

PYTANIA TEORETYCZNE

1. Podaj przykład i krótki opis (wraz z równaniami reakcji) metody kompleksometrycznej nie będącej metodą kompleksonometryczną.
2. Co to jest miareczkowanie podstawieniowe?
3. Skumulowana stała trwałości kompleksu ML_2 wynosi 200000. Ile wynosi stopniowa stała trwałości kompleksu ML jeśli stopniowa stała trwałości kompleksu ML_2 wynosi 1000.
4. Co to jest chelat wewnętrzny?
5. Jakie warunki musi spełniać prawidłowo dobrany do oznaczenia wskaźnik metalochromowy?
6. Przedyskutuj wpływ pH na trwałość kompleksów jonów metali z EDTA.
7. Przedyskutuj wpływ wartościowości jonów metalu na trwałość kompleksów z EDTA.
8. Na czym polega tzw. blokowanie wskaźnika?
9. Zapisz pełną nazwę oraz wzór strukturalny substancji określanej skrótem EDTA. Wskaż atomy mogące potencjalnie brać udział w tworzeniu wiązań koordynacyjnych pomiędzy cząsteczką EDTA a atomami metali.
10. Co to jest stała trwałości kompleksu? Napisz ogólne wyrażenie na stałą trwałości kompleksu EDTA z jonami Ca^{2+} . Który kompleks będzie trwalszy A ($p\beta = -3$), czy B ($p\beta = 3$)?
11. Przedstaw podział, opisz zasadę działania i podaj przykłady wskaźników stosowanych w kompleksometrii.
12. Scharakteryzuj krótko trzy typy miareczkowań kompleksometrycznych: bezpośrednie, podstawieniowe oraz odwrotne.
13. Co to jest chelat?
14. Omów mechanizm zmiany barwy 2,2'-dimetylonaftydyny (lub dowolnego innego wskaźnika redoks) podczas miareczkowania jonów Zn^{2+} za pomocą EDTA w obecności buforu redoks $Fe(CN)_6^{3-}/Fe(CN)_6^{4-}$.
15. Co to jest miareczkowanie odwrócone. Kiedy stosuje się tą technikę?
16. Jakie substancje wzorcowe stosuje się do nastawiania miana EDTA?
17. Oblicz położenie punktu równoważnikowego (wykładnik stężenia jonów metalu) w punkcie końcowym miareczkowania 100 ml roztworu zawierającego jony wapnia (0,1 M) za pomocą EDTA (0,1 M). $\beta = 9,5 \cdot 10^{10}$
18. Omów zasadę miareczkowania podstawieniowego? W jakich wypadkach stosuje się tą technikę?
19. Stwierdzono, iż w punkcie równoważnikowym miareczkowania pewnego kwasu jednoprotonowego za pomocą NaOH pH mieszaniny wynosiło 9,0. Co można powiedzieć o mocy badanego kwasu. Na skutek jakiego procesu pH w PR było różne od 7.

ZADANIA

1. Próbkę stopu o masie 1 g zawierającego, między innymi, glin i żelazo rozpuszczono (żelazo było obecne w roztworze w formie jonów Fe^{3+}) i uzupełniono wodą do objętości 1 dm³. Z roztworu pobrano 25 cm³ które, po ustaleniu pH, miareczkowano wobec kwasu salicylowego zużywając 20 cm³ roztworu EDTA o stężeniu 0,01 M. Następnie dodano nadmiar (50 cm³) tego samego roztworu kompleksonu, buforu, buforu redoks oraz dimetylonaftydyny, a następnie wprowadzano mianowany roztwór $ZnSO_4$ ($c = 0,01$ M). Zmiana barwy nastąpiła po dodaniu 5 cm³ titranta. Oblicz procentową zawartość glinu i żelaza w próbce, zakładając że inne jony obecne w roztworze nie przeszkadzały w oznaczeniu.

2. W celu oznaczenia zawartości siarki w węglu, próbkę o masie 1 g całkowicie spalono w tlenie, a obecną w spalinach siarkę utleniono do trójtlenku, który pochłaniano w zakwaszonym roztworze chlorku baru. Wytrącony osad siarczanu(VI) baru odsączono, przemyto i rozpuszczono w 50 cm³ roztworu EDTA (c = 0,01 M) w środowisku amoniakalnym. Nadmiar EDTA odmiareczkowano, używając 10 cm³ roztworu MgCl₂ o stężeniu 0,00587 M. Oblicz procentową zawartość siarki w analizowanym węglu.

3. Ile diwodnego wersenianu sodu należy odważyć, aby otrzymać 500 cm³ roztworu którego 1 cm³ reaguje z 0,8 mg jonów Mg²⁺?

4. W celu oznaczenia zawartości siarczków w wodzie mineralnej do próbki wody o objętości 100 cm³ dodano buforu a następnie 10 cm³ roztworu azotanu(V) miedzi(II) o stężeniu 0,01 M. Wytrącony osad siarczku miedzi(II) odsączono a nadmiar jonów miedzi(II) odmiareczkowano za pomocą roztworu EDTA o stężeniu 0,0095 M, używając 8,7 cm³ titranta. Podaj zawartość siarczków (w mg siarkowodoru na 1 dm³ wody) w badanej wodzie.

5. W obecnych czasach zapanowała ogromna moda na tzw. „zdrowy tryb życia”. Modę tą bardzo chętnie propagują producenci najróżniejszych suplementów diety, preparatów witaminowych itp. W reklamach cały czas przekonuje się nas że mamy niedobory mikro i makroelementów, które bardzo negatywnie wpłyną na nasze samopoczucie, jeżeli ich czym prędzej nie uzupełnimy jednym z reklamowanych preparatów. Najprawdopodobniej najczęściej wymienianymi w reklamach makroelementami są: wpływający na naszą koncentrację magnez i niezbędny podczas procesu tworzenia tkanki kostnej wapń. W laboratorium badającym jakość suplementów diety wprowadzanych na polski rynek oznaczano zawartość tych dwóch makroelementów w jednym z preparatów. W tym celu tabletkę o masie 500 mg wyprażono w piecu w temperaturze 800 °C, suchą pozostałość rozpuszczono w kwasie solnym, a uzyskany roztwór rozcieńczono wodą destylowaną do objętości 100 cm³. Z gotowej próbki pobrano 10 cm³, ustalono odpowiednie pH przy pomocy buforu amonowego i miareczkowano roztworem EDTA o stężeniu 0,02 M, wobec czerni eriochromowej T, używając 68,75 cm³ titranta. Następnie pobrano kolejne 10 cm³ próbki, zalkalizowano przy pomocy 20 % NaOH (d = 1,2191 g/cm³) i miareczkowano tym samym roztworem EDTA wobec mureksydu, używając 37,50 cm³ titranta. Oblicz zawartość procentową magnezu i wapnia w badanym preparacie.

6. Jednym z efektów przystąpienia Polski do Unii Europejskiej jest znaczny spadek cen używanych samochodów używanych sprowadzanych z innych krajów Wspólnoty. Wraz ze spadkiem cen zwiększyła się także dostępność wytworów przemysłu motoryzacyjnego dla tzw. „przeciętnych zjadaczy chleba” w naszym kraju. Dostępność bardzo tanich, wysłużonych aut oraz znaczny spadek cen części i akcesoriów motoryzacyjnych spowodowały szybki rozwój firm zajmujących się przeróbkami fabrycznych aut w celu podniesienia ich osiągnięć i/lub atrakcyjności wizualnej. Proces taki nazywany jest potocznie „tuningiem” (ang. *tune* – regulować, stroić). W najprostszy sposób tuning można podzielić na mechaniczny (dokonywanie przeróbek w układzie napędowym i jezdnym w celu – przynajmniej teoretycznie – podniesienia osiągnięć pojazdu) oraz optyczny (upiększanie karoserii od zewnątrz i/lub od wewnątrz w celu przekonania innych osób, że w pojeździe drzemie znacznie większy potencjał niż w rzeczywistości). Zgodnie z obowiązującymi trendami tuningu optycznego ogromną popularnością cieszą się felgi z lekkich stopów metali. W ostatnich latach te wykonane z aluminium są coraz częściej wypierane przez tzw. „felgi magnezowe”. Jednakże wbrew temu, czego można by oczekiwać po nazwie felgi magnezowe są niczym innym, jak felgami aluminiowymi z dodatkiem niewielkich ilości magnezu. W celu oznaczenia zawartości magnezu w stopie przygotowanym do wytworzenia felg rozpuszczono jego próbkę o masie 1,0000 g w kwasie azotowym i rozcieńczono wodą do objętości 100 cm³. Następnie pobrano 20 cm³, zamaskowano jony glinu dodatkiem trójetyloaminy, ustalono pH i miareczkowano roztworem EDTA wobec czerni eriochromowej T, używając 11,4 cm³ titranta. Roztwór EDTA otrzymano poprzez rozpuszczenie 2,4420 g dwuwodnego wersenianu disodowego w 500 cm³ wody destylowanej. Oblicz zawartość procentową magnezu w badanym stopie.

7. W celu oznaczenia zawartości dwutlenku węgla i jonów węglanowych obecnych w próbce wody mineralnej, do 200 cm³ cieczy dodano nadmiar roztworu wodorotlenku baru. Wytrącony osad odsączono, przemyto wodą i rozpuszczono w rozcieńczonym kwasie solnym. Oznaczenie zawartości jonów baru przeprowadzono kompleksometrycznie, miareczkując roztwór za pomocą EDTA wobec mureksydu. Aby zmiana barwy w punkcie końcowym miareczkowania była wyraźna, do roztworu wprowadzono 10 cm³ 0,01 M MgCl₂. Do związania obecnych w roztworze jonów (Mg²⁺ i Ba²⁺) zużyto 20 cm³ EDTA o stężeniu 0,021 M. Oblicz zawartość węglanów i rozpuszczonego dwutlenku węgla w badanej próbce wody – wynik wyraż w mg CO₂ w 1 dm³.

8. Oblicz masę naważki węglanu wapnia, użytego do nastawienia miana EDTA, wiedząc że do jej zmiareczkowania zużyto 22,2 cm³ titranta o stężeniu 0,011 M.

9. W celu oznaczenia zawartości jonów siarczanowych(VI) do 20 cm³ roztworu badanego dodano 20 cm³ roztworu BaCl₂ (c = 0,1 M). Osad odsączono a nadmiar jonów Ba²⁺ w przesączu odmiareczkowano za pomocą roztworu EDTA o stężeniu 0,055 M, zużywając 12,8 cm³. Oblicz stężenie molowe jonów SO₄²⁻ w próbce.

10. Oblicz stężenie molowe jonów uranylowych (UO₂²⁺) w próbce, jeśli na zmiareczkowanie 10 cm³ badanego roztworu zużyto 12,7 cm³ EDTA o stężeniu 0,067 M. Jony uranylowe tworzą z EDTA kompleks o stechiometrii 1:2 (2 cząsteczki liganda na 1 jon centralny).

11. Próbkę zawierającą Pb i Mg o pewnej masie rozpuszczono i rozcieńczono do objętości 100 cm³. Pobrano 10 cm³ tego roztworu i dodano 25 cm³ 0,1028 mol/dm³ roztworu EDTA. Nadmiar EDTA odmiareczkowano zużywając 4,9 cm³ roztworu MgSO₄ o stężeniu 0,02 mol/dm³. Następnie do próbki dodano dietylodikokarbanianu sodu w celu wytrącenia ołowiu. Wydzielone w ten sposób EDTA ponownie odmiareczkowano roztworem MgSO₄ o tym samym stężeniu, zużywając 6,2 cm³. Podaj zawartość jonów ołowiu i magnezu w próbce.

12. Oznaczanie rtęci przy pomocy miareczkowania EDTA w obecności innych metali jest trudne, a dostępne procedury – kłopotliwe. Jednakże kompleksometryczne oznaczanie jonów Hg²⁺ jest możliwe przy zastosowaniu techniki selektywnego demaskowania jonów. Aby oznaczyć zawartość rtęci w próbce rozpuszczono ją w stężonym HNO₃. Uzyskany roztwór uzupełniono do objętości 100 cm³. Pobrano 10 cm³, po czym dodano nadmiaru roztworu EDTA. Po wprowadzeniu indykatora (oranżu ksylenowego) nadmiar EDTA zobojętniono poprzez miareczkowanie 0,02 M roztworem siarczanu(VI) cynku. W celu uwolnienia jonów rtęci z kompleksu, dodano nadmiar glutationu (peptyd zawierający siarkę) a powstały EDTA ponownie odmiareczkowano za pomocą roztworu ZnSO₄ o podanym stężeniu. Oblicz zawartość rtęci w próbce, jeśli w drugim miareczkowaniu zużyto 5,42 cm³ titranta. Wynik podaj w gramach.

13. W celu oznaczenia zawartości sodu i potasu w wodzie mineralnej, z 10 cm³ badanej próbki strącono jony Na⁺ i K⁺ w formie octanu uranylowo-cynkowo-sodowego i uranylowo-cynkowo-potasowego (NaZn(UO₂)₃(CH₃COO)₉ i KZn(UO₂)₃(CH₃COO)₉). Osad rozpuszczono w wodzie destylowanej, zalkalizowano i oznaczono zawartość uwolnionych jonów cynku poprzez miareczkowanie 0,01 M roztworem EDTA wobec czerni eriochromowej T, zużywając 12,8 cm³ titranta. Kolejne 10 cm³ badanej próbki wody potraktowano nadmiarem heksanitrokokobaltanu(III) sodu, a wytrąconą sól potasową (K₂Na[Co(NO₂)₆]) odsączono i rozłożyło kwasem azotowym(V). Obecne w otrzymanym roztworze jony kobaltu oznaczano, miareczkując roztwór za pomocą EDTA (c = 0,01 M) wobec fioletu pirokatechinowego, zużywając 2,3 cm³ kompleksonu. Podaj stężenie molowe jonów sodu i potasu w próbce.

14. Do 20 cm³ amoniakalnego roztworu chlorku baru dodano nadmiar wersenianu cynku a następnie wyparte jony Zn²⁺ odmiareczkowano zużywając 22,2 cm³ EDTA (c = 0,02022 M). Oblicz stężenie molowe BaCl₂.

15. W kolbie miarowej o objętości 1 dm³ rozpuszczono 5,7324 g diwodnej soli disodowej kwasu wersenowego a następnie uzupełniono roztwór do kreski wodą destylowaną. Wydaną do analizy próbkę rozcieńczono do objętości 100 cm³, pobrano z niej 10 cm³ i miareczkowano przygotowanym wcześniej roztworem EDTA wobec czerni eriochromowej do zmiany barwy z na Zużyto średnio 28,3 cm³. Następnie kolejną próbkę o objętości 10 cm³ miareczkowano wobec mureksydu do zmiany barwy z na, zużywając 11,4 cm³. Oblicz zawartość wapnia i magnezu w analizowanym roztworze. Podaj miano EDTA.

Odpowiedzi:

1. 44,7% Fe³⁺, 48,6% Al³⁺
2. 1,4%
3. 6,1249 g
4. 5,6 mg
5. 60,1% Ca²⁺, 30,4% Mg²⁺
6. 1,8%
7. 70,4 mg/dm³
8. 0,0244 g
9. 0,0648 M

10. 0,0425 M
11. 0,2569 g Pb, 0,5708 g Mg
12. 0,2174 g
13. 4,6·10⁻³ M K⁺
14. 8,2·10⁻³ M Na⁺
15. 0,0704 g Ca²⁺, 0,0633 g Mg²⁺, miano EDTA 0,0154 M