



ETAP III

26.03.2010

Zadania laboratoryjne

ZADANIE LABORATORYJNE 1

Oznaczenie anionów

W kolbie miarowej o objętości 200 cm³ opisanej literą **P** znajduje się mieszanina **siarczanu(VI) sodu** i **dichromianu(VI) potasu**, którą zakwaszono **kwasem chlorowodorowym**, dodano 100 cm³ **chlorku baru** o stężeniu 0,050 mol/dm³ i uzupełniono wodą do kreski. Wiadomo także, że do sporządzenia mieszaniny użyto mniej niż 0,005 mola siarczanu(VI) sodu i co najmniej 0,005 mola dichromianu(VI) potasu. Stężenie kwasu chlorowodorowego w kolbie **P** nie przekracza wartości 0,2 mol/dm³. Objętość osadu w kolbie można pominąć.

Masz do dyspozycji następujący sprzęt i odczynniki:

na stanowisku dla każdego zawodnika:		na stanowisku dla dwóch zawodników:
biuretę	dwie kolby stożkowe ze szlifem	roztwór Na ₂ S ₂ O ₃ o stęż. 0,1000 mol/dm ³
trzy zlewki	trzy sączki bibułowe	roztwór H ₂ SO ₄ o stężeniu 2 mol/dm ³
dwie bagietki	pipetę jednomiarową o poj. 25 cm ³	roztwór NH ₃ o stężeniu 1 mol/dm ³
lejek ilościowy	tryskawkę z wodą destylowaną	roztwór KI o stężeniu 20%
cylinder miarowy	dwa papierki wskaźnikowe	roztwór skrobi o stężeniu 1%

Polecenia:

- (4 pkt.) Korzystając z podanego przepisu wykonawczego zaproponuj tok postępowania pozwalający oznaczyć liczbę moli jonów siarczanowych(VI) i dichromianowych(VI) w mieszaninie.
- (3,5 pkt.) Zapisz równania reakcji zachodzących podczas analizy.
- (4 pkt.) Wyprowadź wzory na oznaczenie liczby moli analitów uwzględniające odpowiednie objętości titranta uzyskane w trakcie miareczkowania.
- (6 pkt.) Znajdź masę dichromianu(VI) potasu użytego do przyrządzenia roztworu w kolbie **P**.
- (6 pkt.) Podaj masę siarczanu(VI) sodu w mieszaninie.
- (2,5 pkt.) Podaj współczynnik amplifikacji metody oznaczania dichromianów(VI) i siarczanów(VI) według przepisu wykonawczego. Uzasadnij odpowiedź.

Przepis wykonawczy.

Pośrednie oznaczanie siarczanów

Do próbki zawierającej siarczany(VI) dodać kwasu solnego, ogrzać i wprowadzić znaną ilość chromianu(VI) baru [w nadmiarze molowym w stosunku do siarczanów(VI)], w postaci roztworu otrzymanego przez rozpuszczenie odważki BaCrO₄ w kwasie chlorowodorowym. Zawiesinę lekko zalkalizować roztworem amoniaku. Wytrącony osad odsączyć na sączku, zbierając przesącz w kolbie stożkowej ze szlifem. **Sączenie odbywa się dość wolno (ok. 30 min), uwzględnij to w planowaniu wykonania zadań.** Osad przemyć kilkoma porcjami wody z kroplą amoniaku zbierając przesącz w kolbie. Do kolby dodać 10 cm³ roztworu jodku potasu i 15 cm³ roztworu kwasu siarkowego(VI). Kolbę zamknąć korkiem i odstawić na 5 minut. Wydzielony jod miareczkować roztworem tiosiarczanu sodu o znanym stężeniu. Pod koniec miareczkowania, gdy roztwór stanie się oliwkowo-zielony, dodać roztworu skrobi i miareczkować do zaniku granatowego zabarwienia.

UWAGA! Niewykorzystane roztwory z kolby **P** oraz roztwory po miareczkowaniu trzeba zlewać do pojemników na odpadki! Podobnie należy postąpić z sączkami zawierającymi osad.

ZADANIE LABORATORYJNE 2

Elektroliza w analizie jakościowej

W probówkach opisanych cyframi **1-8** oraz literami **A-D** znajdują się roztwory substancji przedstawionych w tabeli:

Probówki 1-8	Azotan(V) sodu	Probówki A-D	Ferroina
	Azotan(V) cynku		Czerwień metylowa
	Chlorek potasu		Błękit bromotymolowy
	Siarczan(VI) magnezu		Fenoloftaleina
	Siarczan(VI) manganu(II)		
	Chlorek kadmu		
	Jodek potasu		
	Bromek sodu		

Stężenie roztworów soli wynosi $0,1 \text{ mol/dm}^3$, zaś pozostałych substancji ok. $0,1 \%$

Masz do dyspozycji następujący sprzęt:

baterijkę z dołączonymi elektrodami grafitowymi	6 pustych probówek
dwa białe, porcelanowe naczynka	tryskawkę z wodą destylowaną
sześć pipetek polietylenowych	serwetkę do osuszania elektrod

Możesz korzystać z roztworów z zadania 1.

Polecenia:

- a. (12 pkt.)* Dokonaj identyfikacji substancji z probówek **1-8** oraz **A-D** korzystając z podanego przepisu wykonawczego.
- b. (12 pkt.)* Podaj jednoznaczne uzasadnienie każdej identyfikacji w oparciu tylko o obserwacje podczas elektrolizy lub po jej zakończeniu.
- c. (4 pkt.)* Wyjaśnij różnice w przebiegu elektrolizy siarczanu(VI) manganu i bromku sodu w roztworze bez dodatku kwasu i po zakwaszeniu.
- d. (6 pkt.)* Uwzględniając poczynione obserwacje napisz równania reakcji zachodzących podczas elektrolizy soli.

Przepis wykonawczy:

Do porcelanowego naczynka odmierz pipetką polietylenową ok. 2 cm^3 roztworu soli i zanurz elektrody do roztworu. Obserwuj zmiany zachodzące podczas procesu elektrolizy trwającego ok. 30 s. Powtórz elektrolizę dodając kilka kropli wskaźnika z probówek **A-D** oraz w miarę potrzeby zakwaszając roztwór. Obserwuj zmiany w roztworach wokół elektrod. Po zakończeniu elektrolizy roztwór w naczynku zamieszaj, ewentualnie przenieś do probówki i wykorzystaj do dalszych badań. Po każdej elektrolizie oczyść elektrody papierem lub serwetką.

DYSPONUJ ROZTWORAMI OSZCZĘDNIIE. BIERZ DO PRÓB PORCJE ROZTWORU NIE PRZEKRACZAJĄCE 2 cm^3 .

Punktacja: zadanie 1 - 26 pkt., zadanie 2 - 34 pkt. RAZEM 60 pkt.

Ważne! Odpowiedź na postawione polecenia musi znaleźć się w odpowiednich polach tabeli w karcie odpowiedzi. Tekst umieszczony poza wyznaczonymi miejscami w tabeli odpowiedzi nie będzie sprawdzany! Opis rozwiązania prowadź starannie i czytelnie. Prace nieczytelne mogą mieć obniżoną punktację i nie będą uwzględniane w odwołaniach!

Pamiętaj o zasadach bezpieczeństwa w trakcie wykonywania analiz!

Czas trwania zawodów: 300 min

<p>Polecenie f. Uwzględniając reakcje można zauważyć, że na 1 mol dichromianów(VI) przypada 6 moli tiosiarczynu, tak więc współczynnik amplifikacji jodometrycznego oznaczania jonów dichromianowych(VI) wynosi 6. Przy oznaczaniu siarczanów(VI) zgodnie z metodą podaną w przepisie wykonawczym w przesączu po odsączeniu osadu zawierającego siarczan(VI) baru i chromian(VI) baru pozostają jony chromianowe(VI) równoważne jonom siarczanowym(VI). $n_{\text{siarcz}} = n_{\text{chrom_przes}}$ Tak więc współczynnik amplifikacji jodometrycznego oznaczania jonów siarczanowych(VI) wynosi 3.</p>	2,5
RAZEM ZA ZADANIE 1	
26	

ROZWIĄZANIE ZADANIA LABORATORYJNEGO 2

Przykładowe rozmieszczenie substancji:

Nr próbówki	Nazwa substancji	Nr próbówki	Nazwa substancji
1	Azotan(V) sodu	A	Ferroina
2	Azotan(V) cynku	B	Czerwień metylowa
3	Chlorek potasu	C	Błękit bromotymolowy
4	Siarczan(VI) magnezu	D	Fenoloftaleina
5	Siarczan(VI) manganu(II)		
6	Chlorek kadmu		
7	Jodek potasu		
8	Bromek sodu		

Zawodnik może w brudnopisie notować obserwacje przebiegu elektrolizy np. w taki sposób:

Nr próbówki	Obszar badań	Bez wskaźnika	Opis próbówki ze wskaźnikiem			
			A ferroina	B czerwień metyl.	C Bł. bromotym	D Fenoloftal.
1 NaNO ₃	anoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, czerw	gaz, żół, bz	gaz, bezb
	katoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, żół, bz	gaz, nieb	gaz, malin
	zmiesz.	bezb, bz	czerw, bz	żół, bz	żół, bz	bezb
2 Zn(NO ₃) ₂	anoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, czerw	gaz, żółziel, bz	gaz, bezb
	katoda	mt, gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, żółte, bz	gaz, żółziel, bz	gaz, bezb
	zmiesz.	bezb, bz	czerw, bz	czerw	żółziel, bz	bezb, bz
3 KCl	anoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, czerw, odb	gaz, żół, bz	gaz, bezb
	katoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, żół, bz	gaz, nieb	gaz, malin
	zmiesz.	bezb, bz	czerw, bz	bezb	żół, bz	bezb,

4 MgSO ₄	anoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, czerw,	gaz, żół, bz	gaz, bezb, bz
	katoda	mt, gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, żół, bz	gaz, żółziel, bz	gaz, różowe
	zmiesz.	bezb, bz	czerw, bz	pomarańczowe	żół, bz	bezb, bz
5 MnSO ₄	anoda	↓ brun	czerw, odb	gaz, czerw, bz	gaz, żół, bz	gaz, bezb, bz
	katoda	mt, gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, czerw, bz	gaz, żół, bz	gaz, bezb, bz
	zmiesz.	brun zaw	odb po zakw	czerw, bz	żół, bz	bezb, bz
6 CdCl ₂	anoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, czerw, odb	gaz, żół	gaz, bezb
	katoda	mt, bz	czerw, bz	żół, bz	żółziel, bz	bezb, bz
	zmiesz.	bezb, bz	czerw, bz	bezb	żół, cz. odb	bezb, bz
7 KI	anoda	żół	brun	czerw	gaz, żółty	gaz, żółty
	katoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, żół, bz	gaz, nieb	gaz, malin
	zmiesz.	żół	czerw brun	pom	nieb	malin
8 NaBr	anoda	żół	pom	czerw, odb	gaz, pom	gaz, żół
	katoda	gaz, bz	gaz, czerw, bz	gaz, żół, bz	gaz, nieb	gaz, malin
	zmiesz.	żółtawy	czerw, bz	odb	żół, cz. odb	odb

Skróty stosowane tabelach: pr- próbka, bz – bez zmian, → stan po elektrolizie, ↓ osad, brun – brunatne, czerw – czerwone, nieb - niebieskie, żół – żółte, malin – malinowe, pom – pomarańczowe, ziel – zielone, zakw – po zakwaszeniu, odb – odbarwienie, cz. odb – częściowe odbarwienie, zam – po zamieszaniu, zmęt – zmętnienie, mt – metal, K – katoda(-), A – anoda(+)

Komentarz do rozwiązania zadania 2

Podczas elektrolizy samych roztworów soli, w roztworze z próbówki 5 obserwuje się powstawanie przy anodzie brunatnego osadu. Może to świadczyć o obecności MnSO₄ w próbówce 5. Z kolei dla próbek 7 i 8 wokół anody pojawia się żółte zabarwienie, co może świadczyć o powstawaniu tam jodu lub bromu. Dodatek skrobi (z zadania 1) daje granatowe zabarwienie tylko w próbówce 7, co wskazuje na KI. Można przypuszczać, że NaBr znajduje się w próbówce 8.

Elektroliza zakwaszonych roztworów z próbek 5 i 8 przebiega bardziej energicznie i dodatkowo w próbówce 5, wokół anody pojawia się fioletowe zabarwienie. Roztwór ten, jako jedyny odbarwia roztwór z próbówki A, gdzie prawdopodobnie znajduje się ferrioina. Wskazuje to jednoznacznie na siarczan(VI) manganu(II) w próbówce 5 i ferrioinę w próbówce A. Roztwór z próbówki 8 jest bardziej żółty niż po elektrolizie bez kwasu. Roztwór ten reaguje z zawartością próbówki 7 z wydzieleniem jodu (reakcja ze skrobią). Reaguje także ze wskaźnikiem z próbówki

B, który najpierw zmienia zabarwienie z żółtego na czerwony, a następnie odbarwia się. W próbówce **B** prawdopodobnie znajduje się czerwień metylowa.

Elektroliza soli z dodatkiem wskaźnika z próbówki **B** powoduje zmianę barwy wskaźnika z żółtej na czerwoną wokół anody, dla roztworów ze wszystkich probówek. Potwierdza to obecność czerwieni metylowej w próbówce **B** i wskazuje na wydzielanie jonów hydroniowych na anodzie w czasie elektrolizy. Jednocześnie dla probówek **3**, **6** i **8** obserwuje się odbarwienie roztworu, co wskazuje na wydzielający się chlor lub brom, które niszczą strukturę barwnika. Po zamieszaniu roztworu obserwuje się zmianę zabarwienia na czerwoną całego roztworu, co ma miejsce dla probówek **2**, **4** a dla próbówki **5** czerwone zabarwienie roztworu sprzed elektrolizy pozostaje bez zmian. W próbówce **2** i **4** znajdują się sole, których roztwory podczas elektrolizy ulegają zakwaszeniu na skutek wydzielania się metalu na katodzie. Mogą to być azotan(V) cynku i siarczan(VI) magnezu. Roztwór z próbówki **1** jako jedyny nie zmienił zabarwienia, co może wskazywać na azotan(V) sodu.

Wskaźnik z próbówki **C** zmienia zabarwienie z żółtego na niebieskie wokół katody dla probówek **1**, **3**, **7** i **8**, a dla probówek **4** i **6** z żółtego na żółtozielone. Wskazuje to na obecność soli sodu i potasu w probówkach **1**, **3**, **7** i **8** oraz błękitu bromotymolowego w próbówce **C**. Po zmieszaniu roztworu żółta barwa powraca jedynie dla roztworu z probówek **1** i **4**, niebieskie zabarwienie pojawia się dla roztworu z próbówki **7**. Świadczy to o obecności soli kwasów tlenowych w próbówce **1** i **4** oraz halogenków w próbówce **7**. Tak więc potwierdza to obecność azotanu(V) sodu w próbówce **1** oraz jodku potasu w próbówce **7**.

Dla probówek **3**, **6** i **8** wskaźnik traci swoje właściwości, powstające żółtawe zabarwienie nie zmienia się przy dalszej elektrolizie. Potwierdza to, że w probówkach **3**, **6** znajdują się chlorki – potasu w **3** a kadmu w **6**. W próbówce **8** znajduje się bromek sodu.

Brak zmiany zabarwienia wokół katody dla roztworów z probówek **2** i **5** [gdzie wykryto siarczan (VI) manganu] świadczy, że w próbówce **2** znajduje się azotan(V) cynku.

Elektroliza roztworów soli w obecności wskaźnika z próbówki **D** powoduje zabarwienie na malinowo przestrzeni wokół katody dla probówek **1**, **3**, **7** i **8** a na różowo dla próbówki **4**. Wskazuje to jednoznacznie, że w próbówce **D** znajduje się fenoloftaleina, sole sodu lub potasu w **1**, **3**, **7** i **8**, zaś siarczan(VI) magnezu w próbówce **4** (odróżnienie od kadmu i cynku, gdzie wydzielaniu metalu na katodzie nie towarzyszy wydzielanie wodoru i alkalizacja roztworu).

Polecenie a., b.			
Nr pr	Wykryto	Uzasadnienie	Pkt.
1	NaNO ₃	Elektroliza bez wskaźników – wydzielanie na K i A bezb gazu K: C żół→nieb, zam - żółte; D bezb→malin, zam - bezb A.; B żół→czerw, zam - żółte	id. 1,0 uz. 1,0
2	Zn(NO ₃) ₂	Elektr. bez wskaźników – wydzielanie mt i gazu na K, A bezb gaz K: C żół→bz, zam - żółte; D bezb→bz, zam - bezb A.; B żół→czerw, zam - czerw	id. 1,0 uz. 1,0
3	KCl	Elektroliza bez wskaźników - wydzielanie na K i A gazu K: C żół→nieb, zam - żółte, odb; D bezb→malin, zam - bezb, odb A.; B żół→czerw, odb, zam - odb	id. 1,0 uz. 1,0
4	MgSO ₄	Elektr bez wskaźników - wydzielanie mt i gazu na K, A bezb gaz K: C żół→żółziel, zam - żółte; D bezb→różowe, zam - bezb A: B żół→czerw, zam - czerw	id. 1,0 uz. 1,0
5	MnSO ₄	Elektr bez wskaźn – wydzielanie mt i gazu na K, na A brun zmętn K: C żół→bz, zam żółte; D bezb→bz, zam bezb A: B czerw→bz, zam - bz; A czerw, zam i zakw – odb lub bladonieb	id. 1,0 uz. 1,0
6	CdCl ₂	Elektroliza bez wskaźników – wydzielanie mt na K, A gaz K: C żół→żółziel, zam żółte, odb; D bezb→bz, zam - odb A.; B żół→czerw, odb, zam - odb	id. 1,0 uz. 1,0
7	KI	El bez wskaźn - na K gaz, na A żółte zab, zam żółte +skrobia gran K: C żół→nieb, zam nieb; D bezb→malin, zam - malin A: B żół→pom, zam żółte; A czerw→czerw zmętnienie	id. 1,0 uz. 1,0
8	NaBr	Elektr bez wskaźn - wydzielanie na K gazu, na A żółte, zam bezb. K: C żół→nieb, zam żółte, odb; D bezb→malin, zam odb A: B żół→czerw, odb, zam odb; A czerw→bz	id. 1,0 uz. 1,0
A	Ferroina	K: wszystkie pr czerw→bz, A: wszystkie pr czerw→bz poza 5 - odb, 7 – czerw zmętnienie zam: zakw pr 5 odb lub bladonieb, w pr 7- czerw zmętnienie	id. 1,0 uz. 1,0
B	Czerwień metylowa	K: wszystkie pr poza 5 żół→bz, pr 5 czerw→bz A: wszystkie pr żół→czerw, zam: - odb dla pr 3, 6 i 8, czerw dla pr 2 i 4	id. 1,0 uz. 1,0
C	Błękit bromotymolowy	K: wszystkie pr żół→nieb dla pr 1, 3, 7 i 8, pozost bz A: wszystkie pr żół→bz, zam - odb dla pr 3, 6 i 8	id. 1,0 uz. 1,0
D	Fenolofaleina	K: wszystkie pr bezb→malin dla pr 1, 3, 7 i 8, róż 4, pozostałe bz A: wszystkie pr bezb→bz, zam - odb dla pr 3, 6 i 8, malin dla pr 7	id. 1,0 uz. 1,0
Suma punktów			24,0
Polecenie c.			

Nr prob.	Wykryto	Uzasadnienie	Pkt.
5	MnSO ₄	Elektr bez wskaźn – intensywne wydzielanie na K gazu, na A fioletowe zabarwienie, nieco dalej od elektrody brunatne zmętnienie K: C czerw→bz, zam czerw; D bezb→bz, zam bezb A: B czerw→bz, zam czerw; pr A czerw→odb Po zamieszaniu roztworu po elektrolizie dodanie kilku porcji pr A powoduje ich odbarwienie, roztwór staje się lekko niebieski	2,0
8	NaBr	Elektr bez wskaźn – intensywne wydzielanie na K gazu, na A żółte zbarwienie, po zmieszaniu żółte K: C czerw→nieb, zam żółte, odb; D bezb→malin, zam odb A: B czerw→odb, pr A czerw→bz Po zamieszaniu roztworu po elektrolizie czuć zapach bromu, dodanie kilku porcji roztworu próbówki B powoduje ich odbarwienie	2,0

Polecenie d.

Nr prob.	Katoda	Anoda	
1	$4\text{H}_2\text{O} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{H}_2\uparrow + 4\text{OH}^-$	$2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$	1,0
2	$2\text{Zn}^{2+} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{Zn}$ $\text{NO}_3^- + 10\text{H}^+ + 8\text{e} \rightarrow \text{NH}_4^+ + 3\text{H}_2\text{O}$	$2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$ $4\text{H}_2\text{O} - 8\text{e} \rightarrow 2\text{O}_2\uparrow + 8\text{H}^+$	1,0
3	$2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e} \rightarrow \text{H}_2\uparrow + 2\text{OH}^-$ $4\text{H}_2\text{O} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{H}_2\uparrow + 4\text{OH}^-$	$2\text{Cl}^- - 2\text{e} \rightarrow \text{Cl}_2\uparrow$ $2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$	0,5
4	$2\text{Mg}^{2+} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{Mg}$ $4\text{H}_2\text{O} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{H}_2\uparrow + 4\text{OH}^-$	$2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$ $2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$	0,5
5	$5\text{Mn}^{2+} + 10\text{e} \rightarrow 5\text{Mn}$	$2\text{Mn}^{2+} + 8\text{H}_2\text{O} - 10\text{e} \rightarrow 2\text{MnO}_4^- + 16\text{H}^+$ *) $2\text{MnO}_4^- + 3\text{Mn}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 5\text{MnO}_2 + 4\text{H}^+$	1,5
6	$\text{Cd}^{2+} + 2\text{e} \rightarrow \text{Cd}$ $2\text{Cd}^{2+} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{Cd}$	$2\text{Cl}^- - 2\text{e} \rightarrow \text{Cl}_2\uparrow$ $2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$	0,5
7	$2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e} \rightarrow \text{H}_2\uparrow + 2\text{OH}^-$ $4\text{H}_2\text{O} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{H}_2\uparrow + 4\text{OH}^-$	$2\text{I}^- - 2\text{e} \rightarrow \text{I}_2\uparrow$ $2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$	0,5
8	$2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e} \rightarrow \text{H}_2\uparrow + 2\text{OH}^-$ $4\text{H}_2\text{O} + 4\text{e} \rightarrow 2\text{H}_2\uparrow + 4\text{OH}^-$	$2\text{Br}^- - 2\text{e} \rightarrow \text{Br}_2\uparrow$ $2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+$	0,5
Suma punktów			10,0
RAZEM ZA ZADANIE 2			34

*) reakcja biegnąca w roztworze, a nie na elektrodzie