

ETAP III

25.03.2022

Zadania laboratoryjne

CZAS ROZWIĄZYWANIA: 14:00 – 19:00

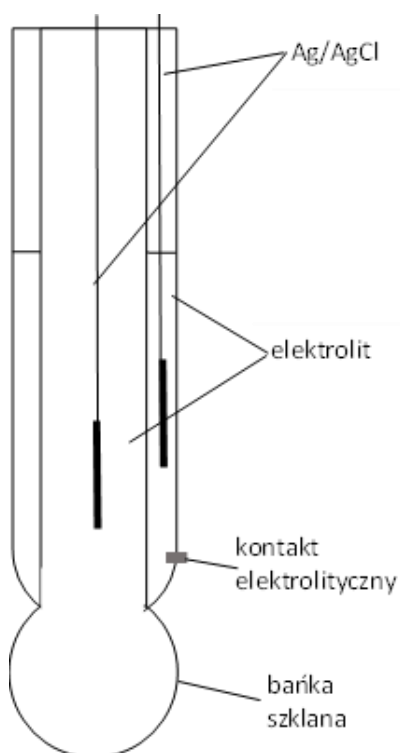
ZADANIE LABORATORYJNE 1

Wyznaczanie stałych dysocjacji kwasów

Pomiar pH podczas miareczkowania alkacymetrycznego umożliwia m.in. wyznaczenie charakterystycznych punktów krzywej miareczkowania kwasów wieloprotonowych.

W kolbie oznaczonej literą **W** i numerem startowym masz mianowany roztwór wodoroftalanu potasu, sporządzony przez rozpuszczenie odważki analitycznej substancji podstawowej o masie **m**, podanej na kolbie. Kolbę należy uzupełnić wodą demineralizowaną do kreski i zawartość wymieszać.

W kolbie opisanej literą **P** masz roztwór próbki **kwasu szczawiowego lub winowego**. Próbka jest rozcieńczona wodą do kreski. Korzystając z roztworów do zadania 2 należy zidentyfikować kwas.



Celem zadania jest:

1. Nastawianie miana wodorotlenku sodu na roztwór substancji podstawowej,
2. Określenie ilości kwasu w kolbie **P**,
3. Wyznaczenie stałych dysocjacji kwasu zidentyfikowanego w kolbie **P**,
4. Wyznaczenie stałych dysocjacji kwasu fталowego.

Do dyspozycji masz pehametr z elektrodą kombinowaną (elektroda szklana jako wskaźnikowa oraz elektroda odniesienia chlorosrebrowa), której schemat budowy przedstawiono na Rys 1, roztwory wzorcowe o znanym pH (do wzorcowania przyrządu), naczynka pomiarowe. **Będziesz mieć możliwość zmierzenia pH czterech odpowiednio przygotowanych roztworów.**

Rys. 1. Schemat elektrody szklanej kombinowanej.

<u>Na swoim stanowisku masz do dyspozycji:</u>
W butelce opisanej NaOH i numerem startowym masz roztwór wodorotlenku sodu o stężeniu ok. $0,2 \text{ mol/dm}^3$
Dwie kolby stożkowe
Dwie pipety – 25,0 mL
Dwie zlewki – 100 i 250 mL
Biuretę ze statywem
Mały lejek
Cylinder miarowy
Tryskawkę z wodą destylowaną
Dwa pojemniki do pomiarów pH
<u>Na stanowisku zbiorczym dostępny jest:</u>
Roztwór fenoloftaleiny

Wykorzystaj podane przepisy wykonawcze.

Przepis wykonawczy 1. Nastawianie miana roztworu NaOH na wodoroftalan potasu.

Do dwóch kolb stożkowych odmierzyć pipetą jednomiarową po 25,00 mL roztworu wodoroftalanu potasu o stężeniu podanym na butelce. Dodać do każdej kolby 50 mL wody destylowanej i 3-4 krople roztworu fenoloftaleiny. Miareczkować roztworem NaOH, którego miano ustalamy, do uzyskania trwałego, jasnoróżowego zabarwienia. Porównać wyniki dwu miareczkowań i ustalić, czy jest konieczne miareczkowanie trzeciej próbki. Do arkusza odpowiedzi wpisać uzyskane objętości titranta.

Przepis wykonawczy 2. Miareczkowanie roztworu kwasu szczawiowego lub winowego

Do kolby stożkowej odmierzyć pipetą 25,00 mL roztworu kwasu winowego lub szczawiowego. Dodać 50 ml wody destylowanej i 3-4 krople roztworu fenoloftaleiny. Miareczkować zmianowanym roztworem NaOH do uzyskania trwałego, jasnoróżowego zabarwienia. Objętości zużytego titranta wpisać do arkusza odpowiedzi.

Przepis wykonawczy 3. Pomiar pH

pH-metr jest wyposażony w elektrodę szklaną kombinowaną, a więc zawierającą w swojej obudowie również elektrodę odniesienia. Elektroda powinna być podczas przechowywania zanurzona w roztworze kondycjonującym. Przystępując do pomiaru pH, należy wyjąć elektrodę z roztworu kondycjonującego, opłukać wodą destylowaną z tryskawki i delikatnie osuszyć bibułą. Następnie

POWOLI zanurzyć elektrodę w badanej próbce uważając, aby nie uderzyć banieczką elektrody o dno naczynia. Sprawdzić, czy połączenie elektrolityczne elektrody odniesienia znajduje się poniżej poziomu roztworu próbki. Obserwować wskazania miernika, zapisać ustabilizowaną wartość pH. Elektrodę ponownie opłukać wodą destylowaną i osuszyć bibułą. Po zakończeniu pomiarów, jeżeli nikt nie czeka w kolejce do pomiaru, elektrodę należy zanurzyć w roztworze kondycjonującym. Zanotować w arkuszu odpowiedzi skład roztworów i ich pH.

Polecenia

- a. (7 m.)* Na podstawie ilości miareczkowanego wodoroftalanu potasu oraz objętości zużytego titranta do osiągnięcia punktu końcowego, obliczyć miano roztworu NaOH.
- b. (11 m.)* Zidentyfikuj kwas w kolbie **P**. Wyznacz liczbę milimoli kwasu winowego (szczawowego), zawartą w roztworze pobranym do miareczkowania. Oblicz masę kwasu winowego lub szczawowego w kolbie **P** (w mg) z dokładnością do 0,1 mg.
- c. (5 m.)* Zaproponuj metodę wyznaczenia obydwu stałych dysocjacji słabego kwasu dwuprotonowego na podstawie pomiaru pH odpowiednich roztworów. Naszkicuj odpowiedni wykres oddający istotę proponowanej metody. Wyprowadź odpowiednie wzory.
- d. (4 m.)* Oblicz obydwie stałe dysocjacji kwasu winowego lub szczawowego.
- e. (8 m.)* Zaproponuj metodę wyznaczenia obydwu stałych dysocjacji kwasu fталowego przy wykorzystaniu dostępnych odczynników i sprzętu, wyprowadź odpowiednie wzory. Jakie roztwory należy przygotować do pomiarów? Podaj wyznaczone wartości stałych. Przy wyprowadzaniu wzorów użyj uzasadnionych przybliżeń.
- f. (2 m.)* Uzasadnij, dlaczego podczas pomiaru siły elektromotorycznej elektrody szklanej kombinowanej, kontakt elektrolityczny elektrody odniesienia musi być zanurzony w roztworze badanym.

Uwaga! W obliczeniach, aktywności jonów należy uznać za równe ich stężeniu molowemu, należy także pominąć autodysocjację wody.

ZADANIE LABORATORYJNE 2

Sole kompleksowe

Reakcje z wykorzystaniem kompleksów są podstawą metod analitycznych w identyfikacji jak i ilościowych oznaczeniach.

Sole kompleksowe, po rozpuszczeniu w wodzie, dysocjują na kationy i aniony. Zarówno kation jak i anion mogą być kompleksem. Z uwagi na trwałość (termodynamiczną lub kinetyczną) kompleksów, w roztworze mogą znaleźć się także jony tworzące kompleks (ligandy i centrum koordynacji), co może utrudniać identyfikację soli kompleksowych.

Do zidentyfikowania masz osiem soli kompleksowych, cztery w postaci stałej - w probówkach opisanych cyframi **1 – 4**, a cztery w postaci roztworów wodnych - w probówkach opisanych literami **A – D**. Stężenia soli kompleksowych w roztworach wodnych wynoszą 0,01 – 0,05 mol/dm³.

W tabeli przedstawiono nazwy lub wzory badanych soli kompleksowych:

Nazwa soli	Wzór	Nazwa soli	Wzór
heksacyjanożelazian(III) potasu			Na ₂ [MgY]
heksacyjanożelazian(II) potasu		heksanitrito-O-kobaltan(III) sodu	
	(NH ₄) ₂ [CuCl ₄]		K ₂ [HgI ₄]
	Na ₂ [Fe(CN) ₅ NO]		(NH ₄) ₃ [Fe(C ₂ O ₄) ₃]

Y - reszta kwasowa kwasu etylenodiaminotetraoctowego (EDTA)

Do dyspozycji masz:

- roztwór kwasu chlorowodorowego o stężeniu 2 mol/dm³,
- roztwór chlorku wapnia, chlorku cynku, siarczanu(IV) sodu, (wszystkie roztwory o stężeniu ok. 0,01 mol/dm³),
- kalces (1% odczynnika w NaCl),
oraz
- kleik skrobiowy,
- 3 papierki wskaźnikowe,
- 8 probówek, 8 pipetek, tryskawkę.

Możesz wykorzystać również odczynniki z zadania 1.

Uwaga 1. Jony wapnia tworzą mocniejsze kompleksy z EDTA niż jony magnezu, zaś jony cynku mocniejsze niż jony wapnia. Kalces jest metalowskaźnikiem przy oznaczaniu wapnia.

Uwaga 2. Rozpuszczanie substancji stałych rozpocznij od minimalnych ilości wody, obserwuj zmiany przy dalszym rozcieńczaniu.

Polecenia

- a. (4 m.) Uzupełnij tabelę wpisując nazwy lub wzory soli kompleksowych.
- b. (2 m.) Na podstawie barwy substancji stałych oraz roztworów zaproponuj prawdopodobne rozmieszczenie soli kompleksowych. Dla roztworów zbadaj ich odczyn.
- c. (24 m.) Dokonaj identyfikacji soli kompleksowych z podaniem uzasadnienia. Pełne uzasadnienie to **co najmniej dwie obserwacje** wykrycia jonów obecnych w roztworach w probówkach **A – D** lub w roztworach po rozpuszczeniu soli z probówek **1 – 4**. Powtórzenie obserwacji nie będzie w pełni punktowane.
- d. (2 m.) Jakie atomy ligandowe występują w jonie azotanowym(III) oraz tiocyjanianowym i jakie rodzaje izomerii to implikuje?
- e. (3 m.) Wskaż atomy ligandowe w EDTA (Y). Jaką nazwę mają tego typu kompleksy i czym się charakteryzują? Podaj jaką konfigurację mają kompleksy EDTA z metalami.

Gospodaruj oszczędnie roztworami, dolewki nie są możliwe.

Obejrzyj uważnie arkusz odpowiedzi. Zaplanuj i wpisz rozwiązanie tak, by mieściło się w wyznaczonym miejscu. Podaj skróty stosowane w arkuszu odpowiedzi.

Tekst oraz równania reakcji chemicznych napisane poza wyznaczonym miejscem nie będą sprawdzane!

Pamiętaj o zachowaniu zasad bezpieczeństwa podczas wykonywania analiz!

Za poprawne wykonanie poleceń przyznawane są „marki”, które następnie przeliczane są na punkty.

Sumaryczna punktacja za zadania laboratoryjne – 60 (30 +30) pkt. (37 + 35 m.)

Czas wykonania zadania 300 minut.