XIV Ogólnopolski Podkarpacki Konkurs Chemiczny – 2022/2023

ETAP III B – 01.04.2023 r. Godz. 11.00-14.00.

Zadanie laboratoryjne (20 pkt)

Miareczkowanie redoksometryczne

Wprowadzenie

Miareczkowania są powszechnie stosowane w chemii analitycznej do oznaczania kwasów, zasad, utleniaczy, reduktorów, jonów metali, białek i wielu innych indywiduów, 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, w której oznaczenia oparte na reakcjach redoks (reakcje utlenienia i redukcji). 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 (roztwór analitu) nadmiaru jodku potasu. Wydzieloną w wyniku reakcji stechiometryczną (w stosunku do oznaczanego utleniacza) ilość jodu odmiareczkowuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodu.

Przebieg miareczkowania redoksometrycznego można przedstawić graficznie wykreślając krzywą miareczkowania jako zależność potencjału układu miareczkowanego w funkcji objętości dodanego titranta: $E = f(v_{titranta})$. 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: difenyloamina (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 soli Mohra na podstawie oznaczenia manganometrycznego.
2. **Druga części zadania** to objętościowe oznaczenie nadtlenodisiarczanu dipotasu metodą miareczkową.

Na każdym stanowisku laboratoryjnym znajduje się następujące wyposażenie:

Sprzęt:	**Odczynniki:**
- *3 kolby stożkowe o pojemności 200-250 cm^3* - *2 cylindry miarowe o pojemności 10 lub 25 cm^3* - *pipeta o pojemności 20 cm^3* - *pipeta o pojemności 10 cm^3* - *biureta o pojemności 25 cm^3* - *tryskawka z wodą destylowaną* - *gruszka, zakraplacz i stoper* - *stoper*	- kolba miarowa o pojemności 200 cm^3 zawierająca wodny roztwór soli Mohra (**$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6\ H_2O$**) oznaczony literą **M**. - kolba miarowa o pojemności 100 cm^3 z roztworem nadtlenodisiarczanu dipotasu (**$K_2S_2O_8$**) (oznaczony literą **N**) - mianowany roztwór manganianu(VII) potasu (**$KMnO_4$**) o stężeniu 0,0200 mol/dm^3

Na każdym stanowisku zbiorczym (wspólnym dla dwóch uczestników) znajduje się:

- roztwór kwasu ortofosforowego(V) o stężeniu 3,7 mol/dm^3
- roztwór kwasu siarkowego(VI) o stężeniu 1 mol/dm^3

Sposób wykonania oznaczeń

Część 1. Oznaczanie stężenia soli Mohra w analizowanej próbce

Próbkę soli Mohra znajdującą się w kolbie o pojemności 200 cm^3 (**roztwór M**), dopełnić wodą destylowaną do kreski, zamknąć kolbę korkiem i dokładnie wymieszać. Z kolby pobrać pipetą 20 cm^3 roztworu jonów Fe(II) i przenieść do kolby stożkowej. Za pomocą cylindrów miarowych dodać 10 cm^3 roztworu kwasu ortofosforowego(V) oraz 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI). Spłukać ścianki kolbki stożkowej niewielką ilością wody. Następnie miareczkować próbkę mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu do pojawienia się lekko różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sekund (stoper).

Wykonać **trzy oznaczenia**. Po wykonaniu każdego 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.

Część 2. Oznaczanie zawartości nadtlenodisiarczanu dipotasu w analizowanej próbce

Próbkę nadtlenodisiarczanu(VI) dipotasu znajdującą się w kolbie o pojemności 100 cm^3, dopełnić wodą destylowaną do kreski, zamknąć kolbę korkiem i dokładnie wymieszać. Z kolby pobrać pipetą 10 cm^3 roztworu N i przenieść do kolby stożkowej. Za pomocą cylindra miarowego dodać 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI), a następnie pipetą 20 cm^3 roztworu soli Mohra oznaczonego w pkt. 1. Próbkę wymieszać i odstawić na około 5 minut. Następnie miareczkować próbkę mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu do pojawienia się lekko różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sekund (stoper).

Wykonać **trzy oznaczenia**. Po wykonaniu każdego 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 do części 1 i 2:

1. Podaj jonowy zapis równań reakcji przebiegających podczas wykonywanych oznaczeń. (**4 pkt**)
2. Określ stężenie soli Mohra (w mol/dm^3) w roztworze **M** **(8 pkt)** oraz zawartość nadtlenodisiarczanu(VI) dipotasu (w miligramach) w roztworze **N** **(8 pkt)**.

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

*Masy molowe [g/mol]: **O** - 15,999; **N** - 14,007; **H** - 1,008; **S** - 32,066; **Fe** - 55,847; **K** – 39,098*

PUNKTACJA: 2**0 pkt**

Arkusz odpowiedzi

…… Data:…….

Nazwisko i imię zawodnika

Część 1. Wyniki oznaczeń stężenia roztworu soli Mohra	
Miareczkowanie 1	**$V_{1,\ KMnO_4}$ = _ , _ _ cm^3**
Miareczkowanie 2	**$V_{2,\ KMnO_4}$= _ , _ _ cm^3**
Miareczkowanie 3	**$V_{3,\ KMnO_4}$= _ , _ _ cm^3**
Wartość średnia oznaczeń miareczkowania roztworów	**$V_{śr,\ KMnO_4}$= _, _ _ cm^3**
Równania reakcji zachodzących podczas oznaczenia	
Obliczenia	
Stężenie roztworu soli Mohra (M) (mol/dm^3)	**c_M = _ , _ _ _ _ mol/dm^3**

Część 2. Wyniki oznaczeń zawartości $K_2S_2O_8$ w próbce wydanej do analizy	
Miareczkowanie 1	**$V'_{1,\ KMnO4}$ = _ , _ _ cm^3**
Miareczkowanie 2	**$V'_{2,\ KMnO4}$= _ , _ _ cm^3**
Miareczkowanie 3	**$V'_{3,\ KMnO4}$= _ , _ _ cm^3**
Wartość średnia oznaczeń miareczkowania roztworów	**$V'_{śr,\ KMnO4}$ = _ , _ _ cm^3**
Równania reakcji zachodzących podczas oznaczenia	
Obliczenia	
Zawartość $K_2S_2O_8$ [mg] w wydanej próbce	**m_{K2S2O8} = _ _ _ _ mg**