



ETAP III

24.03.2023

Zadanie laboratoryjne

CZAS ROZWIĄZYWANIA: 14:00 – 19:00

ZADANIE LABORATORYJNE 1

Miareczkowanie konduktometryczne

Miareczkowanie z konduktometryczną detekcją punktu końcowego stosowane jest w przypadku miareczkowania roztworów barwnych, gdzie użycie właściwego wskaźnika nie jest możliwe lub w miareczkowaniu dwóch analitów (np. kwasów różnej mocy). Pomiar przewodności miareczkowanego roztworu jest podstawą do określenia rodzaju i stężenia jonów w roztworze, w tym szczególnie jonów wodorowych i jonów wodorotlenowych. Miareczkowanie konduktometryczne daje możliwość wyznaczenia punktu końcowego (PK) na podstawie pomiaru przewodności dwóch roztworów przed PK i dwóch po PK (wykreślenie dwóch linii i wyznaczenie współrzędnych punktu ich przecięcia odpowiadającego PK). Unika się tym samym błędowi miareczkowania wynikającego z subiektywnej obserwacji zmiany barwy roztworu.

W kolbie miarowej o pojemności 250 cm³, opisanej literą **P**, znajduje się mieszanina kwasu chlorowodorowego i kwasu octowego. W pojemniku opisanym „NaOH” jest przygotowany roztwór NaOH o stężeniu podanym na opakowaniu.

Zadanie polega na wyznaczeniu zawartości kwasu chlorowodorowego i kwasu octowego w kolbie P poprzez pomiar przewodności odpowiednio przygotowanych roztworów zgodnie z przepisem wykonawczym.

<u>Na swoim stanowisku masz do dyspozycji:</u>	<u>Na stanowisku zbiorczym masz do dyspozycji:</u>
Biuretę z lejkiem	Fenoloftaleinę
2 kolby stożkowe	Błękit tymolowy
Pipetę jednmiarową o pojemności 20 cm ³ i gruszkę	
Kolbę miarową o pojemności 50 cm ³	
Zlewkę	
2 pojemniki polietylenowe do pomiaru przewodności	
Tryskawkę z wodą destylowaną	

Błękit tymolowy jest wskaźnikiem pH, zmieniającym zabarwienie w dwóch zakresach pH: z czerwonego na żółte w zakresie pH 1,2 – 2,8 oraz z żółtego na niebieskie w zakresie pH 8,0 – 9,6.

Przepisy wykonawcze

Oznaczanie ilości kwasu chlorowodorowego i octowego w próbce

Odmierzyć do kolby stożkowej 20,00 cm³ roztworu z kolby **P**, rozcieńczyć do ok. 50 cm³. Dodać kilka kropli błękitu tymolowego i zmiareczkować (dodając porcje titranta po ok. 2 cm³) do zmiany zabarwienia z pomarańczowej na żółtą. Zanotować objętość zużytego titranta V_A . Kontynuować miareczkowanie do zmiany zabarwienia na niebieskie, zapisać objętość zużytego titranta V_B . Miareczkowanie powtórzyć dodając małe porcje titranta w pobliżu zmiany barwy (skorygować wartości V_A i V_B na V_{Ak} i V_{Bk}).

Następnie należy przygotować sześć roztworów do pomiarów przewodności, wykorzystując kolbkę miarową o pojemności 50,00 cm³ i dodając do porcji roztworu kwasów z kolby **P** odpowiednie ilości mianowanego roztworu NaOH. Zanotować objętości dodanego NaOH, przy czym V_1 , V_2 powinny być mniejsze od V_A , objętości V_3 i V_4 większe od V_A , ale mniejsze od V_B , natomiast V_5 i V_6 większe od V_B . Kolbę miarową należy uzupełnić wodą do kreski, po czym przelać roztwory do pojemników polietylenowych i zmierzyć ich przewodność.

Polecenia

- a1.** (8 m.) W karcie odpowiedzi zapisz wyniki miareczkowania zgodnie z przepisem wykonawczym oraz pomiary przewodności odpowiednio przygotowanych roztworów.
- a2.** (7 m.) Naszkicuj krzywą miareczkowania konduktometrycznego mieszaniny kwasu mocnego i słabego, zaznaczając punkty uzyskane z pomiarów przewodności i opisz przebieg poszczególnych fragmentów krzywej miareczkowania. Podaj, z czego wynikają wartości przewodności roztworów.
- a3.** (10 m.) Dla każdej pary punktów: 1 i 2, 3 i 4 oraz 5 i 6 wyprowadź równania prostych przechodzących przez dwa punkty. Znajdź punkty przecięcia prostych i objętości roztworu NaOH zużytych na zmiareczkowanie kwasu chlorowodorowego i kwasu octowego.
- b.** (8 m.) Oblicz liczbę milimoli kwasu chlorowodorowego i kwasu octowego w kolbie P na podstawie pomiarów przewodności odpowiednio przygotowanych roztworów i wyznaczonych współrzędnych punktów przecięcia prostych.
- c.** (4 m.) Określ błąd (w %) wyznaczania liczby moli każdego z kwasów na podstawie miareczkowania wobec błękitu tymolowego, w porównaniu do miareczkowania konduktometrycznego.
- d.** (9 m.) Wyznacz łączną liczbę milimoli kwasów, dysponując odczynnikami podanymi w treści zadania metodą z wizualną detekcją punktu końcowego. Uzasadnij dobór wskaźnika.
- e.** (5 m.) Naszkicuj hipotetyczną krzywą miareczkowania konduktometrycznego mieszaniny kwasu mocnego i kwasu słabego (jak w zadaniu) stosując jako titrant roztwór wody amoniakalnej o stężeniu molowym takim samym jak roztwór NaOH. Przedstaw procesy mające wpływ na zmiany przewodności roztworu w zakresie odpowiednich fragmentów krzywej. Jakie mogą być źródła błędów takiego miareczkowania?

Uwaga! Wyniki obliczeń podaj z dokładnością dwóch miejsc po przecinku.

ZADANIE LABORATORYJNE 2

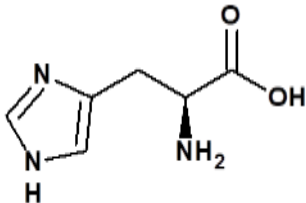
Identyfikacja związków organicznych z wykorzystaniem spektrometrii mas

W ampułkach **1 – 3** znajdują się proste związki organiczne zawierające w swej budowie pierścień aromatyczny. Ich widma mas typu ESI MS/MS, otrzymane w trybie jonów ujemnych i dodatnich przedstawione są w tabeli jako widma związków **A, B i C**.

W ampułkach **4 – 6** znajdują się 3 związki wybrane z następującej listy:

- 2-bromofenol,
- kwas salicylowy (kwas 2-hydroksybenzoesowy),
- kwas sulfanilowy (kwas 4-aminobenzenosulfonowy),
- kwas 5-sulfosalicylowy (kwas 2-hydroksy-5-sulfobenzoesowy),
- 4-nitroanilina,
- 3-nitrofenol,
- 1-nitronaftalen,
- paracetamol (*N*-(4-hydroksyfenylo)acetamid),
- salicylan metylu (2-hydroksobenzoesan metylu),
- wanilina (4-hydroksy-3-metoksybenzaldehyd).

Dla związków **D, E i F** znajdujących się w ampułkach **4 – 6** podane są widma mas typu ESI MS/MS otrzymane w trybie jonów ujemnych i dodatnich.

<u>Na swoim stanowisku masz do dyspozycji:</u>	<u>Na stanowisku zbiorczym masz do dyspozycji:</u>
Roztwór chlorku żelaza(III)	Dziesięć probówek
Roztwór azotanu(III) sodu	Sześć szpatulek
Roztwór azotanu(V) cynku	Osiem pipetek polietylenowych
Amoniakalny roztwór tlenku srebra(I)	Etanol skażony
Zakwaszony roztwór manganianu(VII) potasu	
Roztwór histydyny 	Możesz również wykorzystać roztwory z zadania 1
Łażnię wodną	

Polecenia

- a.** (24 m.) Zidentyfikuj substancje z ampulek **1, 2 i 3** (określenie położenia grup funkcyjnych nie jest wymagane w przypadku możliwości wystąpienia kilku izomerów pozycyjnych).
Uzasadnij identyfikację na podstawie przypisanych do **A, B i C** widm mas, podając **3 niezbędne i kluczowe** wnioski z nich płynące.
Określ zdolność substancji do rozpuszczania się.
Poprzyj identyfikację obserwacjami charakterystycznych reakcji (lub ich braku) przeprowadzonych z dostępnymi odczynnikami (podaj rodzaj zachodzącej reakcji i powstające produkty; równania reakcji nie są wymagane).
- b.** (22 m.) Dysponując widmami mas związków **D, E i F** dopasuj do nich związki z przedstawionej listy i uzasadnij identyfikację na podstawie tych widm podając **3 niezbędne i kluczowe** wnioski z nich płynące.
Określ zdolność substancji do rozpuszczania się.
Poprzyj identyfikację obserwacjami charakterystycznych reakcji (lub ich braku) przeprowadzonych z dostępnymi odczynnikami (podaj rodzaj zachodzącej reakcji i powstające produkty; równania reakcji nie są wymagane).
- c.** (18 m.) Na stanowisku znajduje się rysunek przedstawiający widma absorpcji 2-nitrofenolu (**X**), 4-nitrofenolu (**Y**) oraz 2,4,6-trinitrofenolu (**Z**) – odpowiednio krzywa 1, 2 i 3. Stężenie substancji w roztworach wynosiło 20 mg/dm³. Podano także widmo mieszaniny tych związków – krzywa 4. Widma wykonano w kuwetach o długości drogi optycznej 1,0 cm. Zaproponuj sposób wyznaczenia stężeń nitrofenoli w roztworze mieszaniny i oblicz te stężenia.

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 pkt. – 2×30 pkt. (51 m + 64 m.)