

XXIX Konkurs Chemiczny dla Uczniów Szkół Średnich

Etap finałowy – rozwiązania

Sole przygotowane do analizy:

1	2	3	4	5	6
Na_2HPO_4	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	KH_2PO_4	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	K_2HPO_4
7	8	9	10	11	12
$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	K_2HPO_4

Przykładowe rozwiązanie zadania eksperymentalnego

1. Plan pracy:

- identyfikacja kationu w oparciu o testy jakościowe;
- miareczkowanie *pH*-metryczne roztworu próbki o znanym stężeniu masowo-objętościowym w celu ustalenia liczby kationów H^+ w cząsteczce formalnej soli oraz zawartości wody hydratacyjnej.

2. Analiza jakościowa

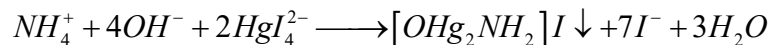
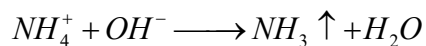
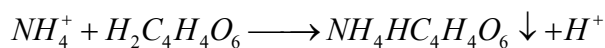
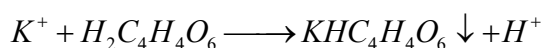
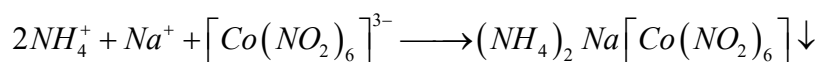
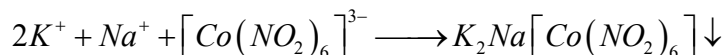
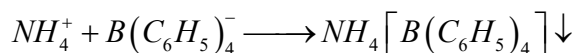
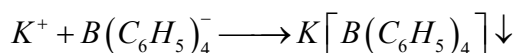
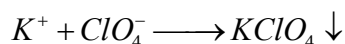
- na wadze technicznej stawiam małą zlewkę (100 ml), taruję wagę;
- w zlewce odważam 0,5-0,6 g badanej soli, do nasypywania soli używam łypatki metalowej;
- do zlewki wlewam 20 ml wody destylowanej (używam skali na zlewce), zawartość mieszam bagietką szklaną do rozpuszczenia;
- do probówek szklanych pobieram po około 0,5 ml badanego roztworu (używam pipety Pasteura) i wykonuję testy:
 - z 0,1 M roztworem $\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$ w środowisku 0,1 M HCl (roztwór zakwaszam odpowiednią objętością 1 M HCl);
 - z 15% roztworem $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ w stężonym kwasie octowym;
 - z kilkoma kroplami stężonego HClO_4 (po dodaniu odczynnika pocieram bagietką wewnętrzne ścianki probówki);
 - z 0,25 M kwasem winowym w obecności 1 M CH_3COONa (stosunek objętościowy obu reagentów wynosi $\pm 1:1$, po dodaniu odczynnika pocieram bagietką wewnętrzne ścianki probówki);
 - z odczynnikiem Nesslera;

- z 6 M roztworem NaOH (mieszaninę ogrzewam na łaźni wodnej, ewentualne wydzielanie się NH₃ stwierdzam powonieniem i testem ze zwilżonym papierkiem uniwersalnym);

- wykonuję analizę płomieniową dla próbki stałej soli, w tym celu drucik platynowy wyżarzam w płomieniu palnika do momentu, aż nie powoduje zabarwienia płomienia, zwilżam stężonym kwasem solnym i dotykam powierzchni próbki (sól umieściłem na szkiełku zegarkowym). Po ponownym umieszczeniu drutu w płomieniu obserwuję jego zabarwienie bezpośrednio i przez szkło kobaltowe.

W razie wątpliwości dotyczących przebiegu prób wykonuję reakcje testowe (próby ślepe) dla roztworów soli amonowych, sodowych i potasowych dostępnych w pracowni.

Test	Na ⁺	K ⁺	NH ₄ ⁺
analiza płomieniowa	żółty	liliowy (szkło kobaltowe)	-
B(C ₆ H ₅) ₄ ⁻	-	↓biały	↓biały
ClO ₄ ⁻	-	↓biały	-
H ₂ C ₄ H ₄ O ₆ /CH ₃ COO ⁻	-	↓biały	↓biały
[Co(NO ₂) ₆] ³⁻ /Na ⁺	-	↓żółty	↓żółty
HgI ₄ ²⁻ /OH ⁻	-	-	↓brunatnopomarańczowy
OH ⁻	-	-	↑zapach amoniaku/niebieszczenie papierka wskaźnikowego



UWAGA: Za wystarczające uznawano wykrycie jonu dwiema metodami lub, w wypadku Na⁺, wykluczenie jonów K⁺ i NH₄⁺ (po jednym teście) i potwierdzenie obecności sodu za pomocą analizy płomieniowej.

3. Analiza ilościowa

- na wadze technicznej stawiam naczynko wagowe, taruję wagę;
- do naczynka wsypuję około 2 g badanej soli;
- ważę zamknięte naczynko z substancją na wadze analitycznej (m_1);
- przesypuję (przy pomocy małego lejka) substancję do kolby miarowej 100 ml (nie wyplukuję naczynka);
- ważę ponownie zamknięte naczynko na wadze analitycznej (m_2);
- splukuję substancję z lejka do kolby, mieszam do rozpuszczenia, uzupełniam wodą destylowaną do kreski i ponownie dokładnie mieszam. Stężenie substancji wynosi $(m_1 - m_2)/100$ ml;
- do zlewki (250 ml) przepłukanej wodą destylowaną przenoszę 10 ml przygotowanego roztworu badanej substancji, używając pipety jednomiarowej (wcześniej przepłukanej odmierzanym roztworem);
- do zlewki dolewam około 100 ml wody destylowanej (używam cylindra miarowego 100 ml) i umieszczam w niej dipol magnetyczny. Zlewkę umieszczam na mieszadle magnetycznym;
- elektrodę *pH*-metryczną wyciągam z roztworu, w którym jest przechowywana i przemywam wodą destylowaną (używam tryskawki), a następnie umieszczam w zlewce z próbką. Zwracam uwagę, aby część pomiarowa i klucz elektrolityczny były zanurzone w cieczy. Włączam mieszanie i czekam na ustabilizowanie odczytu;
- na podstawie wartości zmierzonego *pH* decyduję o wyborze titranta. Przy $pH > 7$ używam HCl (anionem badanej soli jest PO_4^{3-} lub HPO_4^{2-}), zaś przy $pH < 7$ – roztworu NaOH (w skład soli wchodzi $H_2PO_4^-$);
- biuretę przemywam wodą destylowaną oraz wybranym titrantem, napełniam biuretę, zwracam uwagę na usunięcie pęcherzyka powietrza z kranu biurety, doprowadzam poziom cieczy do „0” i umieszczam nad zlewką z próbką;
- miareczkuję próbkę wybranym titrantem z krokiem 0,2 ml, czekając na ustabilizowanie odczytu *pH* po każdej porcji reagenta. Zmierzone wartości umieszczam na wykresie zależności *pH* od objętości titranta;
- myję zlewkę, optukuję elektrodę, uzupełniam titrant i powtarzam miareczkowanie dla nowej porcji próbki (wartości objętości przy których obserwuję skoki na krzywej są zbieżne z wynikami pierwszego miareczkowania o $\pm 0,1$ ml);
- na podstawie *pH* w punktach równoważnikowych miareczkowania ustaliam anion obecny w soli:

- dla PO_4^{3-} skoki występują przy 9,2 (lub 7,8 w soli amonowej – skok niewyraźny) i 4,5 jednostki;
- dla HPO_4^{2-} skok występuje przy 4,5 jednostki;
- dla $H_2PO_4^-$ skok występuje przy 9,2 jednostki.

UWAGA: $NH_4H_2PO_4$ nie wydawano jako analitu ze względu na niewyraźne skoki na krzywej.

- w oparciu o objętość i stężenie titranta obliczam stężenie molowe badanego roztworu, znając masę użytej naważki obliczam masę molową soli i jej stopień uwodnienia, np.:

Badana sól zawiera kation Na^+ .

$$m_s = m_2 - m_1 = 2,0678 \text{ g}$$

Na krzywej występuje jeden skok przy $pH = 4,8$, początkowe pH wynosi 9,3 jednostki. Badana sól to $Na_2HPO_4 \cdot nH_2O$.

Stężenie użytego titranta (HCl) wynosi 0,1018 M. Skok zarejestrowano przy 7,6 ml.

$n_{HCl} = 0,1018 \cdot 0,0076 = 0,0007737 \text{ mol}$, zatem w kolbie znajdowało się 0,007737 mol $Na_2HPO_4 \cdot nH_2O$.

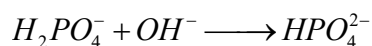
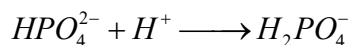
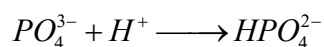
$$M = m_s/n_s = 267,26 \text{ g/mol}$$

Ponieważ $M(Na_2HPO_4) = 141,96 \text{ g/mol}$, to:

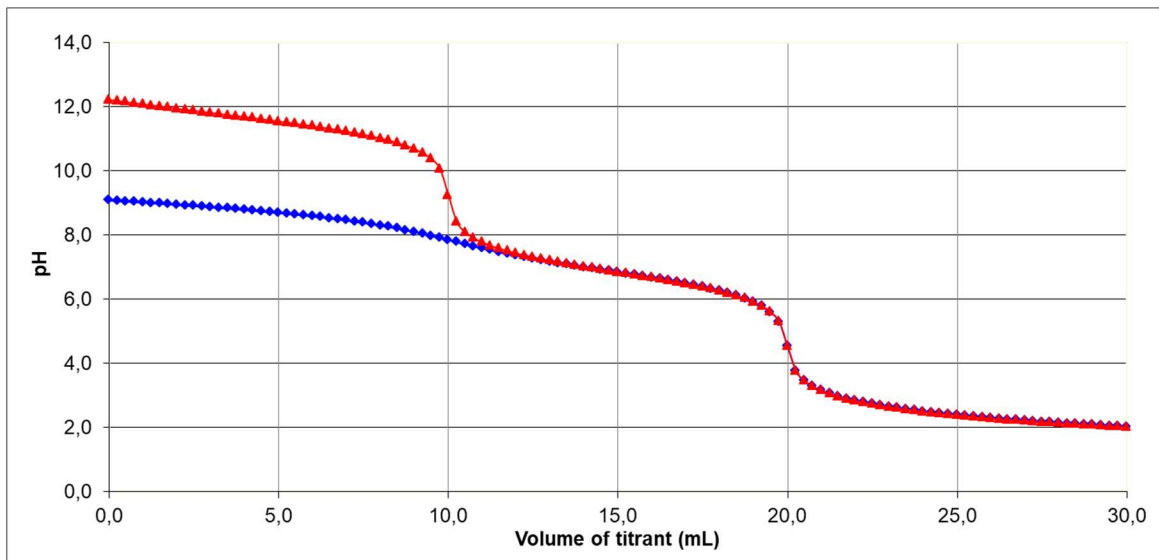
$$n(H_2O) = (267,26 - 141,96)/18 = 6,96 \approx 7$$

Wzór soli: **$Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$**

Równania reakcji

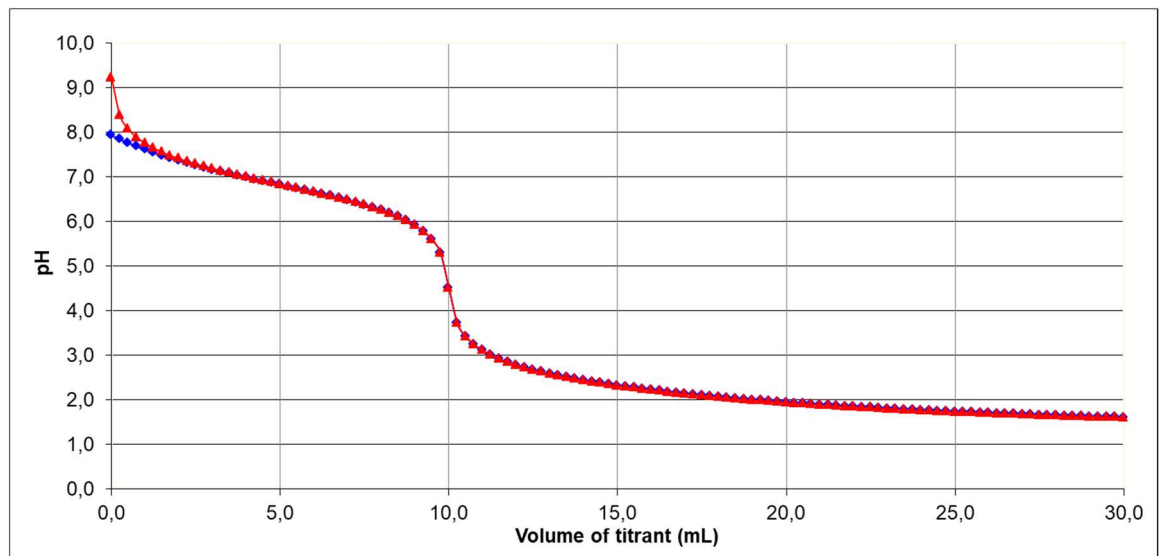


Krzywe miareczkowania



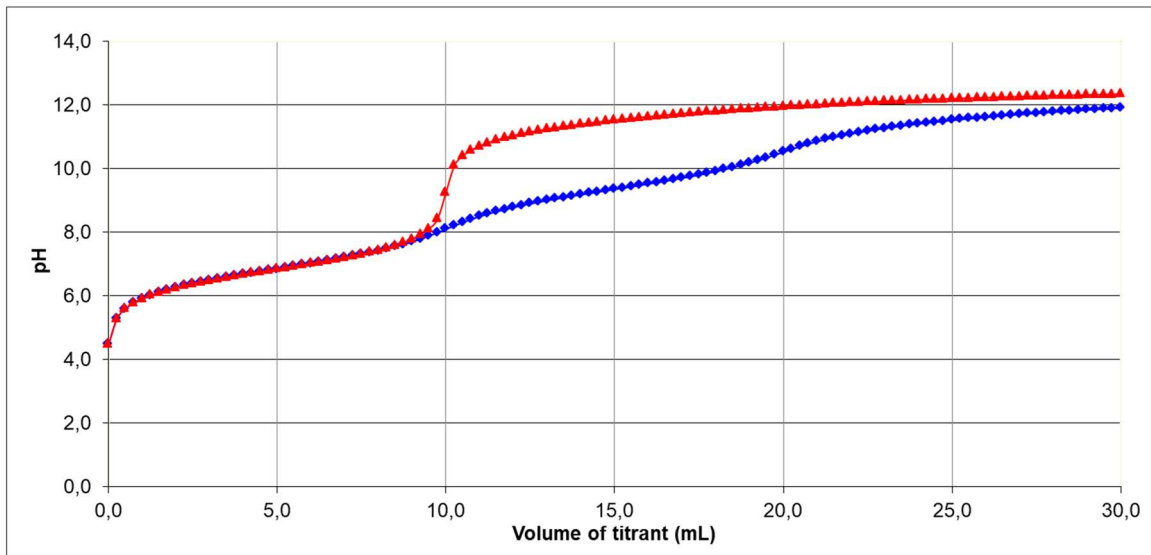
Analit: 0,1 M PO_4^{3-} lub 0,1 M PO_4^{3-} + 0,3 M NH_4^+ (10 ml)

Titrant: 0,1 M HCl



Analit: 0,1 M HPO_4^{2-} lub 0,1 M HPO_4^{2-} + 0,2 M NH_4^+ (10 ml)

Titrant: 0,1 M HCl



Analit: 0,1 M $\text{H}_2\text{PO}_4^{2-}$ lub 0,1 M $\text{H}_2\text{PO}_4^{2-}$ + 0,1 M NH_4^+ (10 ml)

Titrant: 0,1 M NaOH