

KATALITYCZNE OZNACZANIE ŚLADÓW MIEDZI

CEL ĆWICZENIA

Zapoznanie studenta z zagadnieniami katalizy homogenicznej i wykorzystanie reakcji tego typu do oznaczania śladowych ilości jonów Cu^{2+} .

Zakres obowiązującego materiału

Szybkość reakcji. Stała szybkości reakcji chemicznej. Katalizator. Energia aktywacji. Homogeniczna i heterogeniczna reakcja katalityczna. Rząd i cząsteczkowość reakcji.

Literatura

- A. Bielański, "Podstawy chemii nieorganicznej", PWN, 2009.
- L. Pajdowski, "Chemia ogólna", PWN, 1998.
- M.J. Sienko, R.A. Plane, "Chemia. Podstawy i zastosowania", WNT, 2002.

Sprzęt:

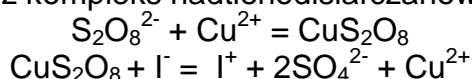
2 zlewki – 100 cm³, 250 cm³
 4 zlewki - 50 cm³
 kolba miarowa - 250 cm³
 2 cylindry miarowe - 50 cm³
 2 cylindry miarowe - 100 cm³
 2 pipety -5 cm³, 10 cm³, 25 cm³
 2 butelki z korkiem
 zestaw do sączenia pod próżnią
 naczynka wagowe
 statyw
 płyta grzejna (lub palnik)
 moździerz, stoper
 bagietki
 nasadka do pipet
 tryskawka
 waga

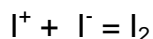
Odczynniki:

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 mol/dm³)
 skrobia (2%)
 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (0,2 mol/dm³)
 HNO_3 (rozc. 1:1)
 roztwór Cu^{2+} 8×10^{-4} mol/dm³
 (od prowadzącego ćwiczenie)
 roztwór Cu^{2+} o nieznanym stęż.
 (od prowadzącego ćwiczenie)
 KI (0,2 mol/dm³)
 gleba

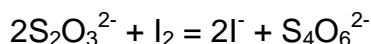
OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA

W ćwiczeniu przedstawiono jedno z wielu zastosowań reakcji katalitycznych - oznaczenie śladowych ilości jonów metali. Wykorzystywany jest tutaj fakt zmiany szybkości reakcji w zależności od stężenia katalizatora. W tym ćwiczeniu obserwujemy katalizowaną przez jon Cu^{2+} reakcję utleniania jonu jodkowego (I^-) przez kompleks nadtlenodisiarczanowy.





Do przedstawionego powyżej układu zawierającego $S_2O_8^{2-}$ i I^- wprowadza się jony $S_2O_3^{2-}$ (tiosiarczanowe), które reagują z wydzielającym się jodem cząsteczkowym:



W momencie wykorzystania całej ilości jonu tiosiarczanowego wydzielający się I_2 nie jest redukowany do jonów jodkowych (I^-) i zostaje wykryty za pomocą charakterystycznej reakcji ze skrobią (niebieskie zabarwienie roztworu). Mierzone w doświadczeniu szybkości powyższych reakcji są zależne od ilości jonów Cu^{+2} i pozwalają na wyznaczenie ich zawartości molowych w badanym roztworze.

Zadanie 1

Wyznaczanie krzywej wzorcowej

W pierwszym etapie przygotowujemy dwa roztwory podstawowe:

Roztwór nr 1

50 cm³ 0,2 mol/dm³ KI
65 cm³ 0,01 mol/dm³ Na₂S₂O₃
100 cm³ H₂O
35 cm³ 2% skrobi (świeżo przygotowanej)

Roztwór nr 2

50 cm³ 0,2 mol/dm³ (NH₄)₂S₂O₈
200 cm³ H₂O

Z otrzymanego od prowadzącego ćwiczenie standardowego roztworu Cu^{2+} o stężeniu $8 \cdot 10^{-4}$ mol/dm³ (około 30 cm³) przygotowujemy przez rozcieńczenie wodą dodatkowe roztwory tego jonu o następujących stężeniach:

- $6 \cdot 10^{-4}$ mol/dm³
- $4 \cdot 10^{-4}$ mol/dm³
- $2 \cdot 10^{-4}$ mol/dm³

Roztwór "a" otrzymujemy przez dodanie do 9 cm³ roztworu standardowego 3 cm³ wody destylowanej. Roztwór "b" otrzymujemy przez dodanie do 10 cm³ roztworu standardowego 10 cm³ wody, zaś roztwór "c" przez dwukrotne rozcieńczenie roztworu "b" (5 cm³ roztworu "b" i 5 cm³ wody).

POMIAR WSTĘPNY (przygotowanie krzywej wzorcowej)

Do wysokiej zlewki (o poj. 250 cm³) wlewamy 25 cm³ roztworu nr 1, a do drugiej zlewki (o poj. 100 cm³) 25 cm³ roztworu nr 2. Do zlewki zawierającej roztwór nr 1 dodajemy 5 cm³ standardowego roztworu Cu^{2+} o stężeniu $8 \cdot 10^{-4}$ mol/dm³ ($4 \cdot 10^{-6}$ mola Cu^{+2}). Zawartość zlewki z roztworem nr 2 dodajemy szybko do roztworu nr 1 zapisując początkowy czas reakcji (od tego momentu mieszamy reagujący układ). Notujemy czas pojawienia się niebieskiego zabarwienia, który jest czasem reakcji (t) w sekundach. Obliczamy wartość $1/t$ i nanosimy na wykres krzywej wzorcowej dla zawartości $4 \cdot 10^{-6}$ mola Cu^{+2} w badanym roztworze. Następnie wykonujemy analogiczne eksperymenty dodając zamiast roztworu standardowego kolejno po 5 cm³ roztworów: a ($3 \cdot 10^{-6}$ mola $Cu^{+2}/5$ cm³), b ($2 \cdot 10^{-6}$ mola $Cu^{+2}/5$ cm³) i c ($1 \cdot 10^{-6}$ mola $Cu^{+2}/5$ cm³). Po zanotowaniu wyników pomiarów wykreślamy krzywą wzorcową przedstawiającą zależność odwrotności czasu reakcji (t^{-1}) wyrażonego w s⁻¹ (oś x) od zawartości molowej jonów Cu^{2+} wyrażonej w molach dla badanej próbki (oś y).

Zadanie 2

Wyznaczanie zawartości molowej jonów Cu^{+2} w roztworze o nieznanym stężeniu

Doświadczenie wykonujemy według opisanej wyżej procedury (pomiar wstępny), stosując 5 cm^3 roztworu o nieznanym stężeniu jonów Cu^{+2} (otrzymanego od prowadzącego ćwiczenie). Po zmierzeniu czasu reakcji (t_x) wyznaczamy wartość $1/t_x$ i odczytujemy z krzywej wzorcowej zawartość molową jonów Cu^{2+} w analizowanej próbce.

Zadanie 3

Wyznaczanie zawartości molowej jonów Cu^{+2} w glebie

Okolo 5 g drobno utartej w moździerzu gleby wsypujemy do zlewki i zalewamy 100 cm^3 kwasu azotowego(V) rozc. (1:1). Całość gotujemy na płycie grzejnej pod dygestorium, przez 10 minut. Następnie zawartość zlewki sączymy na lejku Büchnera, a zimny przesącz wlewamy do kolby miarowej na 250 cm^3 i dopełniamy wodą destylowaną do kreski. Do analizy pobieramy 10 cm^3 tak przygotowanego roztworu i dalej postępujemy jak opisano w zadaniu 1 (pomiar wstępny). Ponieważ użyty w doświadczeniu roztwór HNO_3 (1:1) zawiera pewną ilość jonów Cu^{+2} , od otrzymanego wyniku dla badanego roztworu gleby odejmujemy ilość jonów Cu^{+2} zawartą w 100 cm^3 tego kwasu, którą oznaczymy w zad. 3.

Zadanie 4

Wyznaczanie zawartości molowej jonów Cu^{+2} w roztworze kwasu azotowego(V)

Do analizy na zawartość jonów Cu^{2+} pobieramy 5 cm^3 roztworu HNO_3 (1:1) użytego w zadaniu 2. Następnie wykonujemy czynności opisane w zadaniu 1 (pomiar wstępny). Przy pomocy krzywej wzorcowej wyznaczamy zawartości jonów Cu^{+2} w badanej próbce a następnie obliczamy jej zawartość molową w 100 cm^3 roztworu kwasu azotowego(V).

Oznaczenie to pozwala uniknąć błędu systematycznego. Jeśli kwas azotowy(V) zawiera ślady miedzi to używanie tego odczynnika wpływa na zawyżenie zawartości jonów miedzi (II) w glebie.

Zadanie 5

Wyznaczanie zawartości molowej jonów Cu^{+2} w wodzie wodociągowej

Do analizy na zawartość jonów Cu^{2+} pobieramy 10 cm^3 wody wodociągowej. Oznaczenie wykonujemy analogicznie jak w zadaniu 1 (pomiar wstępny). Uzyskany wynik przeliczamy i wyrażamy w $[\text{mg Cu}^{2+}/\text{dm}^3]$.

OBSERWACJE I WYNIKI

Zadanie 1

Standardowy roztwór Cu^{+2} : $C_{\text{Cu(II)}} = 8 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$, ($4 \cdot 10^{-6}$ mola w 5 cm^3 r-r.)
czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia)

$t_s = \dots\dots\dots$

$1/t_s = \dots\dots\dots$

Roztwór Cu^{+2} „a”: $C_{\text{Cu(II)}} = 6 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$, ($3 \cdot 10^{-6}$ mola w 5 cm^3 r-r.)
czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia)

$t_a = \dots\dots\dots$ $1/t_a = \dots\dots\dots$

Roztwór Cu^{+2} „b”: $C_{\text{Cu(II)}} = 4 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$, ($2 \cdot 10^{-6}$ mola w 5 cm^3 r-r.)
czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia)

$t_b = \dots\dots\dots$ $1/t_b = \dots\dots\dots$

Roztwór Cu^{+2} „c”: $C_{\text{Cu(II)}} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$, ($1 \cdot 10^{-6}$ mola w 5 cm^3 r-r.)
czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia)

$t_c = \dots\dots\dots$ $1/t_c = \dots\dots\dots$

Zadanie 2

Roztwór jonów Cu^{+2} o nieznanym stężeniu
czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia)

$t_x = \dots\dots\dots$ $1/t_x = \dots\dots\dots$

Zadanie 3

Czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia) dla 10 cm^3 roztworu otrzymanego z gleby

$T_g = \dots\dots\dots$ $1/t_g = \dots\dots\dots$

Zadanie 4

Czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia) dla 5 cm^3 r-r. HNO_3 (1:1)

$t_{kw} = \dots\dots\dots$ $1/t_{kw} = \dots\dots\dots$

Zadanie 5

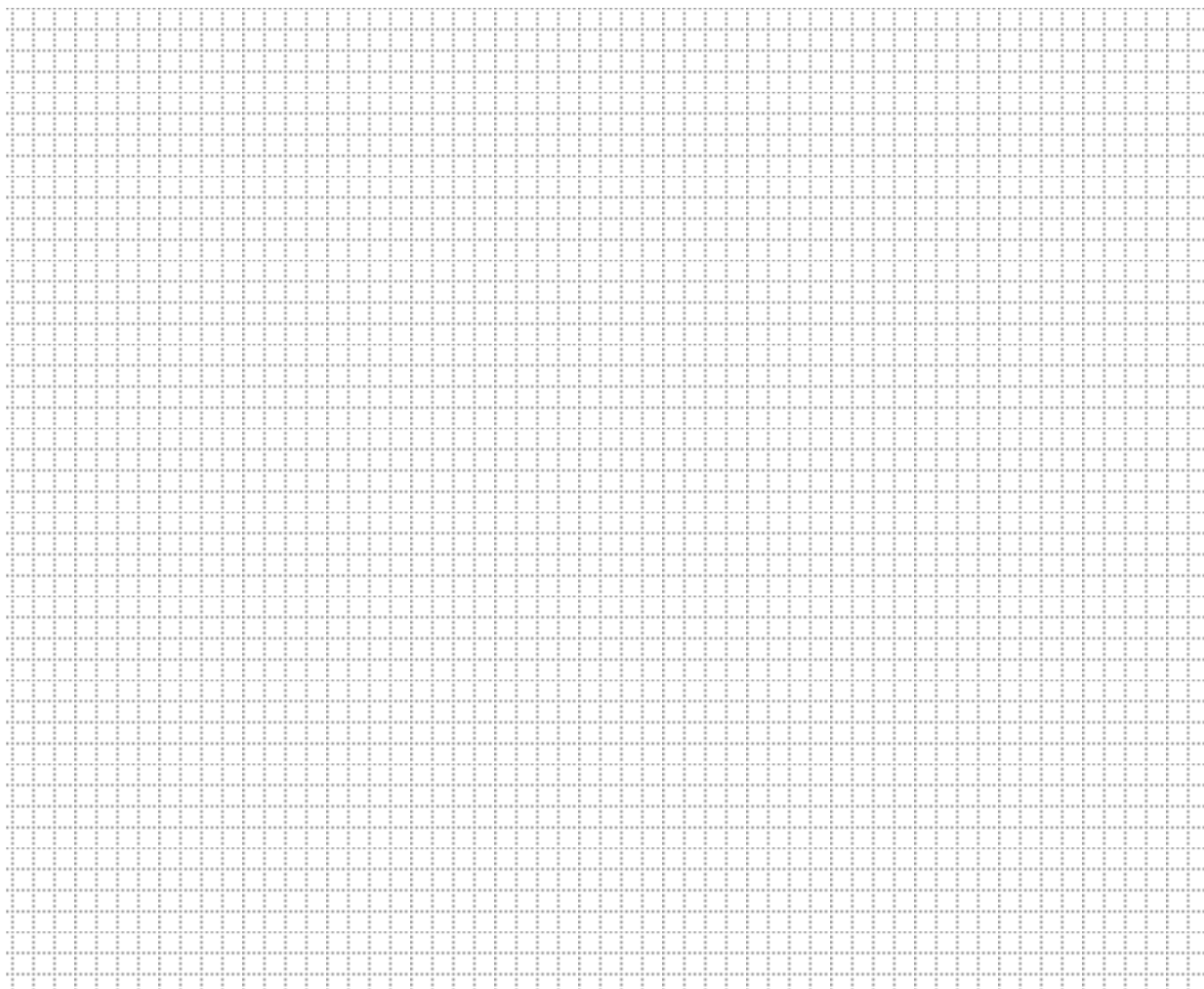
Czas reakcji (pojawienie się niebieskiego zabarwienia) dla 10 cm^3 wody wodociągowej

$t_w = \dots\dots\dots$ $1/t_w = \dots\dots\dots$

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Zadanie 1

Narysuj krzywą wzorcową przedstawiającą zależność odwrotności czasu reakcji (t^{-1}) od liczby moli jonów Cu^{+2} w roztworach badanych w zadaniu 1.



Zadanie 2

Na podstawie krzywej wzorcowej określ i zapisz zawartość molową jonów Cu^{2+} w badanej próbce roztworu otrzymanego od prowadzącego ćwiczenie. Następnie oblicz zawartość jonów Cu^{2+} dla tego roztworu w $\text{mg Cu}^{2+}/\text{dm}^3$.

Zadanie 3

Odczytaj z krzywej wzorcowej ilość moli jonów Cu^{2+} zawartych w 10 cm^3 próbki roztworu otrzymanego z gleby.

Oblicz ilość mg jonów Cu^{2+} w 5 g gleby (pamiętaj o odjęciu obliczonej w zadaniu 4 ilości jonów Cu^{+2} zawartej w 100 cm^3 r-r. HNO_3).

Zadanie 4

Odczytaj z krzywej wzorcowej zawartość molową jonów Cu^{2+} w 5 cm^3 badanej próbki kwasu azotowego(V).

Oblicz ilość mg jonów Cu^{2+} w 100 cm^3 r-r. HNO_3 użytych w zadaniu 3.

Zadanie 5

Odczytaj z krzywej wzorcowej zawartość molową jonów Cu^{2+} w badanej próbce wody wodociągowej.

Oblicz zawartość Cu^{2+} w wodzie wodociągowej (w $\text{mg Cu}^{2+}/\text{dm}^3$).

Ocena za kolokwium

Ocena za raport

Ocena za wykonanie ćwiczenia

Podpis prowadzącego