



Etap III

19.03.1999

Zadania laboratoryjne

ZADANIE 1

Analiza jakościowa kompleksu

W wyniku reakcji pomiędzy wodnymi roztworami: siarczanu (VI) nieznanego metalu i soli sodowej zawierającej nieznaną anion otrzymano żółty krystaliczny kompleks. Próbka tego kompleksu wchodzi w skład Twojego zestawu laboratoryjnego. Korzystając wyłącznie z odczynników znajdujących się na stanowisku zbiorczym:

- wodnego roztworu dwuchromianu(VI) potasu o stężeniu $0,2 \text{ mol/dm}^3$ zakwaszonego kwasem siarkowym(VI).
- HNO_3 o stężeniu 2 mol/dm^3 .
- HCl o stężeniu 2 mol/dm^3 .
- roztworu jodu w jodku potasu o stężeniu $0,05 \text{ mol/dm}^3$ względem jodu.
- wodnego roztworu NH_3 o stężeniu 2 mol/dm^3 .
- krystalicznego nadsiarczanu amonu - $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ oraz wody destylowanej, bibuły filtracyjnej, papierka uniwersalnego i palnika przeprowadź następujące próby jakościowe:
- *Niewielką ilość żółtego kompleksu ogrzej w suchej próbówce. Uważnie obserwuj ścianki próbówki. Na podstawie wyników prób z wilgotnym papierkiem uniwersalnym oraz skrawkiem bibuły filtracyjnej nasyconej zakwaszonym roztworem dwuchromianu (VI) ustal jaki gaz wydziela się podczas ogrzewania.*
- *Niewielką ilość kompleksu dodaj do próbówki zawierającej roztwór kwasu azotowego a następnie ostrożnie ogrzej całość do wrzenia.*
- *Niewielką ilość kompleksu dodaj do próbówki zawierającej roztwór kwasu chlorowodorowego.*
- *Nieco analizowanego kompleksu dodaj/porcjami do próbówki zawierającej roztwór jodu w jodku potasu.*
- *Niewielką porcję kompleksu dodaj do próbówki zawierającej roztwór amoniaku.*
- *Przeprowadź ponownie próbę z wodnym roztworem amoniaku dodając pod koniec do próbówki ok. 100 mg krystalicznego nadsiarczanu amonu.*

Na podstawie przeprowadzonych prób jakościowych ustal:

- Jaki metal wchodzi w skład analizowanego kompleksu ?
- Na którym stopniu utlenienia występuje kation metalu w strukturze kompleksu ?
- Jakie ligandy mogą wchodzić w skład sfery koordynacyjnej kompleksu ?
- Jaki anion mógł wchodzić w skład soli sodowej użytej do syntezy kompleksu ?

Opisz zwięźle wyniki kolejnych eksperymentów i w miarę możliwości uzasadnij każdy z wniosków równaniami reakcji stosując zapis jonowy

ZADANIE 2

Miareczkowanie manganometryczne i jodometryczne

Zadanie składa się z dwóch części:

1. W pierwszej części należy wyznaczyć stężenie roztworu tiosiarczanu sodu, znajdującego się w zestawie laboratoryjnym. Stężenie roztworu tiosiarczanu określa się na podstawie miareczkowania jodu wydzielonego w reakcji między jonami jodkowymi i jonami dichromianowymi.
2. W drugiej części zadania, należy wyznaczyć ilość nadtlenu wodoru, znajdującego się również w zestawie laboratoryjnym. Ilość nadtlenu wodoru określa się na podstawie miareczkowania jodu wydzielonego w reakcji między jonami jodkowymi i nadtlenkiem wodoru. *Sposób postępowania.*

1. Wyznaczanie stężenia roztworu tiosiarczanu sodu.

Do kolby stożkowej (ze szlifowanym korkiem) o pojemności 250 cm³ wlać 75 cm³ wody, dodać 2 g stałego jodku potasowego, 25 cm³ roztworu H₂SO₄ o stęż. 0,5 mol/dm³ i 5 cm³ roztworu dichromianu

potasu o stęż. 0,1 mol/dm³. Zamknąć kolbę korkiem, roztwór zamieszać i odstawić w ciemne miejsce (do szafki lub szuflady w siole laboratoryjnym) na około 5 min.

Biureta jest wypełniona wodą destylowaną. Wodę należy wylać i przepłukać biuretę roztworem tiosiarczanu.

Otworzyć kolbę, w której wydzielil się jod, splukać korek wodą destylowaną i odmiareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu. Gdy brunatna barwa jodu zniknie niemal całkowicie, dodać około 1 cm roztworu skrobi.

Zabarwienie roztworu zmienia się pod koniec miareczkowania z ciemnogniatowego na jasnozielone.

Pierwszą analizę można potraktować jako testową, po czym należy wykonać dwa oznaczenia. Pokażdym miareczkowaniu, wylać roztwory do zlewu, splukać zlew wodą, naczynia przemyć wodą wodociągową, a następnie wodą destylowaną.

2. Wyznaczenie ilości nadtlenu wodoru w próbce.

Próbkę nadtlenu wodoru znajdującą się w kolbie o pojemności 100 cm, dopełnić wodą destylowaną do kreski, zamknąć kolbę korkiem i dokładnie wymieszać. Z kolby pobrać pipetą 20 cm³ roztworu nadtlenu wodoru i przenieść do kolby stożkowej (ze szlifowanym korkiem) o pojemności 250 cm³. Za pomocą cylindra miarowego dodać 80 cm³ wody destylowanej, 10 cm³ H⁺S₂O₄ (Γ⁺ 4), 2 g stałego jodku potasu, zamknąć kolbę korkiem i odstawić na 10 min w ciemne miejsce. Następnie odmiareczkować wydzielony jod za pomocą roztworu tiosiarczanu, którego stężenie zostało poprzednio wyznaczone, dodając pod koniec miareczkowania 1 cm³ roztworu skrobi.

Wykonać dwa oznaczenia. Po wykonaniu oznaczenia, wylać roztwory do zlewu i splukać wodą. Po wykonaniu zadania umyć naczynia szklane i wytrzeć ręcznikami papierowymi.

Opis wykonania zadania powinien zawierać następujące elementy:

1. Równanie reakcji między jonami dichromianowymi i jonami jodkowymi.
2. Równanie reakcji między jodem a jonami tiosiarczanowymi.
3. Równanie reakcji między nadtlenkiem wodoru i jonami jodkowymi.
4. Wyznaczone stężenie roztworu tiosiarczanu sodu.
5. Wyznaczone stężenie roztworu nadtlenu wodoru i ilość nadtlenu wodoru (w gramach) w próbce.

Stężenia roztworów i masę nadtlenu wodoru należy podać z dokładnością do trzech miejsc znaczących.

Za poprawne wykonanie każdego z poleceń 1-3 można otrzymać po 1 punkcie. Za poprawne wykonanie każdego z poleceń 4-5 można otrzymać po 5 punktów

Na każdym stanowisku pracy znajduje się następujące wyposażenie:

Sprzęt:

2 kolby (ze szlifowanym korkiem)
o pojemności 250 cm^3
wodoru

cylinder o pojemności 100 cm^3

pipeta o pojemności 20 cm^3

pipeta o pojemności 5 cm^3

pipeta o pojemności 1 cm^3

biureta o pojemności 50 cm^3

Odczynniki:

kolba z roztworem tiosiarczynu sodu o nieznanym stężeniu
kolba miarowa o pojemności 100 cm^3 z próbką nadtlenu

dichromian potasu (roztwór o stężeniu $0,1\text{ mol/dm}^3$)

kwas siarkowy (roztwór o stężeniu $0,5\text{ mol/dm}^3$)

kwas siarkowy (roztwór $\text{J}+4$)

pięć próbek jodku potasu, każda o masie 2 g

skrobia (roztwór) *tryskawka z wodą destylowaną*

PUNKTACJA: Zadanie 1 - **9 pkt**, zadanie 2 - **13 pkt**, **Łącznie: 22 pkt**

CZAS TRWANIA ZAWODÓW: 240 minut



Etap III

19.03.1999

ROZWIĄZANIA ZADAŃ LABORATORYJNYCH

ROZWIĄZANIE ZADANIA 1

Analizę jakościową związków chemicznych wchodzących w skład zestawu olimpijskiego rozpoczynamy od przeprowadzenia reakcji z wodnym roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 2 mol/dm^3 . W przypadku stałych związków chemicznych, reakcje z roztworem wodorotlenku sodu należy przeprowadzić z niewielką ilością stężonego roztworu każdej z otrzymanych do identyfikacji substancji stałych w wodzie destylowanej. Przebieg reakcji chemicznych otrzymanych do identyfikacji związków z roztworem wodorotlenku sodu prowadzi do następujących wyników:

- jeden raz w próbówce z próbką analizowanego związku chemicznego pojawia się biały osad wodorotlenku cynku rozpuszczalnego w nadmiarze wodorotlenku sodu - jednoznaczna identyfikacja chlorku cynku. *W trakcie wykonywania analizy należy pamiętać o rozcieńczeniu niewielkiej ilości nasyconego wodnego roztworu chlorku cynku i bardzo powolnym dodawaniu roztworu wodorotlenku sodu. Nieostrożne przeprowadzenie analizy może spowodować niezauważenie powstającego białego osadu wodorotlenku cynku.*
- dwa razy po podgrzaniu próbówki z próbką analizowanego związku chemicznego wywiązuje się gazowy amoniak. Wywiązywanie się gazowego amoniaku potwierdza jego charakterystyczny zapach oraz zmiana barwy wilgotnego papierka uniwersalnego - możliwe: siarczan(VI) diamonu i węglan diamonu.
- trzy razy po dodaniu roztworu wodorotlenku sodu pojawia się lekkie zmętnienie i wyraźne rozwarstwienie próbek analizowanych związków chemicznych - możliwe ftalan dimetylu, *n* - propanol i *tert* - butanol. Probówki, w których wystąpiło wyraźne rozwarstwienie próbek ogrzewamy. W przypadku ftalanu dimetylu obserwujemy powolny zanik warstwy estru. Po ochłodzeniu ogrzewanych próbek ich zawartość pozostawiamy do dalszych analiz.
- w pozostałych przypadkach nie obserwujemy przebiegu reakcji chemicznych - możliwe: tiosiarczan disodu, siarczan(IV) disodu, sacharoza i glukoza.

Następny etap analizy jakościowej to przeprowadzenie reakcji związków chemicznych wchodzących w skład zestawu z wodnym roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 2 mol/dm^3 . Przebieg reakcji chemicznych użytych do identyfikacji związków z roztworem kwasu chlorowodorowego prowadzi do następujących wyników:

W grupie związków chemicznych wywiązujących gazowy amoniak w reakcji z roztworem wodorotlenku sodu:

- jeden raz obserwujemy wywiązywanie się gazowego ditlenku węgla - jednoznaczna identyfikacja węglanu diamonu.
- jeden raz nie obserwujemy przebiegu reakcji chemicznej - jednoznaczna identyfikacja siarczynu(VI) diamonu.

W grupie związków chemicznych wykazujących zmętnienie i rozwarstwienie próbek w reakcji z roztworem wodorotlenku sodu:

- trzy razy po dodaniu roztworu kwasu chlorowodorowego pojawia się lekkie zmętnienie próbek analizowanych związków chemicznych i w przypadku ftalanu dimetylu wyraźne rozwarstwienie analizowanej próbki - możliwe: ftalan dimetylu, *n* - propanol i *tert* - butanol.

W grupie związków chemicznych nie reagujących z roztworem wodorotlenku sodu:

- dwa razy po dodaniu roztworu kwasu chlorowodorowego wywiązuje się gazowy tlenek siarki(IV) o charakterystycznym, ostrym zapachu - możliwe: tiosiarczan disodu i siarczan(IV) disodu.
- jeden raz dodanie roztworu kwasu chlorowodorowego, oprócz wywiązywania się gazowego tlenku siarki(IV), powoduje wypadanie szarego osadu siarki - jednoznaczna identyfikacja tiosiarczanu disodu.
- jeden raz dodanie roztworu kwasu chlorowodorowego oprócz wywiązywania się gazowego ditlenku siarki(IV), nie powoduje wypadania żadnego osadu - jednoznaczna identyfikacja siarczanu(IV) disodu.

Następny etap analizy jakościowej to przeprowadzenie reakcji ze stężonym kwasem chlorowodorowym. Dodanie stężonego kwasu chlorowodorowego do próbek poddanych wcześniej reakcji z gorącym roztworem wodorotlenku prowadzi do następujących wyników:

- jeden raz obserwujemy wypadanie białego drobnokrystalicznego osadu. Osad ten stanowi kwas ftalowy. Wynik analizy pozwala na jednoznaczną identyfikację ftalanu dimetylu.

Następny etap analizy jakościowej to identyfikacja alkoholi wchodzących w skład zestawu olimpijskiego. W celu jednoznacznego określenia ich rzędowości należy przeprowadzić reakcję z odczynnikiem Lucasa przygotowanym przez zmieszanie stężonego kwasu chlorowodorowego z nasyconym wodnym roztworem chlorku cynku. Przebieg reakcji chemicznych otrzymanych do identyfikacji związków z odczynnikiem Lucasa prowadzi do następujących wyników:

- jeden raz obserwujemy natychmiastowe zmętnienie próbki alkoholu - jednoznaczna identyfikacja *tert* - butanolu, będącego alkoholem trzeciorzędowym.
- jeden raz nie obserwujemy zmętnienia próbki alkoholu - jednoznaczna identyfikacja *n* - propanolu, będącego alkoholem pierwszorzędowym.

Ostatni etap analizy jakościowej to identyfikacja cukrów wchodzących w skład zestawu olimpijskiego. W celu ich rozróżnienia przeprowadzamy próbę z wodorotlenkiem miedzi(II) otrzymanym w wyniku zmieszania wodnych roztworów siarczanu(VI) miedzi(II) i wodorotlenku sodu:

- jeden raz obserwujemy wypadanie drobnokrystalicznego osadu tlenku miedzi(I) barwy pomarańczowoczerwonej. Wynik przeprowadzonej analizy umożliwia jednoznaczną identyfikację glukozy.
- jeden raz obserwujemy wypadanie drobnokrystalicznego osadu tlenku miedzi(II) barwy czarnej. Wynik przeprowadzonej analizy umożliwia jednoznaczną identyfikację sacharozy. *Wypadanie drobnokrystalicznego osadu tlenku miedzi(I) barwy pomarańczowoczerwonej zaobserwujemy, gdy reakcję z wodorotlenkiem miedzi(II) przeprowadzimy używając roztworu sacharozy inwertowanej stężonym kwasem solnym. Reakcję inwertowania przeprowadzamy ogrzewając 5 minut próbkę zawierającą próbkę roztworu sacharozy zakwaszoną niewielką ilością stężonego kwasu solnego.*

Punktacja:

- | | |
|---|---------------|
| • Identyfikacja zawartości próbek oznaczonych numerami od 1 do 10: po 0,5 pkt. | 5 pkt |
| • Opis toku analizy i równania reakcji w zapisie jonowym: po 1,5 pkt | 15 pkt |
| RAZEM | 20 pkt |

ROZWIĄZANIE ZADANIA 2.

Zawodnicy otrzymali w indywidualnych zestawach roztwór soli Mohra o stężeniu około 0.2 mol/dm^3 oraz roztwór nadtlendiosiarczanu disodu o stężeniu około 0.1 mol/dm^3 .

Przykładowe wyznaczenie stężenia roztworu soli Mohra.

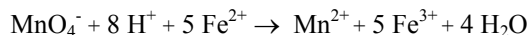
Ilość roztworu manganianu(VII) potasu zużyta na zmiareczkowanie próbki soli Mohra:

I pomiar $40,1 \text{ cm}^3$

II pomiar 39,9 cm³

Średnio 40,0 cm³

Z równania reakcji:



wnioskujemy, że 0.8 milimola jonów MnO_4^- (ilość jonów MnO_4^- zawarta w średniej objętości 40 cm³ mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu o stężeniu 0.02 mol/dm³) odpowiada 4 milimolom jonów Fe^{2+} . Zatem stężenie badanego roztworu soli Mohra wynosi:

$$4 \text{ mmol} : 20 \text{ cm}^3 = 0.2 \text{ mol/dm}^3$$

Przykładowe wyznaczenie ilości nadtlenodisiarczuanu disodu w analizowanej próbce.

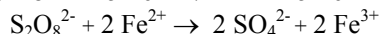
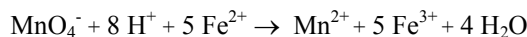
Ilości roztworu manganianu(VII) potasu zużyte na odmiareczkowanie nadmiaru jonów Fe^{2+} :

I pomiar 20,0 cm³

II pomiar 20,0 cm³

Średnio 20,0 cm³

Z równań reakcji:



wnioskujemy, że 0.4 milimola jonów MnO_4^- (ilość jonów MnO_4^- zawarta w średniej objętości 20 cm³ mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu o stężeniu 0.02 mol/dm³) odpowiada 2 milimolom jonów Fe^{2+} . Taka ilość jonów żelaza(II) odpowiada dokładnie jednemu milimolowi jonów $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$. Zatem stężenie jonów $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ w analizowanej próbce roztworu nadtlenodisiarczuanu disodu o objętości 10,0 cm³ wynosi:

$$1 \text{ milimol} : 10 \text{ cm}^3 = 0,1 \text{ mol/dm}^3$$

Punktacja:

- | | |
|---|--------------|
| • Za prawidłowe wyniki miareczkowania: 2 razy po 5 pkt. | 10 pkt |
| • Za poprawne obliczenia: 2 razy po 2 pkt | 4 pkt |
| • Za poprawne równania reakcji: 2 razy po 2 pkt | 4 pkt |
| • Za opis zasady oznaczania nadtlenodisiarczuanu: | 1 pkt |
| • Za prawidłowe wyjaśnienie konieczności zakwaszenia próbki roztworu soli Mohra | <u>1 pkt</u> |

RAZEM

20 pkt