



Etap III

30.03.2001

Zadania laboratoryjne

ZADANIE 1

Ustalenie nudowy kompleksu szczawianowego

Analiza miareczkowa jest użyteczną metodą ilościową, którą wykorzystasz do ustalenia budowy szczawianowego kompleksu miedzi.

Oznaczenie zawartości jonów szczawianowych oraz jonów miedzi w kompleksie $K_d[Cu_\beta(C_2O_4)_\gamma] \cdot \delta H_2O$

Do analizy otrzymasz pewną ilość tego kompleksu o masie m_K . Naczynie, w którym znajduje się kompleks jest oznaczone jako: **KOMPLEKS**

Na Twoim stanowisku znajduje się następujący sprzęt laboratoryjny:

- 2 kolby miarowe o pojemności 250 cm³
- kolba miarowa o pojemności 100 cm³
- biureta o pojemności 50 cm³
- pipeta o pojemności 5 cm³
- pipeta o pojemności 20 cm³
- 2 kolby stożkowe o poj. 250 cm³
- zlewka o pojemności 50 cm³
- lejek
- tryskawka z wodą destylowaną
- pipeta Pasteura

Na stanowiskach zbiorczych znajdują się następujące odczynniki:

- 0,5 mol/dm³ roztwór H₂SO₄
- 2 mol/dm³ roztwór H₂SO₄
- stały jodek potasowy
- roztwór skrobi
- stały tiocyjanian potasu

Poniżej podane są opisy procedur analitycznych, które **możesz** wykorzystać w trakcie pracy.

Zaproponuj metodę obliczenia parametrów podanych w poleceniach (na końcu zadania)

PRZEPIS 1. Przygotowanie roztworu manganianu(VII) potasu

Próbkę stałego KMnO₄, przenieś ilościowo do kolby o pojemności 250 cm³. Po rozpuszczeniu kryształów, uzupełnij kolbę wodą destylowaną do kreski i wymieszaj.

PRZEPIS 2. Oznaczenie zawartości jonów szczawianowych w kompleksie $K_d[Cu_\beta(C_2O_4)_\gamma] \cdot \delta H_2O$

Do próbki szczawianowego kompleksu miedzi dodaj 50 cm³ roztworu kwasu siarkowego(VI) o stężeniu 2 mol/dm³. Zawartość kolby stożkowej ogrzej do temperatury około 80 °C, a następnie miareczkuj roztworem manganianu(VII) potasu do uzyskania jasnoróżowej barwy roztworu, utrzymującej się przez 30 sekund.

(**Uwaga !** Przed rozpoczęciem miareczkowania analizowana próbka zazwyczaj jest mętna, z

uwagi na niecałkowite rozpuszczenie szczawianowego kompleksu miedzi. W trakcie dodawania kolejnych objętości titranta nie rozpuszczone kryształy kompleksu zanikają.)

PRZEPIS 3. Przygotowanie roztworu tiosiarczuanu sodu

Próbkę stałego $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, przenieś ilościowo do kolby o pojemności 250 cm^3 . Po rozpuszczeniu kryształów, uzupełnij kolbę wodą destylowaną do kreski i wymieszaj.

PRZEPIS 4. Oznaczenie zawartości jonów miedzi w kompleksie $\text{K}_\alpha[\text{Cu}_\beta(\text{C}_2\text{O}_4)_\gamma] \cdot \delta \text{H}_2\text{O}$

Po zakończeniu manganometrycznego oznaczania zawartości jonów szczawianowych w kompleksie $\text{K}_\alpha[\text{Cu}_\beta(\text{C}_2\text{O}_4)_\gamma] \cdot \delta \text{H}_2\text{O}$, analizowaną próbkę ogrzej do wrzenia i po całkowitym odbarwieniu roztworu ochłódź do temperatury pokojowej. Następnie do próbki dodaj około 2 gramy jodku potasu. Zawartość kolby stożkowej odstaw na 5 minut, a następnie miareczkuj roztworem tiosiarczuanu sodu do uzyskania jasnożółtej barwy roztworu (!). Wtedy dodaj do roztworu 1 cm^3 roztworu skrobi jako wskaźnika i miareczkuj do uzyskania jasnoniebieskiej barwy roztworu. Dodaj do analizowanej próbki około 0,5 grama tiocyjanianu potasu i kontynuuj miareczkowanie do uzyskania białej zawiesiny jodku miedzi(I) w bezbarwnym roztworze.

PRZEPIS 5. Pośrednie miareczkowanie roztworu KMnO_4 za pomocą roztworu tiosiarczuanu sodu

Do kolby stożkowej o pojemności 250 cm^3 odmierz 5 cm^3 roztworu KMnO_4 . Następnie do kolby dodaj 10 cm^3 $0,5 \text{ mol/dm}^3$ roztworu H_2SO_4 i około 2g jodku potasowego. Odstaw kolbę na 5 minut w ciemne miejsce. Wydzielony jod miareczkuj roztworem tiosiarczuanu sodu, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

POLECENIA:

Opisz zwięźle wyniki kolejnych analiz i uzasadnij każdy z wniosków równaniami reakcji stosując zapis jonowy. Na podstawie wyników przeprowadzonych analiz jakościowych i ilościowych ustal:

- Liczbę jonów potasu (α) w strukturze kompleksu $\text{K}_\alpha[\text{Cu}_\beta(\text{C}_2\text{O}_4)_\gamma] \cdot \delta \text{H}_2\text{O}$
- Liczbę jonów miedzi (β) w strukturze kompleksu $\text{K}_\alpha[\text{Cu}_\beta(\text{C}_2\text{O}_4)_\gamma] \cdot \delta \text{H}_2\text{O}$
- Liczbę jonów szczawianowych (γ) w strukturze kompleksu $\text{K}_\alpha[\text{Cu}_\beta(\text{C}_2\text{O}_4)_\gamma] \cdot \delta \text{H}_2\text{O}$
- Wartość masy molowej kompleksu $\text{K}_\alpha[\text{Cu}_\beta(\text{C}_2\text{O}_4)_\gamma] \cdot \delta \text{H}_2\text{O}$, przyjmując, że $\delta = \gamma$
- Masę próbki KMnO_4 w gramach
- Masę próbki $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ w gramach
- Opisz wyniki analiz i oznaczeń oraz podaj uzasadnienie każdego z wniosków równaniami reakcji w zapisie jonowym

Masy atomowe [g/mol]:

K – 39,10; Na – 22,99; Cu – 63,55; C – 12,01; O – 16,00; H – 1,01;

Mn – 54,94; S – 32,07

ZADANIE 2

Analiza ośmiu roztworów substancji

W ośmiu ponumerowanych probówkach otrzymałaś(-eś) do identyfikacji osiem roztworów czystych związków chemicznych:

- Szczawian amonu – roztwór o stężeniu $0,25 \text{ mol/dm}^3$

- Chromian(VI) amonu – roztwór o stężeniu $0,25 \text{ mol/dm}^3$
- Chlorek żelaza(III) – roztwór o stężeniu $0,25 \text{ mol/dm}^3$
- Nadtlenek wodoru – roztwór o stężeniu $1,0 \text{ mol/dm}^3$
- Cytrynian tripotasu – roztwór o stężeniu $1,0 \text{ mol/dm}^3$
- Kwas winowy – roztwór o stężeniu $1,0 \text{ mol/dm}^3$
- Octan amonu – roztwór o stężeniu $0,25 \text{ mol/dm}^3$
- Heksacyjanożelazian(III) potasu – roztwór o stężeniu $0,25 \text{ mol/dm}^3$

Do Twojej dyspozycji jest następujący sprzęt laboratoryjny:

- Łapa drewniana do ogrzewania probówek
- Palnik
- Tryskawka z wodą destylowaną
- Pipeta Pasteura
- Papierki uniwersalne

oraz odczynniki chemiczne znajdujące się na stanowiskach zbiorczych:

- Kwas siarkowy - roztwór o stężeniu $2,0 \text{ mol/dm}^3$
- Wodorotlenek potasu – roztwór o stężeniu $1,0 \text{ mol/dm}^3$
- Octan potasu – roztwór o stężeniu $0,25 \text{ mol/dm}^3$
- Etanol skażony - 96%

Zidentyfikuj roztwory w poszczególnych probówkach. W każdym przypadku podaj numer próbki, nazwę związku chemicznego, którego roztwór znajduje się w próbce i uzasadnij dokonaną przez Ciebie identyfikację, podając w zapisie jonowym równania reakcji chemicznych. W trakcie wykonywania analiz możesz wykorzystywać zidentyfikowane związki chemiczne jako odczynniki do dalszych reakcji.

PUNKTACJA: Zadanie 1 - 24 pkt, zadanie 2 - 16 pkt, **Łącznie: 40 pkt**

CZAS TRWANIA ZAWODÓW: 300 minut



Etap III

30.03.2001

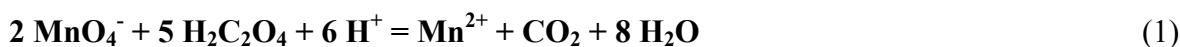
ROZWIĄZANIA ZADAŃ LABORATORYJNYCH

ROZWIĄZANIE ZADANIA 1

Warunkiem rozwiązania zadania jest zmiareczkowanie za pomocą roztworu KMnO_4 , a następnie za pomocą roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$, całej ilości kompleksu. Można to zrobić miareczkując od razu całą próbkę kompleksu lub wykonując miareczkowania kilku (dwóch lub więcej) dowolnych porcji kompleksu o dowolnych masach lub objętościach.

W celu ustalenia stosunku stężeń roztworów manganianu(VII) potasu i tiosiarczanu sodu, należy wykonać dodatkowo miareczkowanie, za pomocą roztworu tiosiarczanu sodu, jodu wydzielonego w wyniku reakcji manganianu(VII) ze stałym jodkiem potasu.

W trakcie miareczkowania za pomocą roztworu KMnO_4 kompleksu, jony szczawianowe utleniają się w kwaśnym środowisku zgodnie z reakcją:



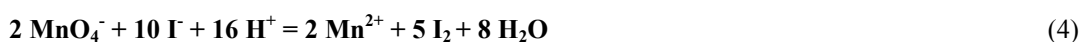
W efekcie, w roztworze pozostają jony Cu^{2+} , które w reakcji z jonami jodkowymi ulegają redukcji do trudno rozpuszczalnego CuI i wydziela się stechiometryczna ilość jodu:



Wydzielony jod odmiareczkowany jest za pomocą roztworu tiosiarczanu:



Po dodaniu do zakwaszonego roztworu manganianu(VII) potasu, stałego jodku sodu wydziela się stechiometryczna ilość jodu:



który następnie jest odmiareczkowany za pomocą roztworu tiosiarczanu (równanie (3)).

Z równania (2) wynika, że liczba milimoli kompleksu jest równa liczbie milimoli zużytego tiosiarczanu.

Przykładowe obliczenie:

Masa kompleksu: 1,00 g

Wyniki miareczkowań:

Sumaryczna objętość roztworu manganianu(VII) potasu: $V_1 = 75,2 \text{ cm}^3$

Sumaryczna objętość roztworu tiosiarczanu sodu: $V_2 = 42,2 \text{ cm}^3$

Objętość roztworu tiosiarczanu sodu zużyta na zmiareczkowanie 5 cm^3 roztworu manganianu(VII) potasu: $V_3 = 11,2 \text{ cm}^3$

Obliczenia:

Liczba milimoli jonów szczawianowych w kompleksie: $5 * V_1 * C(\text{MnO}_4^-)/2$

Liczba milimoli jonów miedzi w kompleksie: $V_2 * C(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$

Oraz
stąd: $V_3 * C(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 5 * 5 * C(\text{MnO}_4^-)$

$$C(\text{MnO}_4^-) = V_3 * C(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / 25$$

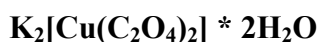
Ostatecznie otrzymujemy następujące równania:

$V_1 * V_3 * C((\text{S}_2\text{O}_3^{2-})/10$ = liczba milimoli jonów szczawianowych w kompleksie
 $V_2 * C(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ = liczba milimoli jonów miedzi w kompleksie

Po podzielenie powyższych równań stronami, otrzymujemy ostatecznie:

$$V_1 * V_3 / V_2 * 10 = 75,2 * 11,2 / 42,2 / 10 = 2,00 = 1. \text{mM } \text{C}_2\text{O}_4^{2-} / \text{l. mM } \text{Cu}^{2+}$$

Oznacza to, że w kompleksie, na jeden jon jonów Cu^{2+} przypadają dwa jony szczawianowe. Kompleks ma więc następującą budowę:



Jego masa molowa jest równa: **353,83 g**, a 1 g kompleksu odpowiada 2,83 milimolom.

$$\text{Masa próbki KMnO}_4 = 2,83 \cdot 2 \cdot 0,4 / 75,2 / 4 \cdot 158,04 = \mathbf{1,19 \text{ g}}$$

$$\text{Masa próbki Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 2,83 / 42,2 / 4 \cdot 248,22 = \mathbf{4,16 \text{ g}}$$

Punktacja:

1. Ustalenie liczby jonów potasu (α) w strukturze kompleksu	2 pkt.
2. Ustalenie liczby jonów miedzi (β) w strukturze kompleksu	2 pkt.
3. Ustalenie liczby jonów szczawianowych (γ) w strukturze kompleksu	2 pkt.
4. Obliczenie wartości masy molowej kompleksu	2 pkt.
5. Obliczenie masy próbki KMnO_4	4 pkt
6. Obliczenie masy próbki $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$	4 pkt
7. Opis wyników analiz i oznaczeń miana przygotowywanych roztworów oraz uzasadnienie każdego z wniosków równaniami reakcji w zapisie jonowym	8 pkt.
RAZEM	24 pkt

ROZWIĄZANIE ZADANIA 2.

• Identyfikacja soli amonowych (octanu, chromianu i szczawianu amonu):

Rozwiązanie zadania laboratoryjnego rozpoczynamy od identyfikacji soli amonowych (szczawianu, octanu i chromianu amonu). W tym celu do każdej z próbek zawierających roztwór analizowanych próbek dodajemy roztwór wodorotlenku potasu i ogrzewamy próbki w płomieniu palnika. U wylotu próbki umieszczamy papierek uniwersalny zwilżony wodą destylowaną. Wydzielający się gazowy amoniak o charakterystycznym zapachu, powoduje zmianę zabarwienia papierka uniwersalnego zwilżonego wodą destylowaną. Zmiana barwy papierka uniwersalnego umożliwia jednoznaczną identyfikację soli amonowych.

• Identyfikacja octanu amonu:

Identyfikację octanu amonu rozpoczynamy od zakwaszenia próbek soli amonowych roztworem kwasu siarkowego(VI). W tym celu do każdej z próbek zawierających roztwór analizowanych próbek dodajemy roztwór kwasu i ogrzewamy próbki w płomieniu palnika. U wylotu próbki umieszczamy papierek uniwersalny zwilżony wodą destylowaną. Pary kwasu octowego powodują zmianę zabarwienia papierka uniwersalnego, co umożliwia jednoznaczną identyfikację octanu amonu.

• Identyfikacja chromianu amonu:

Po identyfikacji octanu amonu do dwóch pozostałych roztworów soli amonowych dodajemy roztwór kwasu siarkowego(VI). Powstawanie jonów dichromianowych o charakterystycznej pomarańczowej barwie umożliwia jednoznaczną identyfikację chromianu amonu.

• Identyfikacja szczawianu amonu:

Identyfikację szczawianu amonu umożliwia wydzielanie się gazowego amoniaku o charakterystycznym zapachu, powodującego zmianę zabarwienia papierka uniwersalnego zwilżonego wodą destylowaną. Odróżnienie od octanu amonu umożliwia brak wywiązywania się par kwasu octowego podczas ogrzewania roztworu analizowanej próbki zakwaszonego kwasem siarkowym(VI).

• Identyfikacja chlorku żelaza(III):

Identyfikację chlorku żelaza(III) umożliwia reakcja z roztworem wodorotlenku potasu. Utworzenie brunatnego osadu wodorotlenku żelaza(III) po zaalkalizowaniu próbki roztworem wodorotlenku potasu pozwala na jednoznaczne stwierdzenie obecności chlorku żelaza(III).

- **Identyfikacja nadtlenu wodoru:**

Po identyfikacji soli amonowych i chlorku żelaza(III) do roztworów analizowanych próbek dodajemy kwasu siarkowego(VI), a następnie roztwór chromianu amonu. Utworzenie kwasu peroksochromowego o charakterystycznym błękitnym zabarwieniu umożliwia jednoznaczną identyfikację nadtlenu wodoru.

- **Identyfikacja kwasu winowego:**

Do dwóch pozostałych roztworów analizowanych próbek zawierających kwas winowy i cytrynian tripotasu dodajemy dwie objętości skażonego etanolu i po kropli roztwór octanu potasu. Utworzenie charakterystycznego białego osadu wodorowinianu potasu umożliwia jednoznaczną identyfikację kwasu winowego oraz **na drodze eliminacji** cytrynianu tripotasu.

- **Identyfikacja heksacyjanożelazianu(III) potasu:**

Identyfikację heksacyjanożelazianu(III) potasu umożliwia reakcja produktu jego redukcji (heksacyjanożelazianu(II)) z roztworem chlorku żelaza(III). Reakcję redukcji heksacyjanożelazianu(III) potasu przeprowadzamy roztworem nadtlenu wodoru w środowisku alkalicznym. Do produktu reakcji dodajemy roztwór chlorku żelaza(III). Tworzy się charakterystycznie zabarwiony osad błękitu pruskiego, co umożliwia jednoznaczną identyfikację heksacyjanożelazianu(III) potasu.

Punktacja:

- | | | |
|---|-------------|---------------|
| 1. Za prawidłową identyfikację każdego z analizowanych związków | po 0,5 pkt. | 4 pkt. |
| 2. Za uzasadnienie identyfikacji | po 1,5 pkt | <u>12 pkt</u> |

RAZEM **16 pkt**