

Załącznik 1

Przykładowe sprawozdanie z ćwiczeń z rozdziałów 4.1.– 4.11.

Temat: Termiczny rozkład soli

Cel ćwiczenia: Obserwacja reakcji analizy na przykładzie termicznego rozkładu soli.

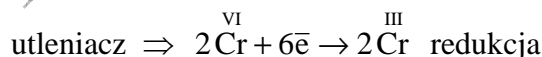
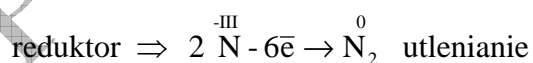
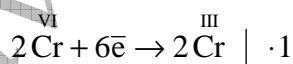
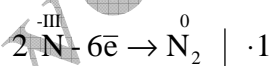
Wykonanie ćwiczenia:

W probówce umieszczono niewielką ilość (na wysokość ok. 0,5 cm od dna probówki) krystalicznego dichromianu(VI) amonu o barwie pomarańczowej. Probówkę ogrzewano ostrożnie za pomocą mikropalnika. Zaprzesztano ogrzewania, gdy reakcja zaczęła wyraźnie zachodzić (widoczne czerwone iskry i słyszalne syczenie).

Obserwacje:

Osad w probówce, który początkowo był pomarańczowy, w trakcie reakcji wyraźnie się rozgrzał (widoczne iskry). Po zakończeniu reakcji osadu było zauważalnie więcej, a jego barwa zmieniła się na ciemnozieloną. W górnej części probówki na ściance widoczne były kropelki bezbarwnej cieczy (najprawdopodobniej jest to woda).

Równanie zachodzącej reakcji:



Powstałe produkty to tlenek chromu(III), azot i woda

Wnioski:

Obserwowana reakcja jest reakcją analizy – sól (substancja bardziej złożona) rozpada się na tlenek metalu, azot (pierwiastek) i wodę (czyli substancje prostsze), z jednego substratu powstają trzy produkty. Powstały tlenek chromu(III) ma właściwości fizyczne różne od wyjściowej soli – inną barwę i większą objętość. Dowodem na wydzielanie się wody są kropelki na chłodniejszych ściankach probówki.

Załącznik 2

Przykładowe sprawozdanie z ćwiczenia z rozdziału 4.12.

Temat: Analiza jakościowa soli

Cel ćwiczenia: Wykonanie reakcji charakterystycznych wybranej soli.

Wykonanie ćwiczenia:

Otrzymano od prowadzącego zajęcia roztwór soli – chlorku strontu. Otrzymany roztwór jest bezbarwny.

1. Wyprażony w płomieniu palnika drucik platynowy zanurzono w roztworze soli, a następnie wprowadzono do płomienia palnika.

Obserwacje:

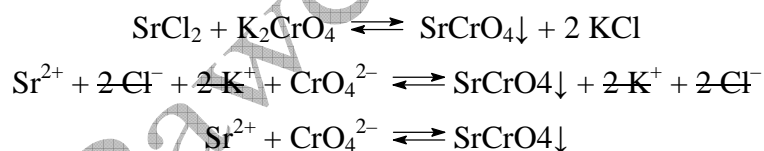
Płomień zabarwił się na czerwony kolor.

2. Ok. 1 cm³ otrzymanego roztworu przeniesiono do czystej probówki, a następnie dodano ok. 1 cm³ roztworu chromianu(VI) potasu.

Obserwacje:

Wytrącił się żółty osad.

Zachodząca reakcja:

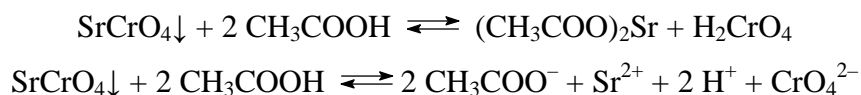


Do wytrąconego osadu dodano kwasu octowego o stężeniu 1 $\frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$.

Obserwacje:

Osad zanika.

Zachodząca reakcja:

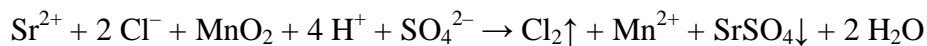
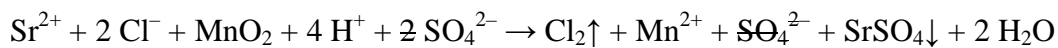
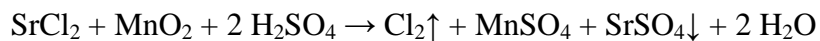


3. Ok. 1 cm³ otrzymanego roztworu przeniesiono do czystej probówki, a następnie dodano szczyptę tlenku manganu(IV). Do otrzymanej zawiesiny dodano kilka kropli stężonego kwasu siarkowego(VI) i delikatnie wstrząśnięto probówką.

Obserwacje:

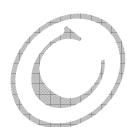
Szara zawiesina w probówce pieniała się i wyraźnie wzrastała jej temperatura. Ostrożnie powąchano wydobywający się z probówki gaz – charakterystyczny nieprzyjemny zapach chloru.

Zachodząca reakcja:



Wnioski:

Na podstawie przeprowadzonych reakcji na kation strontu i anion chlorkowy udowodniono, że otrzymana sól to chlorek strontu.



© dr Paweł Szlachetnik

Załącznik 3

Przykładowe sprawozdanie z analizy objętościowej.

Temat: Alkalimetryczne oznaczanie zawartości kwasu azotowego(V)

Cel ćwiczenia: Oznaczenie masy kwasu azotowego(V) w próbce otrzymanej do analizy poprzez miareczkowanie mianowanym roztworem wodorotlenku.

Wykonanie ćwiczenia:

Otrzymaną próbkę przeniesiono ilościowo do dokładnie wypłukanej (wodą kranową, a potem trzykrotnie destylowaną) kolbki stożkowej o pojemności 250 cm³. Następnie dodano wody destylowanej do wysokości ok. 1,5 cm od dna kolby. Do uzyskanego bezbarwnego roztworu dodano 6 kropli roztworu błękitu bromotymolowego – roztwór w kolbce zabarwił się na kolor żółty. Próbkę miareczkowano roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 0,1034 $\frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$ (stężenie to wyznaczono poprzez mianowanie roztworu NaOH za pomocą roztworu kwasu szczawiowego), dodając go kroplami z biurety do momentu uzyskania zabarwienia zielonego. Wówczas zakończono miareczkowanie i odczytano objętość dodanego titranta – 7,85 cm³.

Obliczenia:

1. W 1000 cm³ roztworu NaOH o stężeniu 0,1043 $\frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$ znajduje się 0,1043 mola czystego chemicznie wodorotlenku, zatem w 7,85 cm³ powinno się go znaleźć:

$$\begin{array}{l} 1000 \text{ cm}^3 \text{ — } 0,1043 \text{ mola} \\ 7,85 \text{ cm}^3 \text{ — } x_1 \end{array} \Rightarrow x_1 = \frac{7,85 \cdot 0,1043}{1000} = 0,000819 \equiv 8,19 \cdot 10^{-4} \left[\frac{\text{cm}^3 \cdot \text{mol}}{\text{cm}^3} = \text{mol} \right]$$

2. Zgodnie z równaniem reakcji: $\text{NaOH} + \text{HNO}_3 \rightarrow \text{NaNO}_3 + \text{H}_2\text{O}$,



1 mol NaOH reaguje z 1 molem HNO₃, zatem $8,19 \cdot 10^{-4}$ mola zasady reaguje z $8,19 \cdot 10^{-4}$ mola kwasu azotowego(V).

3. 1 mol HNO₃ ma masę 63,02 g, zatem $8,19 \cdot 10^{-4}$ mola odpowiada

$$\begin{array}{l} 1 \text{ mol HNO}_3 \text{ — } 63,02 \text{ g} \\ 8,19 \cdot 10^{-4} \text{ mola HNO}_3 \text{ — } x_3 \end{array} \Rightarrow x_3 = \frac{8,19 \cdot 10^{-4} \cdot 63,02}{1} = 0,0516 \left[\frac{\text{mol} \cdot \text{g}}{\text{mol}} = \text{g} \right] \equiv 51,6 \text{ mg HNO}_3$$

W próbce znajdowało się 0,0516 g kwasu azotowego(V).

Uzasadnienie doboru wskaźnika – odpowiedź na pytanie dodatkowe:

W punkcie końcowym miareczkowania w roztworze znajduje się tylko azotan(V) sodu i woda. NaNO₃ jest solą mocnego kwasu i mocnej zasady, zatem nie ulega hydrolizie,

co oznacza, że roztwór w punkcie końcowym miareczkowania powinien mieć odczyn zbliżony do obojętnego. Wskaźnikiem, który zmienia barwę dla pH bliskiego 7, jest błękit bromotymolowy.

© dr Paweł Szlachcic

Załącznik 4

Przykładowe sprawozdanie z potencjometrycznych pomiarów pH roztworów.

Temat: Pomiar pH mocnych i słabych kwasów oraz soli hydrolizujących i niehydrolizujących.

Cel ćwiczenia: Wyznaczenie pH roztworów kwasów azotowego(V) i azotowego(III) oraz ich soli sodowych.

Wykonanie ćwiczenia:

Przygotowano pH-metr do pomiaru – podłączono do prądu, do pH-metru przyłączono ogniwo pomiarowe. Dokładnie wypłukano końcówkę ogniwa pomiarowego za pomocą wody destylowanej, a następnie skalibrowano pH-metr, stosując roztwory buforowe o pH 4,00, 7,00 oraz 9,00 (po każdym pomiarze wypłukano elektrodę wodą destylowaną).

Zmierzono pH roztworów kwasu azotowego(V), azotowego(III), azotanu(V) sodu i azotanu(III) sodu (wszystkie o stężeniu $0,1 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$). Wyniki zebrano w poniższej tabeli:

badany roztwór	pH obliczone	pH zmierzone
HNO ₃	1,00	1,02
HNO ₂	2,21	2,43
NaNO ₃	7,00	6,81
NaNO ₂	8,20	8,16

Wyznaczanie teoretycznych wartości pH badanych substancji:

HNO₃ – mocny kwas, zatem $\alpha = 1$, $[\text{H}_3\text{O}^+] = c_{\text{kwas}}$

$$c_{\text{kwas}} = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} = [\text{H}_3\text{O}^+]$$

$$\text{pH} = -\log [\text{H}_3\text{O}^+] = -\log 0,1 = 1,00$$

Wartość obliczona i zmierzona są zgodne w granicach błędu (3σ).

HNO₂ – słaby kwas, $K_a = 4 \cdot 10^{-4}$, $\alpha < 1$

$$\frac{c_m}{K} = 250, \text{ zatem nie można zastosować wzoru przybliżonego do policzenia } [\text{H}_3\text{O}^+]$$

$$K = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+] \cdot [\text{NO}_2^-]}{[\text{HNO}_2]} = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+]^2}{c_m - [\text{H}_3\text{O}^+]} \Rightarrow [\text{H}_3\text{O}^+]^2 + K \cdot [\text{H}_3\text{O}^+] - K \cdot c_m$$

W celu wyznaczenia wartości stężenia jonów H_3O^+ wyliczamy Δ i jeden z pierwiastków równania kwadratowego (nieujemny):

$$\Delta = b^2 - 4 \cdot a \cdot c \Rightarrow \Delta = K^2 + 4 \cdot K \cdot c_m = 1,6016 \Rightarrow \sqrt{\Delta} = 1,266 \cdot 10^{-2}$$

$$[\text{H}_3\text{O}^+] = \frac{-b + \sqrt{\Delta}}{2a} = \frac{-K + \sqrt{\Delta}}{2} = 6,13 \cdot 10^{-3}$$

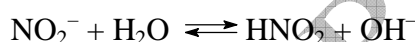
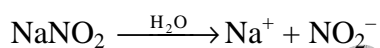
$$\text{stąd: } \text{pH} = -\log [\text{H}_3\text{O}^+] = -\log 6,13 \cdot 10^{-3} = 2,21$$

Wartość zmierzona jest większa od wartości obliczonej. Spowodowane to było prawdopodobnie częściowym rozkładem kwasu azotowego(III), który jest związkiem nietrwałym.

NaNO_3 – sól mocnego kwasu i mocnej zasady. Takie sole nie ulegają hydrolizie, zatem ich pH powinno być równe 7.

Zmierzone pH było mniejsze niż 7, było to prawdopodobnie spowodowane obecnością rozpuszczonego w wodzie tlenku węgla(IV), który obniża pH.

NaNO_2 – sól słabego kwasu i mocnej zasady. Taka sól ulega hydrolizie anionowej zgodnie z równaniem reakcji:



Stała hydrolizy z definicji jest równa:

$$K_h = \frac{K_w}{K_k} \Rightarrow K_{\text{NO}_2^-} = \frac{K_w}{K_{\text{HNO}_2}} = \frac{1 \cdot 10^{-14}}{4 \cdot 10^{-4}} = 2,5 \cdot 10^{-11}$$

$\frac{c_m}{K} = 400\,000\,000$, można stosować wzór przybliżony (analogicznie jak w przypadku słabych kwasów):

$$K_h = \frac{[\text{HNO}_2] \cdot [\text{OH}^-]}{[\text{NO}_2^-]} = \frac{[\text{OH}^-]^2}{c_m - [\text{OH}^-]} \approx \frac{[\text{OH}^-]^2}{c_m} \Rightarrow [\text{OH}^-] = \sqrt{K \cdot c_m}$$

$$[\text{OH}^-] = \sqrt{K \cdot c_m} = \sqrt{2,5 \cdot 10^{-11} \cdot 0,1} = \sqrt{2,5 \cdot 10^{-12}} = 1,58 \cdot 10^{-6}$$

$$\text{stąd: } \text{pOH} = -\log [\text{OH}^-] = -\log 1,58 \cdot 10^{-6} = 5,80 \Rightarrow \text{pH} = 14 - \text{pOH} = 8,20$$

Wartość obliczona i zmierzona są zgodne w granicach błędu (3σ).

Załącznik 5

Przykładowe sprawozdanie z konduktometrycznych pomiarów przewodnictwa roztworów.

Temat: Pomiar przewodnictwa roztworów kwasów, soli i związków organicznych.

Cel ćwiczenia:

Wyznaczenie przewodnictwa roztworów kwasów azotowego(V) i azotowego(III) oraz ich soli.

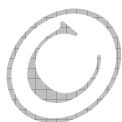
Wyznaczenie przewodnictwa roztworu słabego kwasu wieloprotonowego (kwas szczawiowy) i jego soli (wodoroszczawian sodu, szczawian sodu).

Wyznaczanie przewodnictwa wody kranowej i destylowanej oraz roztworów wodnych acetonu, gliceryny i glukozy.

Wykonanie ćwiczenia:

Do konduktometru przyłączono zespolony układ elektrod pomiarowych (tzw. „naczynko pomiarowe”), a następnie przyrząd podłączono do prądu. Dokładnie wypłukano końcówkę układu elektrod za pomocą wody destylowanej.

Zmierzone przewodnictwo roztworów kwasu azotowego(V), azotowego(III), azotanu(V) sodu i azotanu(III) sodu, a także roztworów kwasu szczawiowego, wodoroszczawianu sodu i szczawianu sodu (wszystkie roztwory o stężeniu $0,1 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$). Zmierzone również przewodnictwo wodnych roztworów acetonu, gliceryny i glukozy o stężeniach ok. 1% sporządzonych przez rozpuszczenie ok. 1 cm^3 acetonu lub gliceryny oraz ok. 1 g glukozy w 100 cm^3 wody destylowanej. Otrzymane wyniki przedstawiono w tabeli:

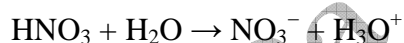


badany roztwór	przewodnictwo zmierzone
HNO ₃	41,0 mS
HNO ₂	1,22 mS
NaNO ₃	15,5 mS
NaNO ₂	16,7 mS
H ₂ C ₂ O ₄	2,35 mS
NaHC ₂ O ₄	7,70 mS
Na ₂ C ₂ O ₄	11,2 mS
woda z kranu	607 μS
woda destylowana	3,5 μS
aceton	3,7 μS
gliceryna	4,2 μS
glukoza	3,8 μS

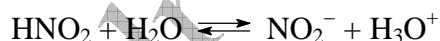
Omówienie wyników:

1. Porównanie przewodnictwa roztworów HNO₃ i HNO₂:

HNO₃ jest mocnym kwasem ($\alpha = 1$), w roztworze wodnym jest całkowicie zdysocjowany na jony:



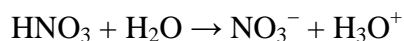
HNO₂ jest słabym kwasem, ($K_a = 4 \cdot 10^{-4}$, $\alpha < 1$) i w roztworze wodnym dysocjuje tylko częściowo, zgodnie z równaniem :



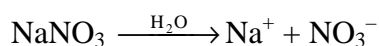
Ze względu na większą ilość jonów przewodnictwo roztworu kwasu azotowego(V) będzie zdecydowanie większe od przewodnictwa roztworu słabego kwasu azotowego(III), co potwierdzają wartości przewodnictwa zmierzone w doświadczeniu.

2. Porównanie przewodnictwa roztworów HNO₃ i NaNO₃:

HNO₃ jest mocnym kwasem ($\alpha = 1$), w roztworze wodnym jest całkowicie zdysocjowany na jony:



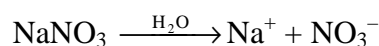
NaNO₃ jest dobrze rozpuszczalną w wodzie solą mocnego kwasu i mocnej zasady. W roztworze wodnym jest całkowicie zdysocjowana na jony, które nie ulegają hydrolizie:



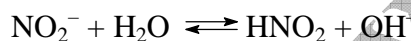
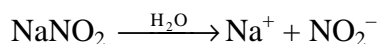
Zatem w obydwu przypadkach (roztwory o stężeniu $0,1 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$) stężenia molowe wszystkich jonów obecnych w roztworze są takie same. Ponieważ jednak przewodnictwo właściwe jonów oksoniowych jest znacznie większe od przewodnictwa kationów metali, zmierzone przewodnictwo roztworu kwasu azotowego(V) będzie większe od przewodnictwa roztworu azotanu(V) sodu, co potwierdzają wartości wyznaczone w doświadczeniu.

3. Porównanie przewodnictwa roztworów NaNO_3 i NaNO_2 :

NaNO_3 jest dobrze rozpuszczalną w wodzie solą mocnego kwasu i mocnej zasady. W roztworze wodnym sól ta jest całkowicie zdysocjowana na jony, które nie ulegają hydrolizie:



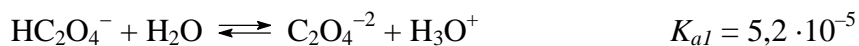
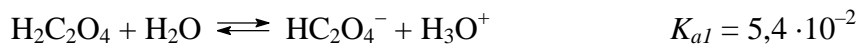
NaNO_2 jest solą słabego kwasu i mocnej zasady, która w roztworze wodnym jest całkowicie zdysocjowana na jony; jony NO_2^- pochodzące od słabego kwasu ulegają hydrolizie zgodnie z równaniem reakcji:



Stężenia jonów obecnych w obu tych roztworach (o tym samym stężeniu $0,1 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$) powinny być praktycznie identyczne, gdyż jony NO_2^- ulegają wprawdzie reakcji hydrolizy, ale każdy mol tych hydrolizujących anionów jest zastępowany molem powstających anionów OH^- i sumaryczna ilość jonów w roztworze nie ulega zmianie. Jednakże przewodnictwo właściwe jonów hydroksylowych OH^- jest większe niż przewodnictwo większości innych jonów (z wyjątkiem oksoniowych). To powoduje, że przewodnictwo roztworu azotanu(III) sodu powinno być nieznacznie większe od przewodnictwa azotanu(V) sodu, co potwierdzają wyniki doświadczenia.

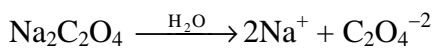
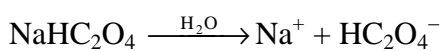
4. Porównanie przewodnictwa kwasu szczawiowego, wodoroszczawianu sodu i szczawianu sodu

$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ jest kwasem średniej mocy i w roztworze wodnym jest tylko częściowo zdysocjowany na jony:



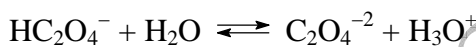
Porównanie stałych dysocjacji pierwszego i drugiego etapu dysocjacji $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ z odpowiednimi wartościami dla HNO_2 ($K_a = 4 \cdot 10^{-4}$) wskazuje, że w roztworze kwasu szczawowego jest w sumie więcej jonów niż powstaje z dysocjacji HNO_2 . Dlatego zmierzone przewodnictwo roztworu kwasu szczawowego jest wyższe od przewodnictwa wyznaczonego dla roztworu HNO_2 .

Sole: wodoroszczawian sodu i szczawian sodu w roztworze wodnym dysocjują całkowicie na jony.

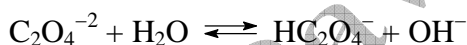


Stała pierwszego etapu dysocjacji kwasu szczawowego jest stosunkowo duża ($K_{a1} = 5,4 \cdot 10^{-2}$), więc stała hydrolizy jonów HC_2O_4^- jako równa ilorazowi $\frac{K_w}{K_a}$, jest odpowiednio

mała. Wynika stąd, że hydroliza jonów wodoroszczawianowych w roztworze zachodzi w minimalnym stopniu i można ją pominąć. Jon ten ulega dalszej dysocjacji:



Natomiast jony szczawianowe w roztworze wodnym hydrolizują zgodnie z równaniem reakcji:



Z powyższych rozważań wynika, że największe stężenie jonów występuje w roztworze szczawianu sodu (ok. $0,3 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$), mniejsze w roztworze wodoroszczawianu sodu (ok. $0,2$

$\frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$), zaś najmniejsze w częściowo zdysocjowanym kwasie szczawowym (ok. $0,05 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$). Zmierzone przewodnictwo roztworu szczawianu sodu jest rzeczywiście ok. 1,5

razy większe od przewodnictwa roztworu wodoroszczawianu sodu. Wartość przewodnictwa roztworu kwasu szczawowego jest jednak tylko ok. 3 razy mniejsza od przewodnictwa wodoroszczawianu ze względu na duże przewodnictwo właściwe jonów oksoniowych.

5. Porównanie przewodnictwa wody destylowanej i wody z kranu

Przewodnictwo wody destylowanej w warunkach bez dostępu powietrza powinno być bliskie zera. Woda wprawdzie ulega autodysocjacji, ale stężenia powstałych wówczas jonów oksoniowych i wodorotlenkowych są bardzo małe i w temperaturze 25°C wynoszą po $1 \cdot 10^{-7} \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$. W wodzie destylowanej przechowywanej na powietrzu jest zawsze

rozpuszczona pewna ilość ditlenku węgla, a więc woda ta zawiera jony wodorowęglanowe, węglanowe i oksoniowe, które zwiększają jej przewodnictwo do kilku μS (mikrosimensów).

Woda kranowa, a szczególnie woda o dużej twardości (charakterystyczna dla północnych rejonów Krakowa) zawiera pewne ilości rozpuszczonych wodorowęglanów, chlorków i siarczanów głównie sodu, wapnia i magnezu. Zatem jej przewodnictwo jest na ogół wyraźnie wyższe niż przewodnictwo wody destylowanej, co potwierdzają wyniki przeprowadzonego doświadczenia.

6. Porównanie przewodnictwa wody destylowanej i wodnych roztworów acetonu, gliceryny i glukozy.

Wszystkie trzy badane substancje doskonale rozpuszczają się w wodzie i tworzą roztwory rzeczywiste. Ponieważ jednak żadna z nich nie ulega dysocjacji jonowej, w roztworze nie pojawiają się żadne jony poza już obecnymi w wodzie destylowanej a pochodzącymi od rozpuszczonego w wodzie CO_2 . Przewodnictwo roztworów tych substancji powinno być zbliżone do przewodnictwa wody destylowanej. Potwierdzają to wyniki przeprowadzonego doświadczenia.

