu(II), cechujące się błękitnym zabarwieniem, są nietrwałe i na powietrzu utleniają się do chromu(III). Jony Cr³⁺ w roztworach wodnych i solach uwodnionych tworzą hydraty o barwie zielonofioletowej. Związki chromu(III) stosunkowo łatwo tworzą kompleksy.

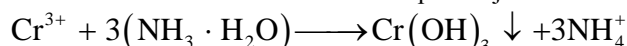
1. AKT. Siarczek chromu(III) w środowisku wodnym nie tworzy się na skutek hydrolizy, dlatego po dodaniu AKT do obojętnego roztworu zawierającego jony chromu(III) wytraca się szarozielony, galaretowaty osad wodorotlenku chromu(III). Osad ten łatwo rozpuszcza się w kwasach, zasadach i w wodnym roztworze amoniaku.



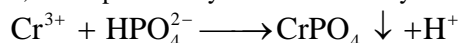
2. Wodorotlenek sodu lub potasu powoduje wytrącenie się szarozielonego osadu wodorotlenku chromu(III) o właściwościach opisanych powyżej. Roztwór wodorotlenku chromu(III) w nadmiarze zasady, podczas ogrzewania, rozkłada się z wydzielaniem osadu Cr(OH)₃. Barwa roztworów zawierających jon [Cr(OH)₄]⁻ jest intensywnie zielona.



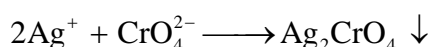
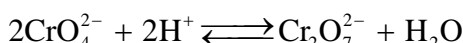
3. Wodny roztwór amoniaku strąca z roztworów soli chromu(III) osad wodorotlenku chromu(III), rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika (p. wyżej). Z roztworu aminokompleksu chromu(III), podczas ogrzewania, wydziela się osad wodorotlenku chromu. Barwa kompleksu jest fioletowa bądź różowa.



4. Wodorofosforan(V) sodu strąca zielony, bezpostaciowy osad fosforanu(V) chromu(III), rozpuszczalny w kwasach nieorganicznych i zasadach, nierozpuszczalny w kwasie octowym.



5. Utleniacze. Sole chromu trójwartościowego łatwo utleniają się do jonów chromianowych(VI) (w środowisku alkalicznym) lub dichromianowych(VI) (w środowisku kwaśnym). Pierwsze z nich mają barwę żółtą, drugie pomarańczową. Najprościej jest utlenianie przeprowadzić za pomocą nadtlenku wodoru w środowisku zasadowym. Do kilku kropeł roztworu badanego dodajemy wodorotlenku sodu do osiągnięcia odczynu zasadowego a następnie wkraplamy kilka kropli 10% wodnego roztworu H_2O_2 . Całość ogrzewamy do zaprzestania wydzielania się gazu. Zmiana barwy na żółtą, przechodzącą po zakwaszeniu w pomarańczową świadczy o obecności chromu. Dodatkowo obecność jonów CrO_4^{2-} można wykazać, dodając kilka kropli mieszaniny po zakończeniu utleniania do 1 cm^3 wodnego roztworu azotanu(V) srebra. W obecności jonów CrO_4^{2-} powstaje czerwono-brunatny osad chromianu(VI) srebra.



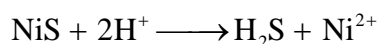
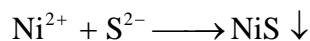
6. Próba chromylowa. W środowisku kwaśnym utlenianie chromu(III) za pomocą wody utlenionej prowadzi, poprzez dichromiany(VI), do powstania nadtlenku chromu. Związek ten, o intensywnie niebieskiej barwie jest nietrwały w środowisku wodnym, można jednakże wyekstrahować go do fazy organicznej. W celu wykonania próby kilka kropli roztworu badanego alkalizujemy roztworem NaOH, dodajemy 10% wody utlenionej i ogrzewamy do momentu zaprzestania wydzielania się gazu. Mieszaninę chłodzimy. Jednocześnie w drugiej probówce przygotowujemy mieszaninę 0,5 cm^3 10% H_2O_2 , 0,5 cm^3 1M H_2SO_4 i 0,5 cm^3 eteru dietylowego (bądź 1-pentanolu). Mieszając zawartość drugiej probówki, wkraplamy do niej ochłodzoną zawartość probówki pierwszej. Zabarwienie warstwy organicznej (górnej) na kolor lazurowoniebieski świadczy o obecności jonów chromu(III) w badanym roztworze.



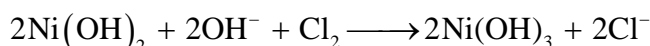
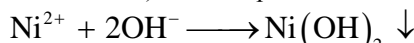
Nikiel - Ni^{2+}

Pomimo iż nikiel w związkach może występować na różnych stopniach utlenienia, najbardziej trwale są związki niklu(II). Najważniejsze, rozpuszczalne w wodzie sole niklu(II) to halogenki, siarczan(VI), azotan(V) i octan niklu. W stanie uwodnionym sole niklu mają barwę zieloną, w stanie bezwodnym – zielonożółtą lub żółtą. Nikiel tworzy szereg jonów kompleksowych.

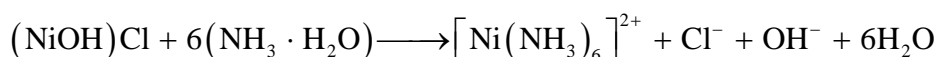
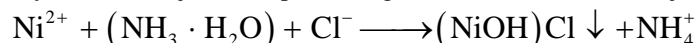
1. AKT strąca, z roztworów zasadowych, czarny osad siarczku niklu(II) który, podobnie jak CoS, w stanie świeżym (zaraz po strąceniu) jest rozpuszczalny w kwasach z wytworzeniem siarkowodoru. Po pewnym czasie przechodzi on jednak w formę rozpuszczalną jedynie w warunkach silnie utleniających (woda królewska, kwasy z dodatkiem nadtlenku wodoru).



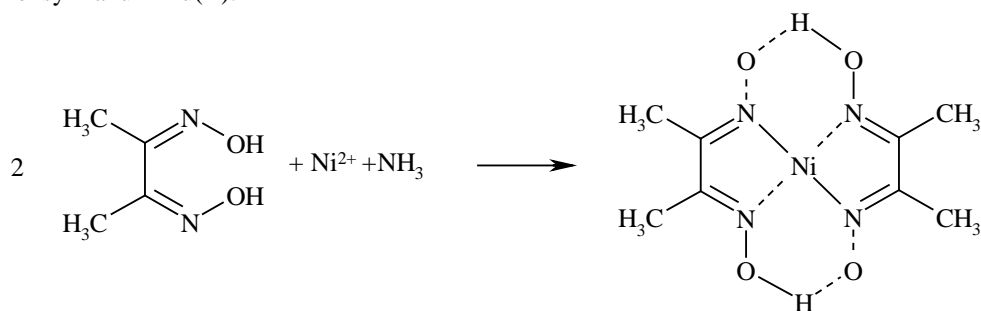
2. Wodorotlenki litowców strącają zielony osad wodorotlenku niklu(II), łatwo rozpuszczalny w kwasach. W obecności wody chlorowej (wodny roztwór chloru) osad ten przechodzi w czarny wodorotlenek niklu(III).



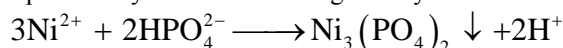
3. Wodny roztwór amoniaku powoduje wytrącenie zielonego osadu hydroksosoli, rozpuszczającego się w nadmiarze odczynnika z wytworzeniem jonu kompleksowego o barwie szarofioletowej.



4. **Dimetyloglioksym** wytraca z amoniakalnego roztworu soli niklu czerwonoróżowy osad dimetyloglioksymianu niklu(II).



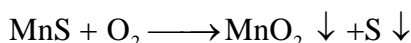
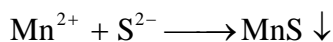
5. **Wodorofosforan(V) sodu** strąca zielony osad fosforanu(V) niklu(II), nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie octowym, lecz łatwo rozpuszczalny w kwasach nieorganicznych.



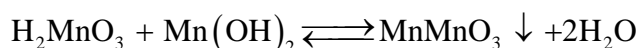
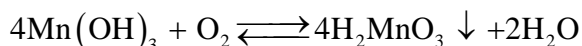
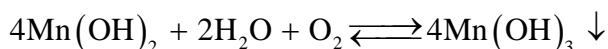
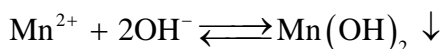
Mangan – Mn²⁺

Mangan tworzy szereg związków, w których występuje na różnych stopniach utlenienia (+2, +3, +4, +5, +6, +7), przy czym na drugim stopniu utlenienia występuje wyłącznie w kationach i jest to najtrwalszy stopień utlenienia. Związki na +3 stopniu utlenienia są nietrwałe i łatwo ulegają dysproporcjonowaniu. Tlenek manganu(IV) jest amfoterem o słabych właściwościach zarówno kwasowych jak i zasadowych. Wyższe stopnie utlenienia manganu spotykamy wyłącznie w anionach (MnO_4^{3-} , MnO_4^{2-} , MnO_4^-), przy czym dwa ostatnie są silnymi utleniaczami. Spośród wszystkich stopni utlenienia manganu na których występuje w formie kationowej, tylko Mn^{2+} jest znaczący. Jon ten posiada słabe własności kompleksotwórcze (najsłabsze z III grupy analitycznej). Bezwodne sole manganu(II) są bezbarwne, w formie uwodnionej jasnorożowe. Większość z nich jest łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

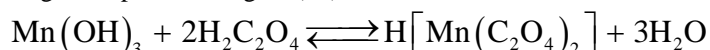
1. **AKT** strąca, z roztworów zasadowych, cielisty osad siarczku manganu(II), który ogrzewany w roztworze macierzystym (szczególnie w obecności nadmiaru odczynnika strącającego) przechodzi w zielony hydrat $3\text{MnS} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Osad siarczku manganu(II) łatwo rozpuszcza się w rozcieńczonych i stężonych kwasach nieorganicznych i organicznych. Wilgotny siarczek manganu(II) na powietrzu przechodzi w brunatny tlenek manganu(IV).



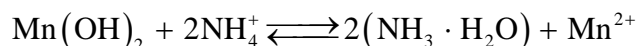
2. **Wodorotlenki litowców** powodują powstawanie białego osadu wodorotlenku manganu(II), łatwo utleniającego się na powietrzu z wytworzeniem brunatnego manganianu(IV) manganu(II).



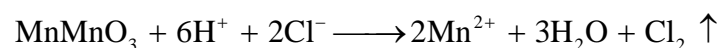
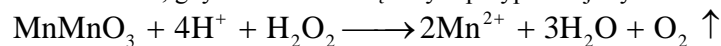
Powstający przejściowo wodorotlenek manganu(III) rozpuszcza się w stężonym roztworze kwasu szczawiowego z wytworzeniem czerwonego kompleksu manganu(III).



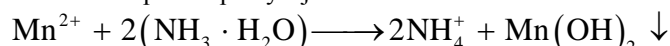
Reakcja służy do wykrywania manganu w obecności żelaza. Aby zaobserwować efekt, probówką z zawiesiną wodorotlenku manganu(II) należy energicznie wstrząsać kilka minut, a następnie dodać roztwór kwasu szczawiowego. Wodorotlenek manganu(II) rozpuszcza się w kwasach i solach amonu. Nie rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika strącającego.



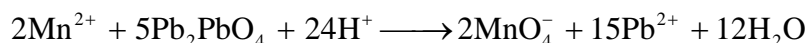
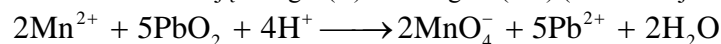
Brunatny osad manganianu(IV) manganu(II) nie rozpuszcza się w rozcieńczonym kwasie siarkowym(VI) (w odróżnieniu od wodorotlenku manganu(II)), lecz dopiero po dodaniu nadtlenu wodoru. W kwasie solnym rozpuszcza się bez dodatku reduktora, gdyż reduktorem są w tym przypadku jony chlorkowe.



3. Wodny roztwór amoniaku strąca osad wodorotlenku manganu(II), lecz strącanie nie jest całkowite. Własności strąconego wodorotlenku opisano powyżej.

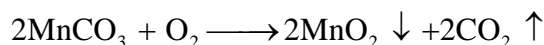
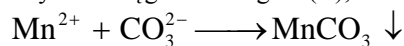


3. Tlenek ołowiu(IV) lub ołowian(IV) ołowiu(II) (minia) w środowisku kwasu azotowego(V) i obecności azotanu(V) srebra jako katalizatora utleniają mangan(II) do manganu(VII) (tzw. reakcja Cruma)

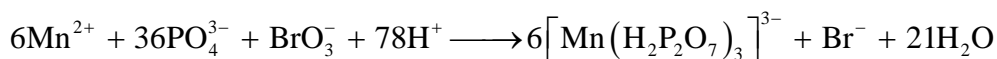
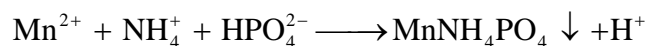
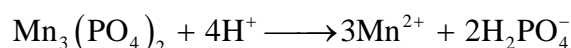
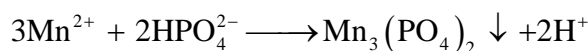


Aby przeprowadzić reakcję, do 1 cm³ stężonego kwasu azotowego należy dodać 0,5 cm³ 0,1 M roztworu azotanu(V) srebra i szczyptę PbO₂ lub Pb₃O₄ a następnie tak sporządzoną mieszaninę zagotować. Do wrzącej zawiesiny dodać 1-2 krople roztworu badanego, ogrzać do wrzenia a następnie ochłodzić. Po opadnięciu osadu soli ołowiu, w obecności jonów Mn²⁺, roztwór barwi się na kolor fioletowy. W reakcji przeszkadzają jony halogenkowe.

4. Węglan sodu bądź amonu strąca biały osad węglanu manganu(II), ciemniejący na powietrzu.



5. Wodorofosforan(V) sodu powoduje wytrącanie białego osadu fosforanu(V) manganu(II), rozpuszczalnego w kwasie octowym i kwasach nieorganicznych. W obecności jonów amonowych lub z roztworu amoniakalnego strąca się biały, krystaliczny osad fosforanu(V) amonu i manganu(II). W obecności utleniaczy (np.: bromianu(V) potasu), w środowisku rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI), podczas ogrzewania roztworu badanego z kwasem fosforowym(V) tworzą się rozpuszczalne kompleksy difosforanowe(V) manganu(III) o barwie fioletowej.



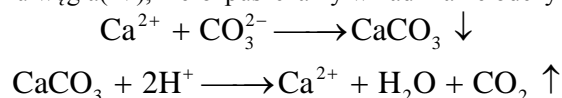
3.4. IV Grupa analityczna kationów

Do IV grupy kationów zalicza się jony strącające się w z roztworu, po usunięciu jonów grup I-III, w formie węglanów. Zaliczamy tu Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} i Ra^{2+} . Metale te tworzą wyłącznie kationy dwuwartościowe. Ich sole są z reguły dobrze rozpuszczalne w wodzie i, o ile anion nie jest barwny, wszystkie są bezbarwne. Kationy pierwiastków z tej grupy analitycznej tworzą bardzo niewiele kompleksów.

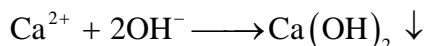
Wapń – Ca^{2+}

Wapń, występujący wyłącznie jako metal dwudodatni, tworzy bezbarwne sole. Jego tlenek jest tlenkiem o właściwościach zasadowych (wodorotlenek wapnia jest silną zasadą, stosunkowo słabo rozpuszczalną w wodzie).

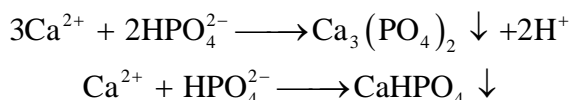
1. Węglan amonu lub sodu strąca biały osad węglanu wapnia, rozpuszczalny nawet w rozcieńczonym kwasie octowym z wydzieleniem tlenku węgla(IV), nierozpuszczalny w nadmiarze odczynnika.



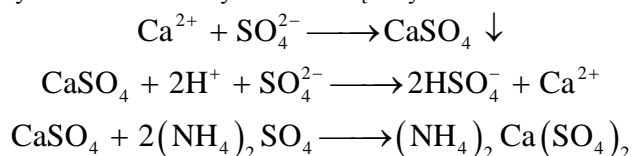
2. Wodorotlenek sodu lub potasu strąca, ze stężonych roztworów soli wapnia, biały osad wodorotlenku wapnia, rozpuszczalny w kwasach.



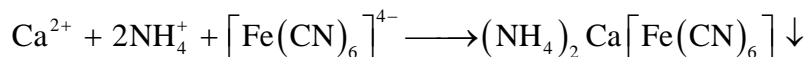
3. Wodorofosforan(V) sodu powoduje wytrącanie białego osadu, będącego mieszaniną fosforanu(V) i wodorofosforanu(V) wapnia, rozpuszczalnego w kwasie octowym i kwasach nieorganicznych (za wyjątkiem kwasu siarkowego(VI)).



4. Kwas siarkowy(VI) i siarczan litowców powodują powstawanie białego osadu (igły) uwodnionego siarczanu(VI) wapnia, strącającego się z umiarkowanie stężonych roztworów soli wapnia. Osad ten rozpuszcza się w kwasach nieorganicznych i kwasie octowym oraz w stężonym roztworze siarczanu(VI) amonu.



5. Heksacyjanożelazian(II) potasu powoduje wytrącanie z roztworu soli wapnia, po dodaniu chlorku amonu i amoniaku, białego osadu heksacyjanożelazianu(II) wapnia i amonu. Osad nie rozpuszcza się w kwasie octowym.

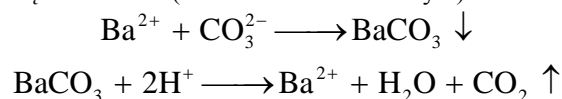


6. Lotne sole wapnia, wprowadzone do płomienia palnika na druciku platynowym powodują zabarwienie płomienia na ceglasty kolor (błyski).

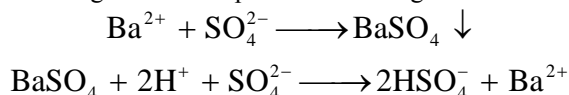
Bar – Ba^{2+}

W związkach bar występuje wyłącznie jako kation dwuwartościowy. Jego sole, w znakomitej większości, są bezbarwne i trudno rozpuszczalne w wodzie. Do rozpuszczalnych soli baru należą halogenki, azotan(V) i octan. Wodorotlenek baru jest silną zasadą.

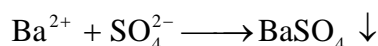
1. Węglany litowców lub węglan amonu strącają z roztworów zawierających jony Ba^{2+} biały osad węglanu. Związek ten łatwo rozpuszcza się w kwasach (nawet w kwasie octowym).



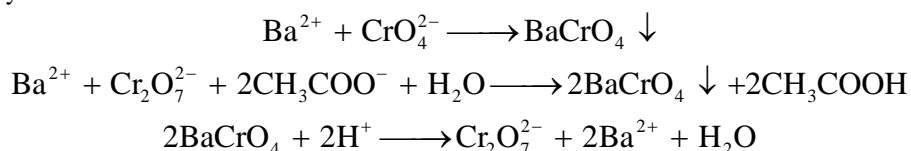
2. Kwas siarkowy(VI) lub siarczan(VI) litowców strącają biały osad siarczanu(VI) baru. Osad ten rozpuszcza się jedynie w stężonym kwasie siarkowym(VI) oraz, w nieznacznym stopniu, w stężonych roztworach innych kwasów mineralnych. W odróżnieniu od siarczanu wapnia nie rozpuszcza się w roztworze siarczanu(VI) amonu. Przeprowadzenie reakcji strącania osadu BaSO₄ w obecności stężonego roztworu manganianu(VII) potasu powoduje powstanie fioletowego bądź różowego osadu, tworzącego się na skutek współstrącania siarczanu(VI) baru i manganianu(VII) baru. Osad ten nie odbarwia się po odwirowaniu, przemyciu wodą a następnie dodaniu do niego roztworu kwasu szczawowego i kilku kropli rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI).



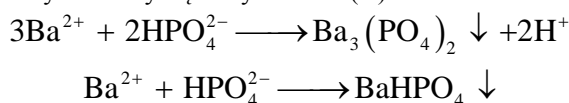
3. Siarczan(VI) wapnia w formie nasyconego wodnego roztworu (tzw. woda gipsowa) wytrąca biały osad siarczanu(VI) baru z obojętnych lub słabo kwaśnych roztworów zawierających sole baru. Właściwości osadu opisano powyżej.



4. Chromian(VI) potasu lub dichromian(VI) potasu wytrąca w reakcji z jonami baru żółty osad chromianu(VI) baru. W przypadku użycia dichromianu(VI) potasu należy dodać kwasu octowego lub octanu sodu celem zbuforowania mieszaniny. Osad ten nie rozpuszcza się w kwasie octowym, roztwarza się natomiast w kwasie solnym.



5. Wodorofosforan(V) sodu wytrąca biały osad wodorofosforanu(V) baru, rozpuszczalny w rozcieńczonych kwasach. W środowisku zasadowym tworzy się biały fosforan(V) baru.



6. Barwienie płomienia. Rozpuszczalne sole baru, wprowadzone do płomienia palnika na druciku platynowym, barwią płomień na kolor żółtozielony.

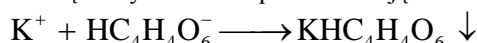
3.5. V Grupa analityczna kationów

Kationy V grupy analitycznej, do której należą Li^+ , K^+ , Na^+ , Rb^+ , Cs^+ , NH_4^+ i Mg^{2+} nie posiadają odczynnika grupowego. Większość soli tych kationów jest dobrze rozpuszczalna w wodzie. Za wyjątkiem magnezu, który jest zawsze dwudodatni, pozostałe kationy są wyłącznie jednowartościowe. Roztwory tych soli są bezbarwne, o ile nie zawierają barwnego anionu. Z popularnymi reagentami nie tworzą kompleksów. Tlenki metali V grupy analitycznej są typowymi tlenkami zasadotwórczymi.

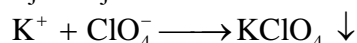
Potas – K^+

Potas w związkach występuje wyłącznie jako jednowartościowy kation. Większość soli jest doskonale rozpuszczalna w wodzie.

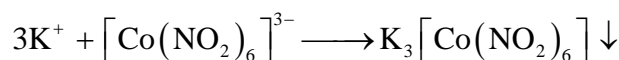
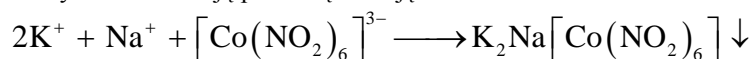
1. Kwas winowy powoduje powstawanie drobnokrystalicznego wodorowinianu potasu. Aby przyspieszyć powstawanie osadu, do roztworu badanego dodaje się kilka kropli roztworu octanu sodu i pociera wewnętrzną stroną ścianki probówki bagietką szklaną. Jony amonowe przeszkadzają w reakcji.



2. Kwas chlorowy(VII) strąca, ze stężonych roztworów soli potasu, biały, krystaliczny osad chloranu(VII) potasu. Jony amonowe przeszkadzają w tej reakcji.



3. Heksanitrokobaltan(III) sodu powoduje strącanie żółtego, krystalicznego osadu heksanitrokobaltanu(III) potasu i sodu bądź, przy nadmiarze jonów potasu, heksanitrokobaltan(III) potasu. Reakcję należy prowadzić w środowisku rozcieńczonego kwasu octowego, gdyż zasady i mocne kwasy rozkładają odczynnik. Osad wytrąca się po pewnym czasie. Jony amonowe dają podobną reakcję.

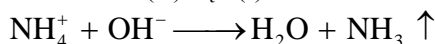


4. Barwienie płomienia. Lotne sole potasu, wprowadzone na druciku platynowym do płomienia palnika, barwią płomień na fioletowo - różowy kolor (barwa jest wyraźnie widoczna przez ciemnoniebieskie szkło kobaltowe).

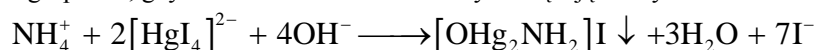
Amon – NH_4^+

Kation amonowy jest jednowartościowym kationem kompleksowym, powstającym w wyniku reakcji cząsteczki amoniaku z kationem wodorowym. Wodne roztwory amoniaku wykazują odczyn słabo zasadowy. Sole amonowe są z reguły dobrze rozpuszczalne w wodzie, lecz w odróżnieniu od soli litowców, rozkładają się podczas ogrzewania z wydzielaniem gazowego NH_3 . Jon NH_4^+ nie wchodzi w skład żadnego jonu kompleksowego, natomiast amoniak tworzy kationy kompleksowe z szeregiem metali przejściowych.

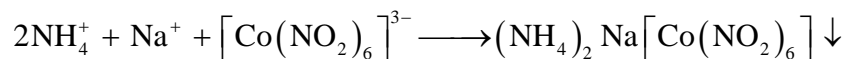
1. Wodorotlenki litowców wypierają z roztworów soli amonu gazowy amoniak, wykrywany dzięki charakterystycznemu, drażniącemu zapachowi i zdolności do barwienia zwilżonego papierka wskaźnikowego na niebiesko oraz bibuły zwilżonej roztworem azotanu(V) rtęci(I) na czarno.



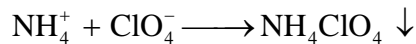
2. Odczynnik Nesslera. Zasadowy roztwór tetrajodortęcianu(II) potasu – odczynnik Nesslera, dodany do obojętnego lub zasadowego roztworu zawierającego kationy amonowe wytrąca czerwonobrunatny osad lub, przy małych stężeniach soli amonu, wytwarza żółte zabarwienie. Reakcję można prowadzić wyłącznie pod nieobecność kationów grup I-III, gdyż te w środowisku zasadowym strącają osady.



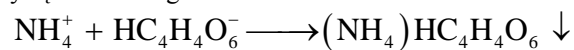
3. Heksanitrokobaltan(III) sodu wytraca z roztworów zawierających kationy NH_4^+ żółty osad heksanitrokobaltanu(III) sodu i amonu. Warunki prowadzenia reakcji są takie same jak przy wykrywaniu kationu K^+ .



4. Kwas chlorowy(VII) strąca biały, krystaliczny osad chloranu(VII) amonu.



5. Kwas winowy powoduje wytrącanie białego osadu wodorowinianu amonu.



4 Analiza anionów

Spotykane w chemii analitycznej aniony należą zarówno do jonów prostych (I^- , Cl^- , S^{2-}) jak i złożonych (SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , NO_3^-). Do anionów złożonych zalicza się również aniony kompleksowe, np.: $[Fe(CN)_6]^{3-}$. Większość anionów jest bezbarwna, lecz istnieją także aniony barwne, zawierające z reguły w swojej strukturze atom metalu bloku *d*, np.: MnO_4^- , CrO_4^{2-} . Właściwości anionów są bardzo różne, dlatego trudno jest je podzielić, w oparciu o reakcje z określonymi reagentami, na grupy analityczne, równie wyraźnie zdefiniowane jak w przypadku kationów. Z tego powodu trudno jest też zaproponować pewny tok analityczny, przez co systematyczna analiza anionów staje się bardzo skomplikowana. W efekcie aniony wykrywa się z reguły za pomocą reakcji charakterystycznych w oddzielnych porcjach roztworu.

Podział anionów na grupy analityczne, w oparciu o reakcje z azotanem(V) srebra, chlorkiem baru i kwasem azotowym(V), podał Bunsen. Podział ten, często modyfikowany, zakłada istnienie siedmiu grup analitycznych anionów:

- I grupa analityczna – należą tu aniony wtrącające się w formie białych lub żółtawych osadów, nierozpuszczalnych w rozcieńczonym HNO_3 , po dodaniu roztworu $AgNO_3$; nie dają osadów z $BaCl_2$ – Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , CN^-
- II grupa analityczna – aniony strącające osady z roztworem $AgNO_3$, rozpuszczalne w HNO_3 , niestrącające osadów z $BaCl_2$ – S^{2-}
- III grupa analityczna – białe osady z roztworem $AgNO_3$ i $BaCl_2$, rozpuszczalne w rozcieńczonym HNO_3 – SO_3^{2-} , CO_3^{2-}
- IV grupa analityczna – aniony strącające barwne osady z $AgNO_3$, rozpuszczalne w rozcieńczonym HNO_3 oraz białe osady z $BaCl_2$, również rozpuszczalne w kwasie azotowym(V) – PO_4^{3-} , AsO_4^{3-}
- V grupa anionów – jony niewytrącające osadów z $AgNO_3$ i $BaCl_2$ – CH_3COO^- , NO_3^- , ClO_3^- , NO_2^- (ostatni z jonów strąca osad $AgNO_2$ ze stężonych roztworów)
- VI grupa anionów – nie strącają osadów z rozcieńczonym $AgNO_3$, z $BaCl_2$ wytrącają białe osady nierozpuszczalne w rozcieńczonym HNO_3 – F^- , SO_4^{2-}
- VII grupa anionów – strącają osady z $AgNO_3$ i $BaCl_2$, rozpuszczalne w rozcieńczonym HNO_3 z wydzieleniem krzemionki – SiO_3^{2-}

Niektórzy autorzy wprowadzają jeszcze grupę VIII – aniony kwasów organicznych, inni łączą grupy III, IV, VI i VII w jedną.

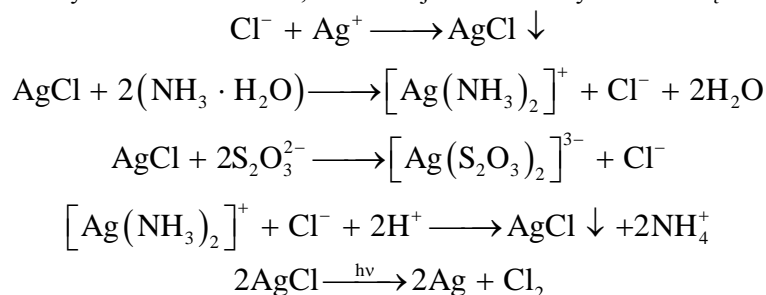
4.1. I i II Grupa analityczna anionów

Cechą anionów grup I i II jest tworzenie osadów z jonami Ag^+ , nierozpuszczalnych w rozcieńczonym HNO_3 . Chlorki, bromki i tiocyjaniany pochodzą od kwasów mocnych, pozostałe aniony z tych grup wywodzą się z kwasów słabych. Wszystkie aniony grup I i II posiadają właściwości redukujące.

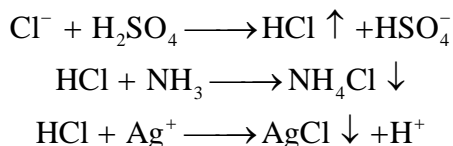
Chlorki – Cl

Jon chlorkowy jest anionem mocnego kwasu chlorowodorowego (solnego). Prawie wszystkie chlorki, za wyjątkiem PbCl_2 , Hg_2Cl_2 i AgCl są dobrze rozpuszczalne w wodzie. Niską rozpuszczalnością cechują się także niektóre tleno- i hydroksochlorki. Jon Cl^- jest bezbarwny.

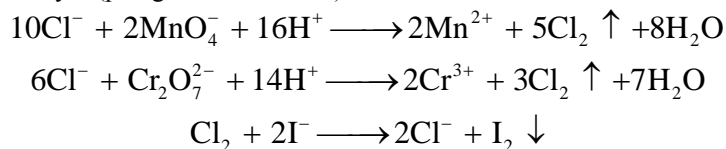
1. Azotan(V) srebra strąca biały, serowaty osad chlorku srebra, nierozpuszczalny w kwasie azotowym(V), lecz rozpuszczający się w wodnym roztworze amoniaku oraz tiosiarczaniu(VI) sodu. Kompleks amoniakalny może zostać rozłożony za pomocą kwasu azotowego(V). W efekcie tej reakcji powtórnie strąca się chlorek srebra. Chlorek srebra, wystawiony na działanie światła, fioletowieje na skutek wydzielania się wolnego srebra.



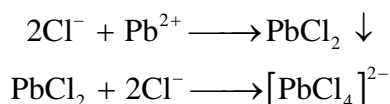
2. Stężony kwas siarkowy(VI). Po dodaniu stężonego H_2SO_4 do roztworu zawierającego jony chlorkowe, wydziela się gazowy chlorowódz (szybkość jego wydzielania można przyspieszyć ogrzewając próbkę). Gaz ten rozpoznajemy po charakterystycznym, drażniącym zapachu oraz po czerwienieniu wilgotnego papierka wskaźnikowego umieszczonego u wylotu probówki. Zbliżenie do wylotu naczynia bagietki szklanej zwilżonej wodnym roztworem amoniaku powoduje powstawanie białych dymów. Kropla AgNO_3 , trzymana u wylotu probówki, mętnieje na skutek strącania chlorku srebra.



3. Manganian(VII) potasu utlenia (najefektywniej w środowisku silnie kwaśnym) jony chlorkowe do gazowego chloru. Najlepiej jest roztwór badany zakwaśnić stężonym kwasem siarkowym(VI). Wydzielający się chlor rozpoznajemy po zapachu i niebieszczeniu zwilżonego wodą papierka jodoskrobiowego, umieszczonego u wylotu probówki. Utlenianie można prowadzić także za pomocą dichromianu(VI) potasu w środowisku obojętnym lub słabo kwaśnym (po ogrzaniu roztworu).



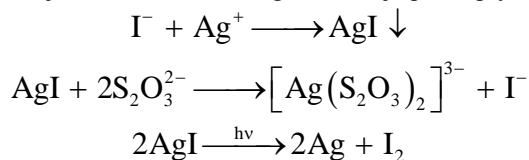
4. Octan ołowiu(II) strąca biały osad chlorku ołowiu(II), rozpuszczalny w stężonym kwasie solnym i gorącej wodzie.



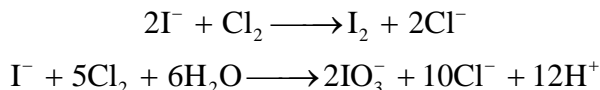
Jodki – I

Kwas jodowodorowy jest kwasem mocnym i silnym reduktorem. Większość jodków jest dobrze rozpuszczalna w wodzie (za wyjątkiem jodku srebra, rtęci(I), rtęci(II), dimiedzi(I), ołowiu(II) i bizmutu(III)).

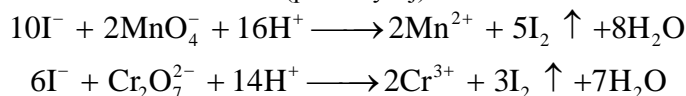
1. Azotan(V) srebra strąca z roztworów zawierających jony I⁻ żółty osad bromku srebra. Osad ten nie rozpuszcza się w rozcieńczonym kwasie azotowym(V) i wodnym roztworze amoniaku, natomiast roztwarza się w tiosiarczanie(VI) sodu. Podobnie jak chlorek srebra, AgI ciemnieje pod wpływem światła.



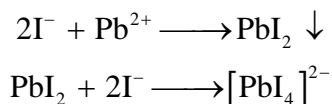
2. Chlor, (woda chlorowa), powoduje wydzielenie cząsteczkowego jodu, nadającego mieszaninie zabarwienie brunatne. Aby lepiej zaobserwować efekt, należy do próbki dodać niewielką ilość CHCl_3 lub CCl_4 . Po wstrząśnięciu warstwa organiczna (dolna) zabarwia się na kolor fioletowy. Dodanie do wodnego roztworu jodu kilku kropeł roztworu skrobi powoduje powstanie granatowoczarne zabarwienie, pochodzące od kompleksu supramolekularnego. Dodanie nadmiaru wody chlorowej powoduje utlenienie wydzielonego jodu do bezbarwnych jodanów(V). Podczas przeprowadzania reakcji przy jednoczesnej obecności w mieszaninie jonów I⁻ i Br⁻, nadmiar roztworu Cl_2 utlenia, w pierwszej kolejności, wydzielony jod. Pozwala to zaobserwować zabarwienie pochodzące od bromu.



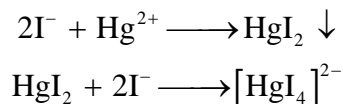
3. Manganian(VII) potasu utlenia jony jodkowe do wolnego jodu. Reakcja ta zachodzi bez podgrzewania. Utlenianie prowadzić można również za pomocą dichromianu(VI) potasu. Wykrycia wydzielonego jodu najłatwiej dokonać przez dodanie roztworu skrobi (patrz wyżej).



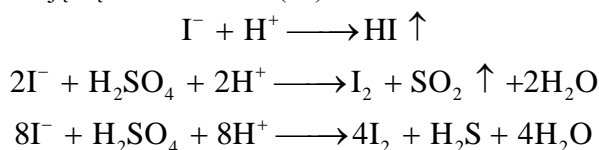
4. Jony ołowiu(II) strącają żółty osad jodku ołowiu(II), rozpuszczalny w gorącej wodzie i nadmiarze jonów jodkowych.



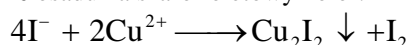
5. Sole rtęci(II) wytrącają, ze słabo kwaśnych roztworów, jaskrawoczerwony osad jodku rtęci(II). Osad ten rozpuszcza się w nadmiarze jonów I⁻.



6. Stężony kwas siarkowy(VI) powoduje wydzielenie cząsteczkowego jodu i jodowodoru. Wydzielony jod zabarwia roztwór na kolor brunatny lub, w przypadku ogrzania mieszaniny, powoduje powstanie fioletowych par. Przy dużych stężeniach jodków w roztworze powstaje czarny osad jodu. Jony siarczanowe(VI), w zależności od warunków, redukują się do tlenku siarki(IV) lub siarkowodoru.



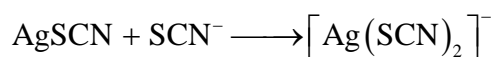
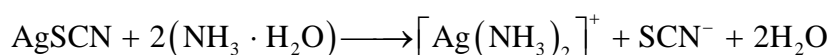
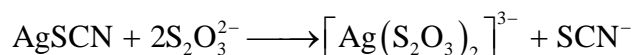
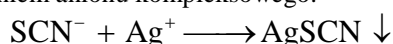
7. Rozpuszczalne sole miedzi(II) powodują powstanie białego osadu jodku dimiedzi(I). Wydzielony jednocześnie jod powoduje zabarwienie osadu na szarofioletowy kolor.



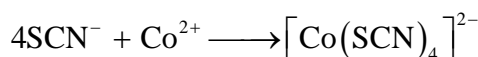
Tiocyaniany – SCN⁻

Kwas tiocyjanowy (zwany rodanowodorowym, a jego sole – rodankami) należy do mocnych kwasów, choć łatwo ulega rozkładowi. Tiocyjaniany są łatwo rozpuszczalne w wodzie, za wyjątkiem soli srebra, dimiedzi(I), miedzi(II), ołowiu(II) i dirtęci(I). Kwas tiocyjanowy i jego sole są silnymi reduktorami. Anion SCN⁻ jest bezbarwny.

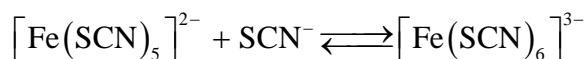
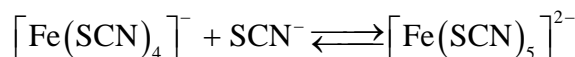
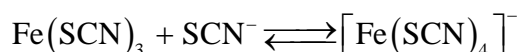
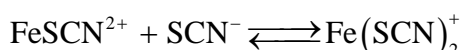
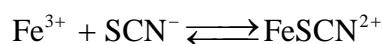
1. Azotan(V) srebra strąca biały, serowaty osad tiocyjanianu srebra, nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym(V), rozpuszczalny w wodnym roztworze amoniaku oraz tiosiarczanów(VI). Rozpuszcza się także w nadmiarze tiocyjanianów z wytworzeniem anionu kompleksowego.



2. Sole kobaltu(II) - azotan(V) kobaltu(II), dodany do zakwaszonego roztworu zawierającego jony SCN⁻, tworzy błękitny kompleks, dający się ekstrahować do fazy organicznej (eter dietylowy lub 1-pentanol) – reakcja Vogla.

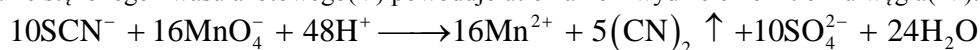


3. Jony żelaza(III) tworzą, w środowisku rozcieńczonego kwasu, kompleksy rodankowe o intensywnym, krwistoczerwonym zabarwieniu. Podczas wytrząsania roztworu badanego z FeCl₃ w obecności rozpuszczalnika organicznego, eteru dietylowego lub 1-pentanolu, kompleksy te przechodzą do fazy organicznej (górnej), zabarwiając ją na czerwono. Należy stosować nadmiar jonów Fe³⁺, by związać obecne w roztworze aniony maskujące.



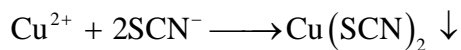
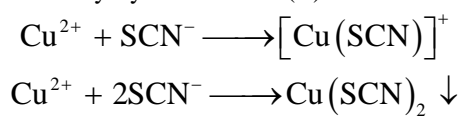
4. Stężony kwas siarkowy(VI) powoduje rozkład tiocyjanianów z wydzielaniem tlenu węgla(II), tlenu węgla(IV), tlenosiarczku węgla(IV), tlenu siarki(IV) i diazotu, przy czym powstaje wolna siarka. Zawartość produktów w mieszaninie poreakcyjnej jest zmienna, zależy od temperatury reakcji i stężenia reagentów.

5. Manganian(VII) potasu - w środowisku kwaśnym tiocyjaniany powodują odbarwienie roztworu KMnO₄ w wyniku reakcji, w której powstaje dicyjan o charakterystycznym zapachu gorzkich migdałów (TRUCIZNA!!!). Zastosowanie stężonego kwasu azotowego(V) powoduje utlenianie z wydzielaniem tlenu węgla(IV).



6. Siarczan miedzi(II), dodany w niewielkich ilościach do roztworu tiocyjanianów wywołuje zabarwienie szmaragdowozielone. Dalsze dodawanie odczynnika prowadzi do strącenia czarnego tiocyjanianu miedzi(II).

Szczegółowa dyskusja procesów zachodzących w roztworze oraz właściwości powstających osadów przedyskutowano przy okazji omawiania wykrywania miedzi(II).



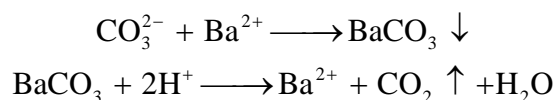
4.2. III i IV Grupa analityczna anionów

W odróżnieniu od anionów grup I i II, aniony należące do grup III i IV tworzą sole baru, nierozpuszczalne w wodzie, natomiast łatwo rozpuszczalne w rozcieńczonym kwasie azotowym(V). Większość soli tych anionów, za wyjątkiem soli litowców, jest trudno rozpuszczalna w wodzie (wyjątek stanowi anion $S_2O_3^{2-}$, tworzący rozpuszczalne sole z kationami III i IV grupy analitycznej kationów). Kwasy: węglowy, siarkowy(IV), tiosiarkowy(VI) są kwasami słabymi, łatwo wypieranymi przez mocniejsze kwasy z ich soli. Kwas fosforowy(V) i arsenowy(V) należą do kwasów średniej mocy.

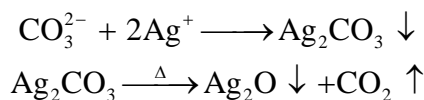
Węglany – CO_3^{2-}

Jon węglanowy pochodzi od bardzo słabego i nietrwałego kwasu węglowego. Spośród soli węglanowych, w wodzie rozpuszczalne są wyłącznie węglany litowców i wodorowęglany berylowców. Jon CO_3^{2-} jest anionem bezbarwnym.

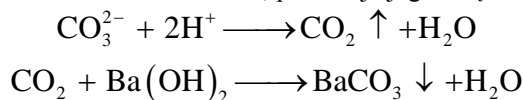
1. Chlorek baru. Jony Ba^{2+} strącają z wodnych roztworów węglanów biały osad węglanu baru, rozpuszczający się z łatwością w rozcieńczonych roztworach kwasów (nawet w kwasie octowym), z wydzieleniem tlenu węgla(IV).



2. Azotan(V) srebra strąca biały osad węglanu srebra, rozkładający się podczas ogrzewania z wydzieleniem brunatnego tlenu srebra i CO_2 .



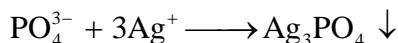
3. Kwas octowy i inne kwasy rozkładają jon CO_3^{2-} z wydzieleniem gazowego tlenu węgla(IV) który, wprowadzony do wodnego roztworu wodorotlenku baru, powoduje jego zmętnienie.



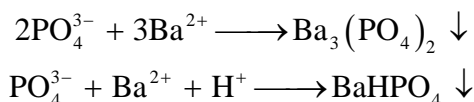
Fosforany(V) – PO_4^{3-}

Jon PO_4^{3-} jest anionem średnio mocnego, trójprotonowego kwasu fosforowego(V). W wodzie rozpuszczalne są fosforany(V) litowców i diwodorofosforany(V) berylowców. Jon fosforanowy(V) jest bezbarwny.

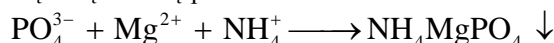
1. Azotan(V) srebra strąca żółty, serowaty osad fosforanu(V) srebra, rozpuszczalny w rozcieńczonym HNO_3 , 6 M CH_3COOH i amoniaku.



2. Chlorek baru strąca w roztworze alkalicznym lub obojętnym, odpowiednio białe osady fosforanu(V) baru lub wodorofosforanu(V) baru.

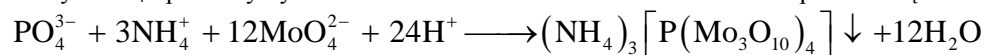


3. Mieszanina magnezowa. Roztwór chlorku magnezu, chlorku amonu i amoniaku powoduje wytrącanie białego osadu fosforanu(V) amonu i magnezu, rozpuszczalnego w kwasach. Podczas przeprowadzania reakcji należy pocierać bagietką o wewnętrzną ściankę probówki.

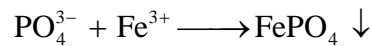


4. Molibdenian(VI) amonu w obecności jonów PO_4^{3-} strąca z roztworów zawierających nadmiar stężonego kwasu azotowego(V), żółty osad 12-molibdofosforanu(V) amonu. Reakcji przeszkadzają jony Cl^- i S^{2-} dlatego,

przed dodaniem roztworu molibdenianu(VI) amonu, mieszaninę roztworu badanego z HNO_3 należy chwilę pogotować. Jony MoO_4^{2-} powinny być obecne w mieszaninie w nadmiarze. Osad rozpuszcza się w zasadach.



5. Chlorek żelaza(III) strąca żółty osad fosforanu(V) żelaza(III), rozpuszczalny w kwasach nieorganicznych, nierozpuszczalny w CH_3COOH .



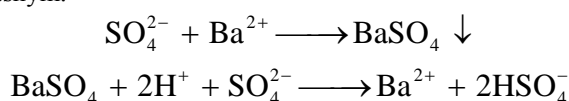
4.3. VI Grupa analityczna anionów

Do VI grupy analitycznej anionów należą aniony nie tworzące osadów z jonami Ag^+ (w roztworach rozcieńczonych) lecz strącające osady z jonami baru. Są to aniony kwasów o różnej mocy i różnych właściwościach redoks. Większość soli anionów z tej grupy jest dobrze rozpuszczalna w wodzie (za wyjątkiem połączeń z berylowcami).

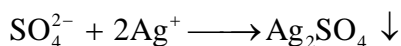
Siarczany(VI) – SO_4^{2-}

Anion siarczanowy(VI) pochodzi od mocnego, diprotonowego kwasu siarkowego(VI). Ma on właściwości utleniające (w stanie stężonym, zanikające po jego rozcieńczeniu). Wszystkie wodorosiarczany(VI) i większość siarczanów(VI) jest dobrze rozpuszczalna w wodzie (za wyjątkiem soli ołowiu(II), rtęci(II), wapnia, baru i strontu).

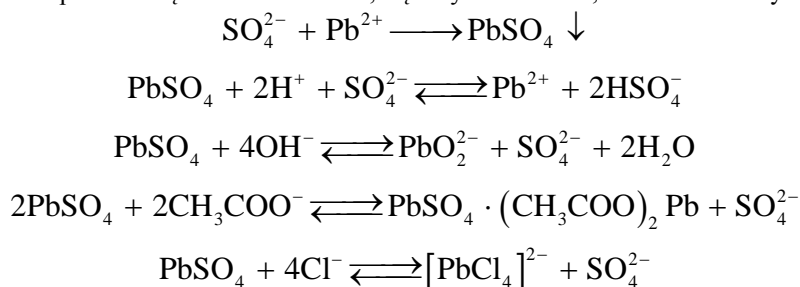
1. Chlorek baru lub inne rozpuszczalne sole tego metalu reagują z jonami siarczanowymi(VI) z wytworzeniem białego, krystalicznego osadu. Osad ten nie rozpuszcza się w stężonym HCl i HNO_3 nawet podczas ogrzewania, rozpuszcza się natomiast nieznacznie w gorącym, stężonym kwasie siarkowym. Reakcje strącania należy prowadzić w środowisku kwaśnym.



2. Azotan(V) srebra strąca, przy dużym stężeniu jonów SO_4^{2-} w badanym roztworze, biały, krystaliczny osad siarczanu(VI) srebra.



3. Azotan(V) ołowiu(II). Jony Pb^{2+} strącają z roztworu siarczanów(VI) biały, krystaliczny osad siarczanu(VI) ołowiu(II). Osad ten rozpuszcza się w octanie amonu, stężonych zasadach, kwasie siarkowym i solnym.



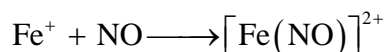
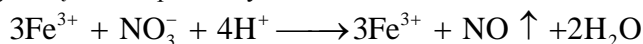
4.4. V Grupa analityczna anionów

Do grupy V zalicza się aniony nie tworzące osadów z AgNO_3 i BaCl_2 (choć jon NO_2^- strąca się w formie AgNO_2 z roztworów stężonych). Kwasy z których wywodzą się te jony są różnej mocy i posiadają właściwości utleniające. Praktycznie wszystkie sole anionów tej grupy są rozpuszczalne w wodzie.

Azotany(V) – NO_3^-

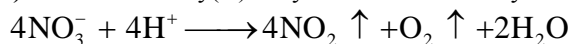
Jon azotanowy(V) wywodzi się z mocnego kwasu azotowego(V). Wszystkie azotany(V) są dobrze rozpuszczalne a jon NO_3^- jest bezbarwny.

1. Siarczan(VI) żelaza(II) w obecności stężonego kwasu siarkowego(VI) reaguje z jonem azotanowym(V), tworząc fioletowobrunatny związek kompleksowy.

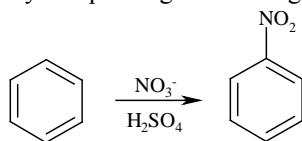


Aby przeprowadzić reakcję do 1 cm^3 roztworu FeSO_4 dodajemy kilka kropli roztworu badanego i wprowadzić, po ściance probówki, 1 cm^3 stężonego H_2SO_4 tak, aby nie wymieszać reagentów. Przy obecności jonów azotanowych(V) na granicy faz powstaje fioletowobrunatna obrączka (tzw. reakcja obrączkowa). Jony NO_2^- dają podobny wynik.

2. Stężony kwas siarkowy(VI) rozkłada azotany(V) z wydzielaniem brunatnych tlenków azotu(IV).



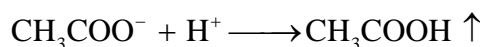
3. Benzen lub toluen, ogrzewane w obecności jonów NO_3^- w środowisku stężonego H_2SO_4 ulegają nitrowaniu z wydzielaniem nitro pochodnych o intensywnym zapachu gorzkich migdałów.



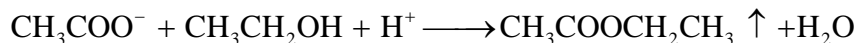
Octany – CH_3COO^-

Octany są jonami wywodzącymi się z kwasu octowego, zaliczanego do kwasów słabych. Octany są dobrze rozpuszczalne w wodzie, za wyjątkiem niektórych hydroksosoli. Pod względem właściwości aniony octanowe przypominają aniony V grupy analitycznej.

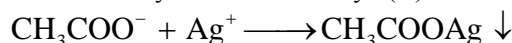
1. Rozcieńczony kwas siarkowy(VI) (ok. 2 M) powoduje wydzielenie, po ogrzaniu, wolnego kwasu octowego o charakterystycznym zapachu.



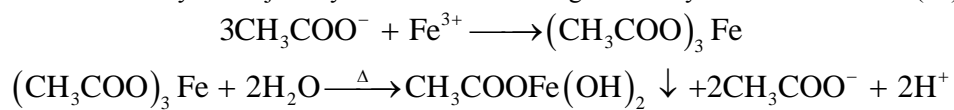
2. Alkohol etylowy, dodany do pozostałości po odparowaniu próbki roztworu, po wkropleniu stężonego H_2SO_4 (kilka kropli) i ogrzaniu ulega estyfikacji z wydzielaniem lotnego estru – octanu etylu, o zapachu zmywacza do paznokci.



3. Azotan(V) srebra, ze stężonymi roztworami octanów, strąca biały, krystaliczny osad octanu srebra, rozpuszczalny w gorącej wodzie i rozcieńczonym kwasie azotowym(V).



4. Chlorek żelaza(III) w środowisku obojętnym, w obecności octanów, tworzy czerwony octan żelaza(III) który, w odróżnieniu od jonów tiocyjanianowych, nie jest ekstrahowany przez eter dietylowy lub 1-pentanol. Podczas ogrzewania sól ta hydrolizuje z wytworzeniem brunatnego osadu hydroksooctanu żelaza(III).



5. Nieorganiczna analiza jakościowa – wykonanie ćwiczenia

W trakcie ćwiczeń Twoim zadaniem jest wykonanie identyfikacji otrzymanych od prowadzącego zajęcia próbek. Mogą one zawierać:

- kationy: Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , K^+ , NH_4^+
- aniony: Cl^- , I^- , SCN^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , NO_2^- , CH_3COO^-

Do analizy otrzymasz sól zawierającą jeden z powyższych kationów i jeden z powyższych anionów (próbkę soli otrzymasz w formie stałej). Twoim zadaniem jest identyfikacja obu jonów.

Aby zidentyfikować otrzymaną substancję zacznij od oceny organoleptycznej próbki:

- powąchaj próbkę, wiele soli ulega w niewielkim stopniu rozkładowi nawet w formie stałej – zapach może wskazać na obecność takich anionów jak CH_3COO^- , NO_3^- , SCN^- ;
- oceń barwę próbki, wiele soli jest barwnych (sole manganu – różowe; miedzi – zielone lub niebieskawe; chromu – zielone lub zielonofioletowe; niklu – zielone; żelaza – żółtobrazowe).

Umieść otrzymaną próbkę stałą w zlewce i dodaj około 100 cm³ wody destylowanej, w ten sposób uzyskasz roztwór do dalszych badań. Pamiętaj o pozostawieniu pewnej ilości substancji w formie stałej – może się przydać do pewnych reakcji. Jeśli substancja słabo rozpuszcza się w wodzie zapytaj prowadzącego o dalszy sposób postępowania. Pierwszym etapem analizy powinno być wykonanie prób z odczynnikami grupowymi, zarówno dla anionów jak i dla kationów. Po ustaleniu, do których grup analitycznych należą składniki badanej substancji, zidentyfikuj anion i kation w oparciu o reakcje charakterystyczne. Opis reakcji charakterystycznych dla poszczególnych kationów i anionów zawarto w p. 3 i 4 opracowania teoretycznego. Pamiętaj, że w opracowaniu nie podano wszystkich możliwych reakcji, posiłkuj się również tabelą rozpuszczalności, w wątpliwych wypadkach skonsultuj się z prowadzącym zajęcia.

SPOSÓB WYKONANIA REAKCJI GRUPOWYCH

Kationy:

- do 1 cm³ roztworu dodaj kilka kropli 2 M kwasu solnego, jeśli wytrąci się biały osad masz do czynienia z kationem I grupy analitycznej; jeśli osad się nie wytrąci, wykonaj próbę z kolejnego punktu;
- do 1 cm³ roztworu dodaj kilka kropli 2 M HCl (możesz wykorzystać próbkę z p. 1) i kilka kropli roztworu AKT, mieszaninę ogrzewaj na łaźni wodnej przez kilka minut; jeśli wytrąci się ciemny osad, masz do czynienia z kationem II grupy analitycznej; jeśli osad się nie wytrąci lub jest biały lub żółtawy, wykonaj próbę z kolejnego punktu;
- do 1 cm³ roztworu badanego (użyj nowej porcji roztworu) dodaj kilka kropli 2 M roztworu amoniaku, kilka kropli 2 M chlorku amonu i kilka kropli roztworu AKT, mieszaninę ogrzewaj na łaźni wodnej przez kilka minut; jeśli wytrąci się barwny osad, masz do czynienia z kationem III grupy analitycznej; jeśli osad się nie wytrąci, wykonaj próbę z kolejnego punktu;
- do 1 cm³ roztworu dodaj kilka kropli 2 M roztworu amoniaku i kilka kropli roztworu węglanu amonu; jeśli wytrąci się biały osad, masz do czynienia z kationem IV grupy analitycznej; jeśli osad się nie wytrąci, twoja próbka zawiera kation V grupy analitycznej.

Aniony:

Przygotuj dwie próbki zawierające po 1 cm³ badanego roztworu, do próbki numer 1 dodaj kilka kropli 0,1 M AgNO₃, do próbki numer 2 kilka kropli 0,5 M roztworu Ba(NO₃)₂; zaobserwuj zmiany:

- jeśli osad nie wytrącił się w żadnej z próbek, masz do czynienia z anionem z V grupy analitycznej;
- jeśli osad strącił się wyłącznie w próbce numer 1 masz do czynienia z anionem z I lub II grupy analitycznej;
- jeśli osady strąciły się w obu próbkach masz do czynienia z anionem z III, IV lub VI grupy analitycznej – ogrzej próbkę nr 1 w płomieniu palnika, jeśli osad się rozpuści, anion należy do grupy VI, jeśli nie – do grupy III lub IV;
- jeśli osad wytrącił się w próbce 2 a nie wytrącił w próbce 1, masz do czynienia z jonem z siarczanowym(VI) – wytrącanie się osadu Ag₂SO₄ ma miejsce tylko przy dużym stężeniu roztworu.