



Etap III

24.03.2000

Zadania laboratoryjne

ZADANIE 1

Analiza 10-ciu substancji nieorganicznych i organicznych

Na stanowisku oznaczonym Twoim numerem startowym, w ponumerowanych probówkach oznaczonych od 1 do 10 znajdują się w dowolnej kolejności następujące związki chemiczne:

- chlorek cynku
- tiosiarczan disodu
- siarczan(VI) diamonu
- siarczan(IV) disodu
- *n* - propanol
- *tert* - butanol
- węglan diamonu
- glukoza
- sacharoza
- ftalan dimetylu (1,2-benzenodikarboksylan dimetylu)

Wymienione wyżej związki chemiczne wchodzi w skład zestawu w postaci czystych substancji stałych, ciekłych lub ich roztworów wodnych. W przypadku roztworu chlorku cynku do identyfikacji otrzymałaś (-eś) nasycony roztwór tej soli w wodzie destylowanej. Każda z ponumerowanych probówek zawiera tylko jedną z wymienionych wyżej substancji (lub jej roztwór) a ponadto w zestawie nie ma powtórzeń.

Dysponując:

- dziesięcioma probówkami
- pipetą Pasteura
- tryskawką z wodą destylowaną
- łapą do probówek i palnikiem laboratoryjnym
- papierkami uniwersalnymi

oraz zestawem odczynników znajdującym się na stanowisku zbiorczym:

- wodnym roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 2 mol/dm^3
- wodnym roztworem kwasu chlorowodorowego o stężeniu 2 mol/dm^3
- wodnym roztworem siarczanu(VI) miedzi(II) o stężeniu $0,2 \text{ mol/dm}^3$
- stężonym kwasem chlorowodorowym

dokonaj identyfikacji związków chemicznych wymienionych w treści zadania. Opisz zwięźle tok analiz wraz z równaniami przeprowadzonych reakcji chemicznych w zapisie jonowym.

ZADANIE 2

Miareczkowanie manganometryczne i jodometryczne

Na stanowisku oznaczonym Twoim numerem startowym znajdują się następujące roztwory:

- wodny roztwór soli Mohra - $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ oznaczony literą **M** o stężeniu około $0,1 \text{ mol/dm}^3$.

- wodny roztwór nadtlenodisiarczynu disodu - $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ oznaczony literą N o stężeniu około $0,1 \text{ mol/dm}^3$.

Dopełnij roztwory w obu kolbach do kreski wodą destylowaną

Na stanowisku zbiorczym znajdują się następujące roztwory:

- roztwór kwasu fosforowego(V) o stężeniu około $3,7 \text{ mol/dm}^3$
- roztwór kwasu siarkowego(VI) o stężeniu około 1 mol/dm^3
- mianowany roztwór manganianu(VII) potasu o stężeniu $0,02 \text{ mol/dm}^3$

Twoim zadaniem jest objętościowe oznaczenie nadtlenodisiarczynu disodu metodą miareczkową zgodnie z podanym poniżej przepisem analitycznym:

Oznaczenie stężenia soli Mohra w analizowanej próbce

Pobierz próbkę o objętości $20,0 \text{ cm}^3$ roztworu soli Mohra, dodaj 10 cm^3 roztworu kwasu fosforowego(V) oraz 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI). Następnie miareczkuj próbkę mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu do pojawienia się lekko różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sekund.

Oznaczenie stężenia nadtlenodisiarczynu disodu w analizowanej próbce

Pobierz próbkę o objętości $10,0 \text{ cm}^3$ roztworu nadtlenodisiarczynu disodu, dodaj 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI), a następnie $20,0 \text{ cm}^3$ roztworu soli Mohra. Próbkę wymieszaj i odstaw na około 5 minut. Po upływie tego czasu, miareczkuj próbkę mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu do pojawienia się lekko różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sekund.

1. Opisz zwięźle zasadę oznaczania nadtlenodisiarczynu disodu opisaną w treści zadania metodą.
2. Uzasadnij, dlaczego przy oznaczaniu stężenia roztworu soli Mohra należało dodać kwas fosforowy(V), a nie było to konieczne w przypadku oznaczania stężenia roztworu nadtlenodisiarczynu disodu.
3. Podaj jonowy zapis równań reakcji przebiegających podczas wykonywanych oznaczeń.
4. Zestaw wyniki wszystkich miareczkowań - powtórzonych co najmniej dwukrotnie.
5. Określ zawartość soli Mohra (w gramach) w roztworze M oraz zawartość nadtlenodisiarczynu disodu (w gramach) w roztworze N.

Masy molowe [g/mol]: O - 15,999 N - 14,007 H - 1,008 S - 32,066 Fe - 55,847 Na - 22,990

PUNKTACJA: Zadanie 1 i 2 po 20 pkt, Łącznie: 40 pkt

CZAS TRWANIA ZAWODÓW: 270 minut



Etap III

24.03.2000

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 probówce 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 próbki 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/dm³. 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 siarczanu(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/dm³ oraz roztwór nadtlenodisiarczuanu disodu o stężeniu około 0.1 mol/dm³.

Przykładowe wyznaczenie stężenia roztworu soli Mohra.

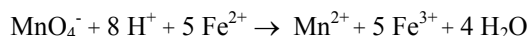
Ilość roztworu manganianu(VII) potasu zużyta na zmiareczkowanie próbki soli Mohra:

I pomiar 40,1 cm³

II pomiar 39,9 cm³

Średnio 40,0 cm³

Z równania reakcji:



wnioskujemy, że 0.8 milimola jonów MnO₄⁻ (ilość jonów MnO₄⁻ zawarta w średniej objętości 40 cm³ mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu o stężeniu 0.02 mol/dm³) odpowiada 4 milimolom jonów Fe²⁺. 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.

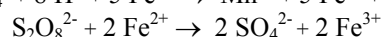
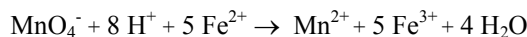
Ilości roztworu manganianu(VII) potasu zużyte na odmiareczkowanie nadmiaru jonów Fe²⁺:

I pomiar 20,0 cm³

II pomiar 20,0 cm³

Średnio 20,0 cm³

Z równań reakcji:



wnioskujemy, że 0.4 milimola jonów MnO₄⁻ (ilość jonów MnO₄⁻ zawarta w średniej objętości 20 cm³ mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu o stężeniu 0.02 mol/dm³) odpowiada 2 milimolom jonów Fe²⁺. Taka ilość jonów żelaza(II) odpowiada dokładnie jednemu milimolowi jonów S₂O₈²⁻. Zatem stężenie jonów S₂O₈²⁻ 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 1 pkt

RAZEM 20 pkt