



Zadanie laboratoryjne (20 pkt)

Oznaczenie ilości jonów Cu(II) w próbce

Wprowadzenie

Miareczkowania są powszechnie stosowane w chemii analitycznej do oznaczania kwasów, zasad, utleniaczy, reduktorów, jonów metali, białek i wielu innych indywidualności, nazywanych analitami. Miareczkowania opierają się na reakcji między analitem a odczynnikiem zwanym titrantem.

Podczas miareczkowania wyznaczana jest najczęściej objętość titranta potrzebna do całkowitego przebiegu reakcji z analitem – na podstawie tej wielkości wykonuje się obliczenia ilości analitu.

Titrant jest roztworem o ściśle określonym stężeniu (roztwór mianowany). Titrant powinien szybko, całkowicie i selektywnie reagować z analitem co umożliwi dobre zdefiniowanie punktu końcowego. Reakcja titrant – analit musi zachodzić zgodnie ze zbilansowanym równaniem reakcji (stechiometrią reakcji).

W każdym miareczkowaniu występuje punkt chemicznej równoważności (punkt równoważnikowy, PR), gdy ilość dodanego roztworu mianowanego (titranta) jest dokładnie równoważna ilości substancji oznaczanej. W praktyce wyznacza się tzw. punkt końcowy, PK. Jest to punkt zbliżony do PR, w którym zachodzą obserwowalne zmiany fizyczne w badanej próbce. Osiągnięcie PK wskazuje najczęściej zmiana zabarwienia użytego wskaźnika.

Jedną z metod analizy objętościowej jest metoda redoksometryczna (oznaczenia oparte na reakcjach redoks). Redoksometria dzieli się na:

- **oksydymetrię**, gdzie titrantem jest utleniacz, np. manganian(VII) potasu (manganometria), dichromian(VI) potasu (chromianometria), bromian(V) potasu (bromianometria) oraz
- **reduktometrię** gdzie titrantem jest reduktor. Do najczęściej stosowanych metod reduktometrycznych należy zaliczyć jodometrię. Metoda ta polega na dodaniu do roztworu utleniacza nadmiaru jodku potasu. Wydzieloną w wyniku reakcji stechiometryczną (w stosunku do oznaczanego utleniacza) ilość jodu odmiareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodu.

Przebieg miareczkowania redoksometrycznego można przedstawić graficznie wykreślając krzywą miareczkowania jako zależność potencjału układu miareczkowanego w funkcji objętości dodanego titranta: $E = f(v_{\text{titranta}})$. Współrzędne dowolnego punktu krzywej miareczkowania mogą być obliczone ze składu miareczkowanych roztworów.

W miareczkowaniach redoks często stosuje się metody instrumentalne do śledzenia zmian potencjału w trakcie oznaczenia. Można również stosować **wskaźniki redoks**. Są to odwracalne lub nieodwracalne układy sprzężone redoks, których obie formy (utleniona i zredukowana) są inaczej zabarwione. Każdy z takich układów ma potencjał formalny, który ogranicza obszary istnienia obu form - poniżej wartości tego potencjału przeważa zabarwienie formy zredukowanej.

Przykładami wskaźników redoks są: difenylamina (bezbarwna/fioletowa), ferroina (czerwona/niebieska). W manganometrii sam jon manganianu(VII) jest wskaźnikiem – niewielki jego nadmiar względem reduktora zabarwia roztwór miareczkowany na różowo.

Miareczkowania, w których substratem lub produktem jest wolny jod (I_2), prowadzi się wobec skrobi jako wskaźnika. Skrobia tworzy z I_2 addycyjny związek o intensywnym granatowym zabarwieniu.

Dzięki dużej czułości tego wskaźnika jodometria jest jednym z najbardziej precyzyjnych oznaczeń.

Zadanie składa się z dwóch części:

1. **W pierwszej części** należy wyznaczyć stężenie roztworu tiosiarczanu sodu, znajdującego się w zestawie laboratoryjnym. Stężenie roztworu tiosiarczanu określa się na podstawie miareczkowania jodu wydzielonego w reakcji między jonami jodkowymi i jonami dichromianu(VI).
2. **W drugiej części zadania**, należy wyznaczyć ilość jonów miedzi(II) (próbka kontrolna). Ilość jonów Cu(II) określa się na podstawie miareczkowania jodu wydzielonego w reakcji między jonami jodkowymi i Cu^{2+} .

Na każdym stanowisku laboratoryjnym znajduje się następujące wyposażenie:

Sprzęt:	Odczynniki:
<ul style="list-style-type: none"> - 2 kolby stożkowe (ze szlifowanym korkiem) o pojemności 250 cm^3 - 2 cylindry o pojemności 100 cm^3 - 2 cylindry o pojemności 10 cm^3 - pipeta o pojemności 20 cm^3 - pipeta o pojemności 5 cm^3 - biureta o pojemności 25 cm^3 - tryskawka z wodą destylowaną - gruszka i stoper 	<ul style="list-style-type: none"> - kolba z roztworem tiosiarczanu sodu o nieznanym stężeniu - kolba miarowa o pojemności 100 cm^3 z próbką jonów Cu(II) (próbka kontrolna) - dichromian(VI) potasu (roztwór o stężeniu $0,0500\text{ mol/dm}^3$) - 30% wodny roztwór jodku potasu,

Na stanowisku zbiorczym (jeden zestaw na 2 uczestników) znajdują się odczynniki:

- kwas siarkowy(VI) (roztwór o stężeniu $0,5\text{ mol/dm}^3$)
- skrobia (roztwór)

Sposób wykonania oznaczeń

1. Wyznaczanie stężenia roztworu tiosiarczanu sodu

Do kolby stożkowej (ze szlifowanym korkiem) o pojemności 250 cm^3 dodać cylindrem: 75 cm^3 wody destylowanej, 3 cm^3 roztworu jodku potasu, 25 cm^3 roztworu H_2SO_4 o stęż. $0,5\text{ mol/dm}^3$ i

odpipetować 5 cm^3 roztworu dichromianu(VI) potasu o stęż. $0,0500\text{ mol/dm}^3$. Zamknąć kolbę korkiem, roztwór zamieszać i odstawić w ciemne miejsce (do szafki w stole laboratoryjnym) na około 10 min. W oczekiwaniu na zakończenie reakcji biuretę należy przepłukać roztworem tiosiarczanu.

Po około 10 minutach otworzyć kolbę, w której wydzielił się jod, splukać (nad kolbą) korek wodą destylowaną i odmiareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu. Gdy brunatna barwa jodu zniknie niemal całkowicie, dodać około 2 cm^3 (cylinder miarowy) roztworu skrobi.

Zabarwienie roztworu zmienia się pod koniec miareczkowania z **ciemnogramatowego** na **jasnozielone**. Odczytać na biurecie objętość zużytego tiosiarczanu sodu (dane zamieścić w arkuszu odpowiedzi.)

Pierwszą analizę można potraktować, jako testową, po czym należy wykonać **trzy oznaczenia**. Po każdym miareczkowaniu, wylać roztwory z kolbek stożkowych do umieszczonego na stole laboratoryjnym pojemnika na zlewki, kolby stożkowe przemyć wodą wodociągową, a następnie wodą destylowaną.

2. Wyznaczenie ilości jonów Cu(II) w próbce

Próbkę jonów Cu(II) znajdującą się w kolbie o pojemności 100 cm^3 , dopełnić wodą destylowaną do kreski, zamknąć kolbę korkiem i dokładnie wymieszać. Z kolby pobrać pipetą 20 cm^3 roztworu jonów Cu(II) i przenieść do kolby stożkowej o pojemności 250 cm^3 . Za pomocą cylindra miarowego dodać $15\text{ cm}^3\text{ H}_2\text{SO}_4$ (0,5M), 3 cm^3 roztworu jodku potasu i natychmiast odmiareczkować wydzielony jod za pomocą roztworu tiosiarczanu, którego stężenie zostało poprzednio wyznaczone, dodając pod koniec miareczkowania 2 cm^3 roztworu skrobi. Miareczkowanie kończy się w chwili, gdy znika niebieska barwa kompleksu skrobia-jod i pozostaje biało-różowy osad.

Wykonać **trzy oznaczenia**. Po wykonaniu oznaczenia odczytać objętość zużytego titranta (dane zamieścić w arkuszu odpowiedzi) i wylać roztwory do pojemnika na zlewki. Po wykonaniu zadania umyć naczynia szklane i przepłukać wodą destylowaną.

Polecenia:

1. Napisz i zbilansuj równanie jonowe reakcji między jonami dichromianu(VI) i jonami jodkowymi. (2 pkt)
2. Napisz i zbilansuj równanie jonowe reakcji między jodem a jonami tiosiarczanowymi. (2 pkt)
3. Napisz i zbilansuj równanie jonowe reakcji między jonami Cu(II) i jonami jodkowymi. (2 pkt)
4. Wyznacz stężenie roztworu tiosiarczanu sodu. (7 pkt)
5. Wyznacz ilość [g] miedzi w próbce do analizy. (7 pkt)
6. Stężenia roztworów i masę miedzi należy podać z dokładnością do trzech miejsc znaczących.

Uwaga!

Oszczędnie gospodaruj roztworami.

Opis rozwiązania prowadź starannie i czytelnie. Prace nieczytelne mogą mieć obniżoną punktację!

Pamiętaj o konieczności zachowania zasad bezpieczeństwa w trakcie wykonywania analiz!

Czas trwania zawodów: 180 min

Arkusz odpowiedzi

Data:.....

.....
Nazwisko i imię zawodnika

Równania reakcji zachodzących podczas oznaczenia	Ad 1) Reakcja 1
	Ad 2) Reakcja 2
	Ad 3) Reakcja 3

A. Wyniki oznaczeń stężenia roztworu titranta (Na₂S₂O₃)		
Miareczkowanie 1	$V_{1, Na_2S_2O_3} = _ , _ _ \text{ cm}^3$	
Miareczkowanie 2	$V_{2, Na_2S_2O_3} = _ , _ _ \text{ cm}^3$	
Miareczkowanie 3	$V_{3, Na_2S_2O_3} = _ , _ _ \text{ cm}^3$	
Stężenie roztworu titranta Na₂S₂O₃ (mol/dm³)	$c_{Na_2S_2O_3} = _ , _ _ _ _ \text{ mol/dm}^3$	
B. Wyniki oznaczeń próbki wydanej do analizy (Cu²⁺)		
Miareczkowanie 1	Objętość titranta (Na ₂ S ₂ O ₃)	$V_1 = _ , _ _ \text{ cm}^3$
Miareczkowanie 2		$V_2 = _ , _ _ \text{ cm}^3$
Miareczkowanie 3		$V_3 = _ , _ _ \text{ cm}^3$
Wartość średnia zużycia titranta (cm³)		$V_{sr} = _ , _ _ \text{ cm}^3$
Zawartość miedzi [g] w wydanej próbce	$m_{Cu^{2+}} = _ , _ _ _ _ \text{ g}$	

Obliczenia	
------------	--