

Przedmiot: Chemia budowlana Zakład Materiałoznawstwa i Technologii Betonu

Ćw. 1 Podstawy chemicznej analizy jakościowej – analiza identyfikacyjna wybranych kationów

Zagadnienia do przygotowania: metody analizy jakościowej, jony (aniony, kationy), reakcje charakterystyczne kationów, sposób postępowania przy identyfikacji pierwiastków

1. Wstęp teoretyczny

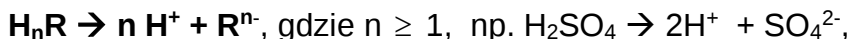
Znajomość składu chemicznego materiałów daje informacje o tym jaki to jest materiał, jakie substancje były używane do jego produkcji lub jakie procesy korozyjne miały miejsce podczas użytkowania. Znajomość składu chemicznego środowiska daje informacje na temat możliwości agresywnego oddziaływania na materiał budowlany i metod ochrony antykorozyjnej, jakie należy zastosować.

W analizie bardzo często posługujemy się pojęciem jonu. **Jony** są to naładowane cząstki materii. Wyróżniamy:

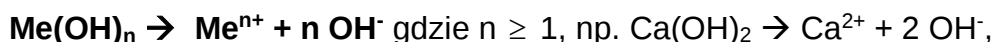
- jony dodatnie – **kationy**. Są to jony wodoru, jony metali i niektóre grupy pierwiastków posiadające ładunek dodatni, np. H^+ , Ca^{2+} , NH_4^+ ,
- jony ujemne – **aniony**. Są to jony pochodzące od kwasów czyli reszty kwasowej.

Związki chemiczne w roztworach wodnych rozpadają się w wyniku procesu dysocjacji na jony:

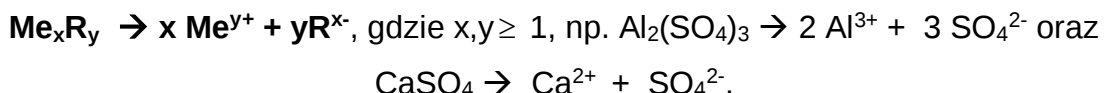
- kwasy – na jony wodorowe oraz jony reszty kwasowej



- zasady – na jony metali oraz jony wodorotlenowe



- sole – na jony metali lub NH_4^+ oraz jony reszty kwasowej



Jeżeli x i $y = 1$ to wartościowość kationu = wartościowości anionu.

Metody analizy składu materiałów

Analiza składu substancji dzieli się na dwa zasadnicze działy:

- analizę jakościową,
- analizę ilościową.

Analiza jakościowa jest dziedziną chemii doświadczalnej, która zajmuje się identyfikacją substancji, tzn. odpowiada na pytanie **jakie jony, pierwiastki lub związki chemiczne ta substancja zawiera w swoim składzie**.

Analiza ilościowa jest również dziedziną chemii doświadczalnej, lecz jej wyniki dają odpowiedź na pytanie: **jaka jest zawartość (stężenie) jonów, pierwiastków lub związków chemicznych w danej substancji?**

Analizę jakościową substancji dzielimy na dwa działy:

- analizę chemiczną,
- analizę fizykochemiczną (instrumentalną).

Metody analizy chemicznej

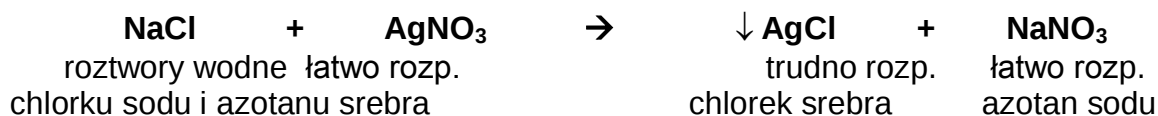
W metodach analizy chemicznej wykorzystuje się następujące zjawiska towarzyszące procesom wykrywania, identyfikacji:

- wytrącanie osadów,
- wydzielanie gazów,
- powstawanie barwnych związków kompleksowych, tzw. kompleksów.

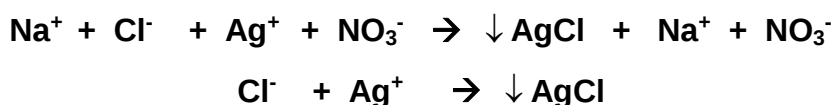
Oznaczenia metodami analizy chemicznej prowadzone są zwykle w roztworach wodnych jednak można identyfikację przeprowadzać także w stanie stałym. Tak określa się obecność wapieni (CaCO_3) zawartych w kruszywie lub identyfikuje się stopy metali. W pierwszym wypadku powierzchnię materiału polewa się roztworem dowolnego kwasu mineralnego i obserwuje charakterystyczne wydzielanie CO_2 , w drugim – po polaniu powierzchni metalu stężonym kwasem stosuje się dodatkowo specjalne odczynniki i obserwuje powstałą barwę. Tak przeprowadzana jest np. identyfikacja stopów złota metodą analizy kroplowej.

Reakcje wytrącania osadów

Przykładem reakcji wytrącania osadu jest reakcja identyfikacji jonu chlorkowego (Cl^-) za pomocą związku srebra (AgNO_3):



O wytrąceniu osadu informuje strzałka skierowana w dół obok symbolu trudno rozpuszczalnego związku chemicznego. Ponieważ sole, jako doskonałe elektrolity, są w roztworach wodnych w pełni zdysocjowane można powyższą reakcję zapisać następująco:



Skreślenie jednakowych jonów po obu stronach strzałki jest możliwe, ponieważ właściwie reagują ze sobą jony chlorkowe i jony srebrne; tzn, łatwo rozpuszczalny związek zawierający jon chlorkowy będzie reagował z rozpuszczalnym związkiem zawierającym jon srebra z utworzeniem trudno rozpuszczalnego chlorku srebra. W praktyce obserwujemy przebieg tej reakcji jako utworzenie zmętnienia lub obfitego osadu (zależnie od stężenia jonów) po wymieszaniu dwóch klarownych roztworów w próbówce.

Reakcje wydzielania gazów

W tego typu reakcjach o obecności lub nieobecności jonów wnioskuje się, po dodaniu odpowiedniego odczynnika chemicznego, na podstawie zapachu gazu lub sposobu jego wydzielania. Przykładem takiej reakcji jest wydzielenie amoniaku, gazu o charakterystycznym zapachu, po dodaniu roztworu mocnej zasady do roztworu soli amonowych. Wydzielający się amoniak świadczy o obecności jonu amonowego.



Strzałka skierowana ku górze obok symbolu amoniaku mówi o tym, że wydzielił się gaz. Analogicznie jak i poprzednio, wyszczególniając tylko jony reagujące ze sobą, można zapisać tę reakcję skrótowo:



Reakcje wydzielania barwnych związków kompleksowych

W tego typu reakcjach wnioskuje się o obecności lub nieobecności jonów na podstawie intensywnej barwy wytworzonej po dodaniu odpowiedniego odczynnika chemicznego. Roztwór substancji reagujących pozostaje przezroczysty, lecz zwykle zmienia radykalnie swą barwę, rzadziej jest to bezbarwny związek chemiczny utworzony przez rozpuszczenie związku trudno rozpuszczalnego. Poniżej zapisano reakcję tworzenia związku kompleksowego, siarczanu(VI) tetraaminamiedzi(II), który powstaje po dodaniu do siarczanu(VI) miedzi(II) roztworu wodorotlenku amonu w nadmiarze:



szafirowa barwa roztworu

czytamy tę reakcję następująco:

cząsteczka siarczanu miedzi(II) + 4 cząsteczki wodorotlenku amonu dają cząsteczkę siarczanu(VI) tetraaminamiedzi(II) + 4 cząsteczki wody.

Metody analizy fizykochemicznej - instrumentalnej

Do identyfikacji substancji wykorzystuje się procesy fizyczne lub fizykochemiczne, którym one podlegają w czasie analizy. Badana substancja może być użyta w postaci roztworu lub w stanie stałym. Wykorzystywane są takie cechy charakterystyczne jak np.:

- widmo absorpcyjne lub emisyjne pierwiastków (metody spektroskopowe),
- ciepło rozpuszczania, ciepło reakcji, ciepło i temperatura topnienia, krzepnięcia oraz wrzenia substancji (metody analizy termicznej i kalorymetrii),
- współczynnik załamania światła substancji (metody refraktometryczne),
- struktura substancji (metody dyfrakcji promieni X i elektronów, metody mikroskopowe).

W metodach analizy fizykochemicznej zwykle wykorzystywany jest sprzęt lub aparatura badawcza (stąd druga nazwa – analiza instrumentalna). Obok informacji jakościowych uzyskuje się także informacje ilościowe.

Jednym z najprostszych sposobów identyfikacji niektórych kationów jest ogrzanie w płomieniu palnika na oczyszczonym druciku platynowym roztworu ich soli. Niektóre pierwiastki świecą określonym promieniowaniem widzialnym. Zmianę koloru płomienia dla wybranych kationów zestawiono w tabeli 1.

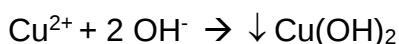
Tab. 1 Zabarwienie płomienia wybranych pierwiastków

Pierwiastek	Symbol	Barwa płomienia
Sód	Na	Żółta
Potas	K	Jasnofioletowa
Wapń	Ca	Ceglastoczerwona
Bar	Ba	Żółtozielona
Miedź	Cu	Zielona

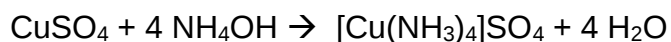
Wybrane reakcje charakterystyczne kationów

Cu²⁺ - kation miedzi(II) – roztwór soli niebieski

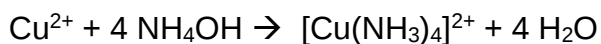
- 2n HCl nie wytrąca osadu.
- mocne zasady (sodowa – NaOH, potasowa – KOH) wytrącają niebieski, galaretowatej konsystencji osad wodorotlenku miedzi(II) - Cu(OH)₂.



- wodorotlenek amonu - NH₄OH w nadmiarze reaguje z solami miedzi(II), np. siarczanem, z utworzeniem szafirowego związku kompleksowego – siarczanu tetraaminamiedzi(II)



szafirowa barwa roztworu

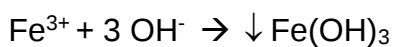


jon tetraaminamiedzi(II) to jon kompleksowy o czym świadczy nawiasu kwadratowe-go.

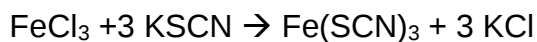
- sole miedzi barwią płomień palnika na kolor zielony.

Fe³⁺ - kation żelaza(III) – roztwór soli żółty

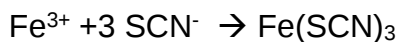
- 2n HCl nie wytrąca osadu.
- zasady (mocne – sodowa, potasowa i słabe – amonowa) wytrącają żółtobrunatny, galaretowatej konsystencji osad wodorotlenku żelaza(III) - Fe(OH)₃



- rodanki (izotiocyaniany) potasu lub amonu tworzą związki kompleksowe barwy krwistoczerwonej. W uproszczeniu zapisać można tę reakcję jako reakcję tworzenie rodanku żelaza(III) - $\text{Fe}(\text{SCN})_3$



krwisto-czerwona barwa roztworu

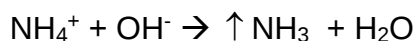
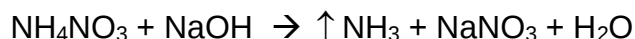


Reakcja ta jest bardzo czuła i natężenie barwy kompleksu zależy od zawartości jonów żelaza(III).

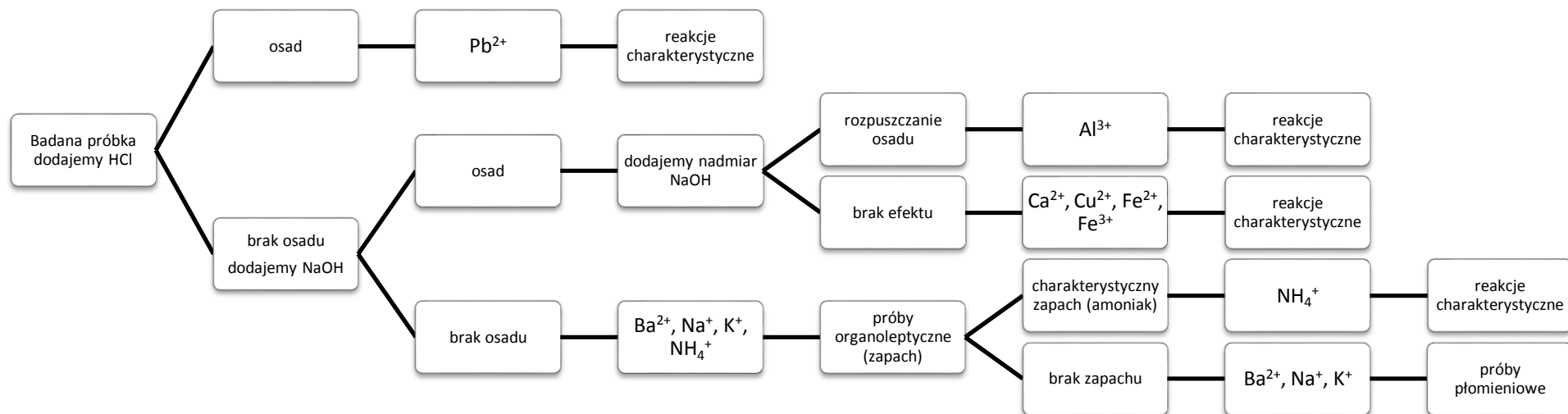
NH_4^+ - kation amonu - roztwór soli bezbarwny

Sole amonu należą do najlepiej rozpuszczalnych w wodzie związków chemicznych dlatego nie tworzą osadów z ogólnie dostępnymi odczynnikami chemicznymi.

- roztwory soli amonu nie reagują z roztworem HCl.
- mocne zasady (sodowa, potasowa) wydzielają z roztworu soli amonu amoniak - NH_3 , gaz o charakterystycznym zapachu



Amoniak wydziela się w niezauważalny sposób (bez widocznego burzenia roztworu) dlatego wylot próbówki z zawartością roztworu soli amonowych lub roztworu badanego należy po dodaniu NaOH zatkać palcem a następnie, po silnym wytrząsaniu i otwarciu, szybko powąchać czy nie występuje charakterystyczny ostry zapach.



Schemat 1 Sposób postępowania przy identyfikacji pierwiastków

Tab. 2 Reakcje charakterystyczne kationów

ODCZYNNIK KATION	Barwa jonu	HCl (kwas solny)	NaOH (wodorotlenek sodu)	(NH₄)₂CO₃ (węglan amonu) w środowisku NH₄Cl i NH₄OH	H₂SO₄ (kwas siarkowy)	NH₄OH (wodorotlenek amonu)	KI (jodek potasu)	K₂CrO₄ (chromian(VI) potasu)	NH₄SCN (rodanek amonu)	Barwa płomienia
Pb²⁺ (ołowiu II)	bezb.	PbCl₂ biały kryst.	Pb(OH)₂ osad biały, rozp. w nadmiarze	PbCO₃ osad biały	PbSO₄ osad biały	Pb(OH)₂ osad biały	PbI₂ osad żółty	PbCrO₄ osad żółty	-	-
Cu²⁺ (miedzi II)	nieb.	-	Cu(OH)₂ osad niebieski, galaretowaty	-	-	Cu[(NH₃)₄]SO₄ szafirowy roztwór	-	-	-	zielona
Fe³⁺ (żelaza III)	żółty	-	Fe(OH)₃ osad żółty, galaretowaty	-	-	Fe(OH)₃ osad żółty, galaret	-	-	Fe(SCN)₃ krwisto czerwony roztwór	-
Al³⁺ (glinu)	bezb.	-	Al(OH)₃ osad biały, rozp. w nadmiarze	-	-	Al(OH)₃ osad biały	-	-	-	-
Ca²⁺ (wapnia)	bezb.	-	Ca(OH)₂ osad biały, nrozp. w nadmiarze	CaCO₃ osad biały, krystaliczny	-	-	-	-	-	ceglasto- czerwona
Ba²⁺ (baru)	bezb.	-	BaCO₃ osad biały, nrozp. w nadmiarze	BaCO₃ osad biały	BaSO₄ osad biały	-	-	BaCrO₄ osad żółty	-	żółto- zielona
Mg²⁺ (magnezu)	bezb.	-	Mg(OH)₂ osad biały, nrozp. w nadmiarze	-	-	Mg(OH)₂ osad biały	-	-	-	-
Na⁺(sodu)	bezb.	-	-	-	-	-	-	-	-	żółta
K⁺(potasu)	bezb.	-	-	-	-	-	-	-	-	fioletowo- różowa
NH₄⁺ (amonu)	bezb.	-	NH₃ zapach charakterystyczny gazu	-	-	-	-	-	-	

ĆWICZENIE PRAKTYCZNE : IDENTYFIKACJA WYBRANEGO KATIONU NA PODSTAWIE JEGO BARWNYCH REAKCJI

Sprzęt potrzebny do wykonania ćwiczenia: probówki szklane, stojak do probówek pipety, schemat postępowania przy analizie kationów.

Odczynniki: NaOH, HCl, H₂SO₄, K₂CrO₄, KI, (NH₄)₂CO₃

WYKONANIE ĆWICZENIA

Zadanie rozpoczyna się od przeprowadzenia wszystkich reakcji charakterystycznych dla wybranego kationy według Tabeli 2. Reakcje identyfikacji nieznanych kationów otrzymanych od prowadzącego zajęcia przeprowadza się w probówkach zgodnie z procedurą przedstawioną na schemacie 1. Do każdej probówki wlewa się ok. 0.5-1.0 cm³ roztworu zawierającego badany kation, a następnie dodaje się taką samą objętość odczynnika i obserwuje zachodzące zmiany. Przeprowadzone reakcje należy zapisać w postaci jonowej, odnotowując ich efekt i ewentualne uwagi. W przypadku identyfikacji jonów Cu²⁺, Ca²⁺, Ba²⁺, Na⁺, K⁺ należy przeprowadzić próby płomieniowe: drucik platynowy lub bagietkę zanurzyć w roztworze zawierającym badany kation, a następnie umieścić w płomieniu palnika i obserwować jego zabarwienie, porównując z danymi w Tabeli 1.