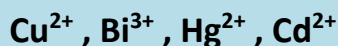


WYBRANE REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONÓW GRUPY IIIa



WSKAZÓWKI DOTYCZĄCE WYKONYWANIA REAKCJI CHARAKTERYSTYCZNYCH

1. Wszystkie reakcje charakterystyczne, chyba że podano inaczej, należy wykonywać w następujący sposób:

- pobieramy ok. 5 kropli roztworu wodnego danego kationu,
- dodajemy ok. $0,5 \text{ cm}^3$ wody destylowanej,
- dodajemy ok. $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu odczynnika chemicznego, z którym wykonujemy reakcję.

2. Jeżeli badamy roztworzenie wytrąconego osadu to postępujemy następująco:

- wytrącony osad przemywamy dwukrotnie 1 cm^3 wody destylowanej,
- zawartość probówki, każdorazowo, zostawiamy na kilka minut w statywie aby osad opadł na dno probówki,
- roztwór nad osadem zlewamy ostrożnie do drugiej czystej probówki,
- do tak przemytego osadu dodajemy odczynnik, za pomocą którego rozwarzamy osad.

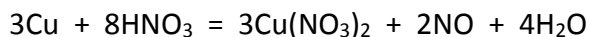
3. Jeżeli reakcja charakterystyczna polega na wytrąceniu osadu, który rozwarzają się w nadmiarze odczynnika, wówczas dodajemy odczynnik strącający powoli, kroplami, wstrząsając probówkę za każdym razem. Po zaobserwowaniu barwy wytrąconego osadu można dodać więcej odczynnika w celu rozwarzania.

4. Wszystkie reakcje charakterystyczne wytrącania siarczków kationów III grupy analitycznej przeprowadzane z zastosowaniem roztworu amidu kwasu tiooctowego (AKT) w środowisku kwaśnym wymagają:

- zakwaszenia roztworu kationu metalu otrzymanego w punkcie 1, 2-3 kroplami 2 M HCl,
- dodania około $0,5-1 \text{ cm}^3$ roztworu AKT,
- ogrzewania tak przygotowanego roztworu we wrzącej(!) łaźni wodnej przez 15 minut POD WYCIĄGIEM!!!.

I. MIEDŹ, Cu

Miedź w suchym powietrzu nie zmienia się. W obecności wilgoci i CO₂ pokrywa się warstwą zasadowych węglanów o zabarwieniu zielonym (patyna). W szeregu napięciowym metali znajduje się na prawo od wodoru. Miedź nie roztwarza się w HCl i w rozcieńczonym H₂SO₄ oraz nie wypiera wodoru z kwasów. Najlepiej roztwarza się w rozcieńczonym HNO₃ na gorąco:

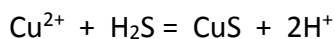


Stężony H₂SO₄, po ogrzaniu roztwarza miedź z wydzieleniem SO₂:

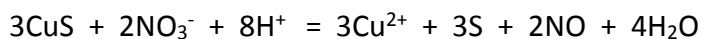


REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONU Cu²⁺

1. Reakcja kationu Cu²⁺ z AKT

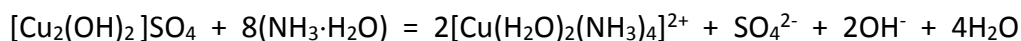
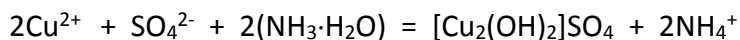


1.1. Roztworzenie wytrąconego osadu w rozcieńczonym HNO₃ (na gorąco)

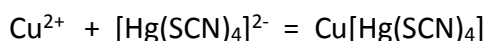


Osad CuS nie roztwarza się w HCl.

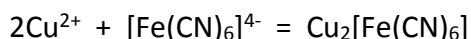
2. Reakcja kationu Cu²⁺ z nadmiarem roztworu amoniaku



3. Reakcja kationu Cu²⁺ z (NH₄)₂Hg(SCN)₄



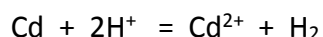
4. Reakcja kationu Cu²⁺ z K₄[Fe(CN)₆]



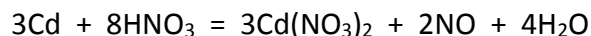
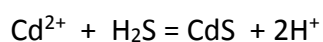
W roztworach rozcieńczonych miedzi roztwór zabarwia się na czerwono, a przy większych stężeniach miedzi wytrąca się czerwono brunatny osad. Reakcja ta jest bardziej czuła niż reakcja jonów Cu²⁺ z amoniakiem.

II. KADM, Cd

Kadm należy do metali nieszlachetnych i z rozcieńczonych kwasów HCl oraz H₂SO₄ wypiera wodór:



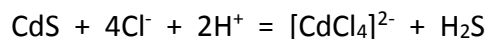
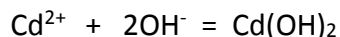
Najlepiej rozтворя się w rozcieńczonym HNO₃ na gorąco:

REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONU Cd²⁺1. Reakcja kationu Cd²⁺ z AKT

1.1. Roztworzenie wytrąconego osadu w rozcieńczonym HNO₃ (na gorąco)

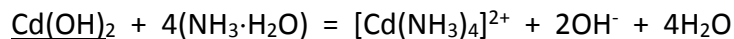
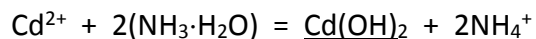
Napisz reakcję chemiczną!

1.2. Roztworzenie wytrąconego osadu w stężonym HCl (co najmniej 6 M)

2. Reakcja kationu Cd²⁺ z NaOH

Osad Cd(OH)₂ nie rozтворя się w nadmiarze NaOH.

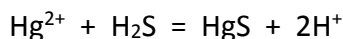
2.1. Roztworzenie wytrąconego osadu w roztworze amoniaku

3. Reakcja kationu Cd²⁺ z nadmiarem roztworu amoniaku

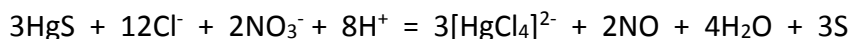
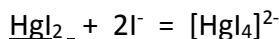
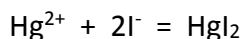
III. RTĘĆ(II), Hg

REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONU Hg²⁺1. Reakcja kationu Hg²⁺ z AKT

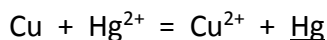
Podczas wytrącania siarczku rtęci(II) za pomocą AKT na gorąco wytrącić się może najpierw biały, przechodzący w żółty i ceglasty, a wreszcie czarny osad HgS. Te barwne osady są to sole podwójne rtęci(II), HgCl₂ oraz HgS połączone w różnych stosunkach.



HgS należy do najtrudniej rozpuszczalnych osadów jakie znamy. Roztworza się w wodzie królewskiej:

2. Reakcja kationu Hg²⁺ z nadmiarem KI3. Redukcja związków rtęci(II) za pomocą SnCl₂

4. Redukcja związków rtęci(II) na płytce miedzianej



Wykonanie: płytkę miedzianą (może być moneta 1,2,5 –groszowa) starannie przemytą roztworem amoniaku, a następnie wodą destylowaną umieszczamy w roztworze soli rtęci(II) na czas 1 minuty. Wyjmujemy ją, przemywamy wodą destylowaną i trzymając ją za pomocą szczypiec, ogrzewamy ostrożnie nad palnikiem gazowym, **pod wyciągiem!** Pod wpływem ogrzewania metaliczna rtęć ulatnia się (w odróżnieniu od srebra).

5. Reakcja kationu Hg²⁺ z nadmiarem KSCN

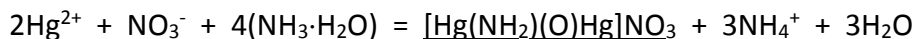
Uwaga: do wykonania reakcji należy użyć roztworu Hg(NO₃)₂

6. Reakcja kationu Hg²⁺ z roztworem amoniaku

Roztwór amoniaku z roztworem HgCl₂ wytrąca biały osad:

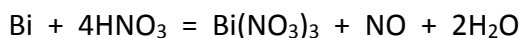


Po dodaniu roztworu amoniaku do roztworu Hg(NO₃)₂ powstaje biały osad azotanu(V) μ -amido- μ -okso-dirtęci(II):

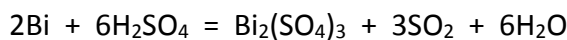
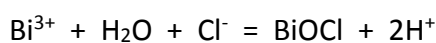


IV. BIZMUT, Bi

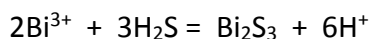
Bismut nie wypiera wodoru z roztworów kwasów mineralnych (leży na prawo od wodoru w szeregu napięciowym metali). Dobrze roztwarza się w kwasie azotowym(V) na gorąco:



oraz w stężonym H_2SO_4 :

REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONU Bi^{3+} 1. Hydroliza kationu Bi^{3+} 

Powstający osad nie roztwarza się w roztworze NaOH o stężeniu 2 M, czym różni się od podobnych hydrolizujących soli antymonu i cyny.

2. Reakcja kationu Bi^{3+} z AKT

1.1. Roztworzenie wytrąconego osadu w rozcieńczonym HNO_3 (na gorąco)

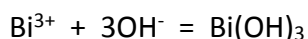
Napisz reakcję chemiczną!

Osad Bi_2S_3 roztwarza się również w stężonym HCl na gorąco.

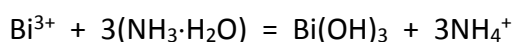
3. Redukcja związków bizmutu(III) za pomocą trihydroksocynianu(II) sodu



Wykonanie: do probówki wlać ok. 0,5 cm³ roztworu SnCl_2 i dodawać ostrożnie roztwór NaOH aż roztworzy się wytrącony biały osad wodorotlenku cyny(II). Do ok. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu trihydroksocynianu(II) sodu dodać kilka kropli roztworu związku bizmutu(III).

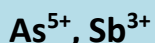
4. Reakcja kationu Bi^{3+} z NaOH 

Wodorotlenek bizmutu(III), w odróżnieniu od wodorotlenku antymonu(III) nie roztwarza się w nadmiarze NaOH , KOH i $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

5. Reakcja kationu Bi^{3+} z nadmiarem roztworu amoniaku

Wodorotlenek bizmutu(III), w odróżnieniu od wodorotlenku miedzi(II) i kadmu nie roztwarza się w nadmiarze $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

WYBRANE REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONÓW GRUPY IIIb



WSKAZÓWKI DOTYCZĄCE WYKONYWANIA REAKCJI CHARAKTERYSTYCZNYCH

1. **Wszystkie reakcje charakterystyczne**, chyba że podano inaczej, należy wykonywać w następujący sposób:

- pobieramy ok. 5 kropli roztworu wodnego danego kationu,
- dodajemy ok. $0,5 \text{ cm}^3$ wody destylowanej,
- dodajemy ok. $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu odczynnika chemicznego, z którym wykonujemy reakcję.

2. **Jeżeli badamy roztwarzanie wytrąconego osadu** to postępujemy następująco:

- wytrącony osad przemywamy dwukrotnie 1 cm^3 wody destylowanej,
- zawartość probówki, każdorazowo, zostawiamy na kilka minut w statywie aby osad opadł na dno probówki,
- roztwór nad osadem zlewamy ostrożnie do drugiej czystej probówki,
- do tak przemytego osadu dodajemy odczynnik, za pomocą którego roztwarzamy osad.

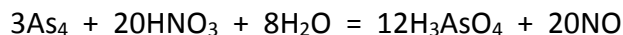
3. Jeśli reakcja charakterystyczna polega na wytrąceniu osadu, który roztwarza się w nadmiarze odczynnika, wówczas dodajemy odczynnik strącający powoli, kroplami, wstrząsając probówkę za każdym razem. Po zaobserwowaniu barwy wytrąconego osadu można dodać więcej odczynnika w celu roztworzenia.

4. **Wszystkie reakcje charakterystyczne wytrącania siarczków kationów III grupy analitycznej przeprowadzane z zastosowaniem roztworu amidu kwasu tiooctowego (AKT) w środowisku kwaśnym wymagają:**

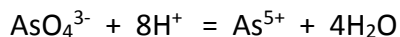
- zakwaszenia roztworu kationu metalu otrzymanego w punkcie 1, 2-3 kroplami 2 M HCl,
- dodania około $0,5\text{--}1 \text{ cm}^3$ roztworu AKT,
- ogrzewania tak przygotowanego roztworu we wrzącej(!) łaźni wodnej przez 15 minut.

I. ARSEN, As

Arsen nie rozтворя się w rozcieńczonym HCl i H₂SO₄, natomiast rozтворя się w stężonym HNO₃ (leży na prawo od wodoru w szeregu napięciowym metali):

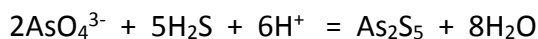


Sole kwasu arsenowego(V) są słabo rozpuszczalne z wyjątkiem soli metali alkalicznych. Ze względu na to, że właściwości kwasowe arsenu są o wiele silniejsze od zasadowych, kationy As⁵⁺ występują w bardzo niewielu związkach (AsCl₅, As₂S₅), toteż reakcje na kationy As⁵⁺ należy przeprowadzać w środowisku kwaśnym:

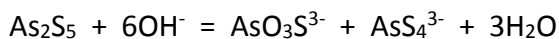
REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONU AS⁵⁺

1. Reakcja arsenianu(V) z AKT

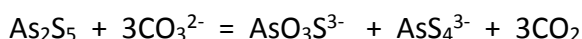
Uwaga: Do wytrącenia osadu As₂S₅ użyć 0,5 M Na₂HAsO₄ zakwaszonego 3-5 kroplami 6 M HCl



1.1. Rozтворяwanie wytrąconego osadu w 1 M KOH



1.2. Rozтворяwanie wytrąconego osadu w (NH₄)₂CO₃



1.3. Rozтворяwanie wytrąconego osadu w stężonym kwasie azotowym(V)

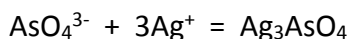
2. Reakcja arsenianu(V) z (NH₄)₂MoO₄

Wytrąca się żółty osad tetrakis-trimolibdeniano(VI)arsenianu(V) amonu:



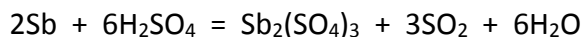
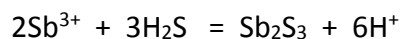
Wykonanie: Do próbówki szklanej wprowadzić ok. 0,5 cm³ roztworu molibdenianu amonowego i dodawać ostrożnie, kroplami stężony kwas azotowy(V) aż roztworzy się, wytrącony biały osad. Do tak sporządzonego roztworu dodać 2 lub 3 krople roztworu związków arsenu(V) i następnie ogrzewać zawartość próbówki w łaźni wodnej. W temperaturze wrzenia wytrąca się żółty, krystaliczny osad tetrakis-trimolibdeniano(VI)arsenianu(V) amonu.

3. Reakcja arsenianu(V) z mieszaniną magnezową

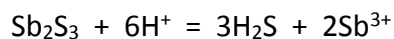
4. Reakcja arsenianu(V) z AgNO₃

II. ANTYMON, Sb

Antymon nie wypiera wodoru z roztworów kwasów. Najlepiej roztwarza się w stężonym H_2SO_4 na gorąco:

II. REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE KATIONU Sb^{3+} 1. Hydroliza kationu Sb^{3+} 2. Reakcje charakterystyczne kationów Sb^{3+} z AKT

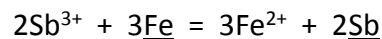
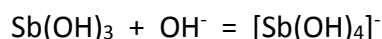
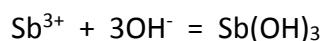
2.1. Roztworzenie wytrąconego osadu w stężonym HCl



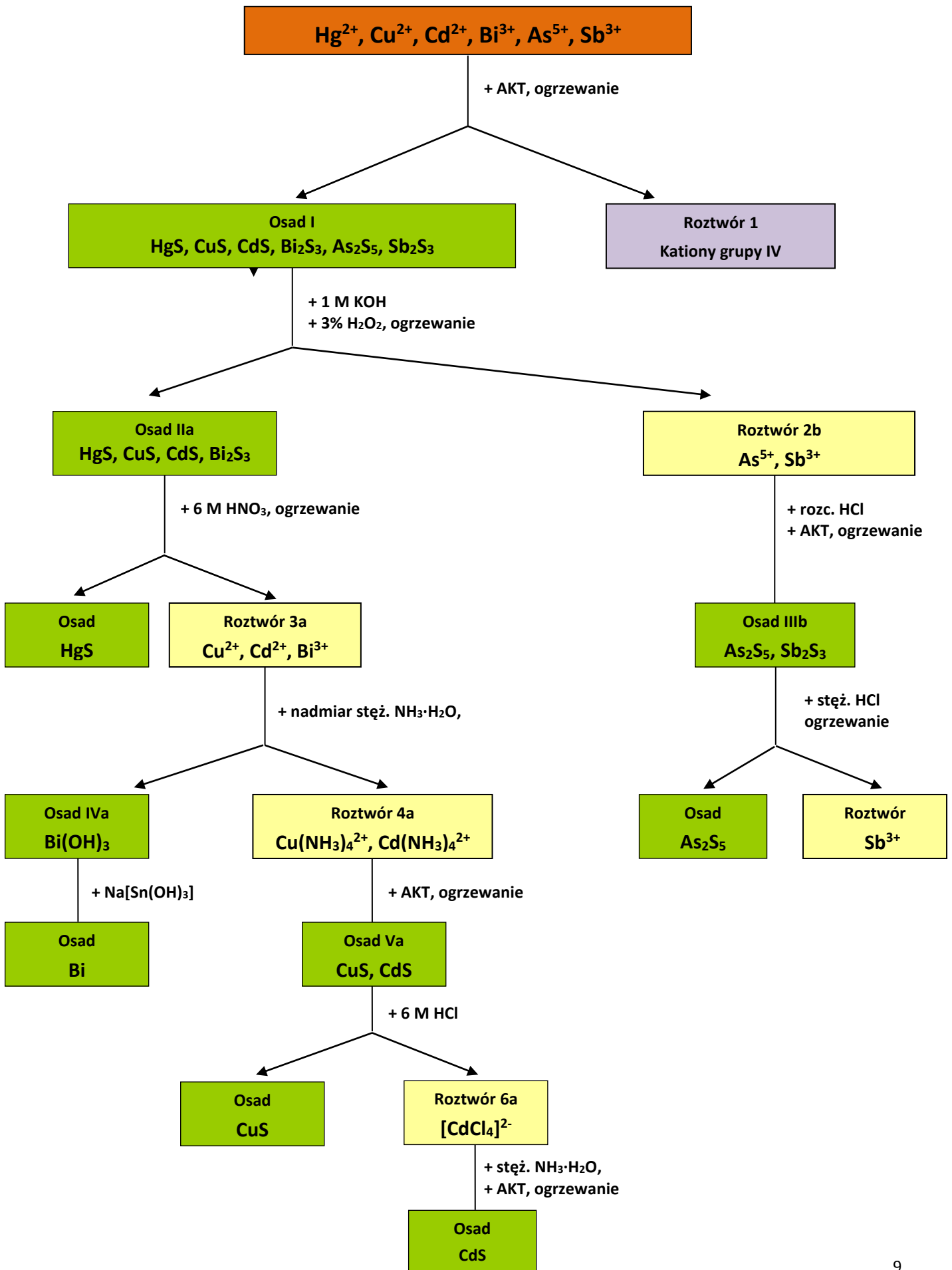
2.2. Roztworzenie wytrąconego osadu w KOH (nie NaOH!)



Po zakwaszeniu roztworu zawierającego tiosole, wytrącają się ponownie siarczki antymonu.

2. Hydroliza kationu Sb^{3+} 3. Redukcja kationu Sb^{3+} metalicznym żelazem4. Reakcja kationu Sb^{3+} z 1 M KOH (nadmiarem KOH)

ANALIZA SYSTEMATYCZNA KATIONÓW GRUPY IIIa i IIIb



Do kwaśnego roztworu po oddzieleniu kationów II grupy (roztwór B, analiza systematyczna kationów grupy II) dodać około 2 cm³ AKT i ogrzewać w łaźni wodnej przez co najmniej 15 minut. Wytrącony osad odwirować a w roztworze wykonać próbę na całkowite wytrącenie siarczków grupy III dodając nową porcję AKT i ogrzewając w łaźni wodnej przez kolejne 5 minut.

Osad I siarczków kationów III grupy przemyć gorącym roztworem AKT i odwirować.

Do tak przemytego osadu dodać 1-2 cm³ 1 M KOH (**nie NaOH!**) i 1-2 cm³ 3% H₂O₂ i ogrzewać w łaźni wodnej. W osadzie IIa pozostają kationy grupy IIIa: HgS, CuS, CdS oraz Bi₂S₃. Kationy grupy IIIb przechodzą do roztworu (2b), który będzie analizowany zgodnie z analizą systematyczną kationów grupy IIIb.

Osad IIa przemyć dwa razy wodą destylowaną i odwirować. Do próbki szklanej zawierającej przemyty osad IIa dodać ok. 5 cm³ 6 M HNO₃ i ogrzewać w łaźni wodnej ok. 5 minut i odwirować. W osadzie pozostaje HgS, a w roztworze znajdują się jony Cu²⁺, Cd²⁺, Bi³⁺.

Osad HgS przemyć wodą destylowaną, dodać 3 cm³ wody królewskiej i ogrzewać w łaźni wodnej (w szklanej próbówce). Roztwór po rozтворzeniu HgS odparować w parownicze porcelanowej prawie do sucha, a po ostudzeniu dodać 3-5 kropli wody oraz kilka kropli roztworu SnCl₂. Pojawienie się białego, szarzejącego osadu świadczy o obecności kationu Hg²⁺.

Do roztworu 3a dodać w nadmiarze **stężonego** amoniaku i odwirować. Do roztworu (4a), w obecności nadmiaru amoniaku przechodzą jony Cu²⁺ oraz Cd²⁺ a w osadzie pozostaje Bi(OH)₃.

Osad IVa zawierający Bi(OH)₃ przemyć wodą destylowaną i dodać, uprzednio przygotowany roztwór trihydroksycynianu(II) sodu, Na[Sn(OH)₃]. Czerniejący osad świadczy o obecności jonów Bi³⁺.

Roztwór 4a, jeśli jest niebieski to zawiera jony [Cu(NH₃)₄]²⁺ i ewentualnie [Cd(NH₃)₄]²⁺. Do tego roztworu (w próbówce szklanej) dodać AKT i ogrzewać w łaźni wodnej. Wytrącony osad (Va) przemyć wodą destylowaną i rozтворzyć w 6 M HCl. W osadzie pozostaje CuS a w roztworze jony Cd²⁺ (roztwór 6a).

Do roztworu 6a dodać roztworu amoniaku do odczynu lekko zasadowego, dodać AKT i ogrzewać w łaźni wodnej. Wytrącenie się żółtego osadu CdS świadczy o obecności kationu Cd²⁺.

Roztwór 2b zakwasić rozcieńczonym HCl w obecności papierka uniwersalnego, dodać AKT i ogrzewać w łaźni wodnej. Po schłodzeniu, powstały osad oddzielić od roztworu przez dekantację.

Osad IIIb zawierający siarczki As₂S₅, Sb₂S₃ przemyć wodą destylowaną i odwirować. Do przemytego osadu IIIb (w próbówce szklanej) dodać 2 cm³ stężonego HCl i ogrzewać w łaźni wodnej. W osadzie pozostaje As₂S₅ a w roztworze 4b znajdują się jony Sb³⁺.

Osad As₂S₅ przemyć wodą destylowaną i rozтворzyć na gorąco w stężonym HNO₃. Z częścią tak otrzymanego roztworu, zawierającego jony As⁵⁺, wykonać reakcję charakterystyczną z molibdenianem amonowym. Wytrącający się po ogrzaniu żółty osad świadczy o obecności jonów As⁵⁺.

Roztwór zawierający jony Sb³⁺ ogrzewamy w łaźni wodnej w celu usunięcia H₂S i po częściowym zobojętnieniu nadmiaru HCl za pomocą KOH wykonujemy reakcje charakterystyczne dla kationu Sb³⁺ (reakcje hydrolizy, wytrącanie pomarańczowego osadu Sb₂S₃, reakcję z nadmiarem KOH).