

CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW
PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ

Ćwiczenie 7

**Wykorzystanie metod jodometrycznych do oznaczenia miedzi (II)
oraz substancji biologicznie aktywnych – kwas askorbinowy,
woda utleniona.**

Ćwiczenie obejmuje:

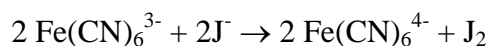
1. Oznaczenie miana roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
2. Oznaczenia miana roztworu J_2
3. Jodometryczne oznaczanie miedzi (II)
4. Jodometryczne oznaczanie wody utlenionej
5. Jodometryczne oznaczanie kwasu askorbowego

WYKONANIE ĆWICZENIA

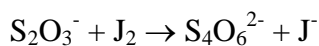
1. Mianowanie roztworu tiosiarczanu sodu.

Miano tiosiarczanu (VI) sodu można nastawić na substancję wzorcową $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Heksacyjanożelazian (III) potasu jest substancją o dużej masie cząsteczkowej, która reaguje stosunkowo powoli z jonami jodkowymi. Powstający w wyniku reakcji jod, odmiareczkowuje się roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ wobec skrobi jako wskaźnika. Reakcja jest przyspieszana gdy do roztworu dodamy soli cynku. Wówczas jony Zn^{2+} wytrącają z roztworu trudno rozpuszczalny osad z $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, zwiększając tym samym potencjał utleniający $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.



Miano roztworu jodu można oznaczyć za pomocą mianowanego roztworu tiosiarczanu (VI) sodu, pod warunkiem, że jego molowość została ustalona w okolicach kilku dni. W czasie miareczkowania zachodzi reakcja redukcji jodu do jonów jodkowych.



Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,

biureta 50 ml, statyw,

waga analityczna, waga techniczna,

cylindry miarowe 10 ml, 5 ml.

Odczynniki i roztwory:

$K_3[Fe(CN)_6]$ wysuszony,

KJ cz. d. a.,

HCl (2mol/l),

$ZnSO_4$ cz.d.a. (roztwór 30%),

roztwór tiosiarczanu (~0.1 mol/l),

wskaźnik skrobiowy.

Opis mianowania roztworu $Na_2S_2O_3$ (0.1mol/L) na heksacyjanożelazian (III) potasu

1. Na wadze analitycznej odważyć ok. 1.1 -1.29 g $K_3[Fe(CN)_6]$ wysuszonego w temperaturze 383K.
2. Odważkę rozpuścić w 40 cm³ wody i dodać 2 g KJ (odważonego na wadze technicznej) oraz 4 cm³ 2 mol/l HCl.
3. Po minucie dodać 10 cm³ 30% $ZnSO_4$.
4. Miareczkować roztworem $Na_2S_2O_3$ do słomkowego zabarwienia.
5. Następnie dodać 3 cm³ skrobi.
6. Miareczkować do zaniku niebieskiej barwy wskaźnika skrobiowego.
7. Miano tiosiarczanu sodu obliczyć wg wzoru:

$$C = \frac{m}{(V \cdot 0.3292)} \text{ mol/l}$$

gdzie: m- masa odważki $K_3[Fe(CN)_6]$ [g]

V – objętość roztworu $Na_2S_2O_3$ [ml]

0.3292 – miligramorównoważnik $K_3[Fe(CN)_6]$ [g/mmol]

8. Uzyskane wyniki należy zapisać w załączonej na końcu skryptu tabeli, a następnie dokonać oceny statystycznej uzyskanej serii pomiarowej- opracowanie grupowe wg wzoru umieszczonego na końcu skryptu.

2. Oznaczenia miana roztworu J_2

Miano roztworu jodu można nastawić na trójtlenek arsenu (As_2O_3) lub mianowany roztwór tiosiarczanu sodu.

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,

biureta 50 ml, statyw,

Odczynniki i roztwory:

roztwór jodu (~0.05 mol/l),

zmianowany roztwór tiosiarczanu (~0.1 mol/l)

wskaźnik skrobiowy,

Opis mianowania roztworu jodu (0.05 mol/l) na mianowany roztwór tiosiarczanu sodu

1. Do kolby stożkowej o pojemności 300 cm³ odmierzyć z biurety z dokładnością 0.05 cm³ porcję roztworu tiosiarczanu sodu (od 20 do 25 cm).
2. Dodać 3 cm³ roztworu wskaźnika skrobiowego, bezpośrednio przed miareczkowaniem.
3. Miareczkować próbkę roztworem J₂ do pojawienia się trwałego niebieskiego zabarwienia
4. Każdą próbkę tiosiarczanu sodu przygotować bezpośrednio przed wykonaniem miareczkowania
5. Miano roztworu J₂ obliczyć wg wzoru:

$$C = \frac{V_1 \cdot C_1}{2V_2} [\text{mol/l}]$$

gdzie: V₁ – objętość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu [ml]

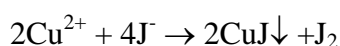
C₁ – miano roztworu tiosiarczanu sodu [mol/l]

V₂ – objętość roztworu jodu konieczna do uzyskania PK miareczkowania [ml]

6. Uzyskane wyniki należy zapisać w załączonej na końcu skryptu tabeli, a następnie dokonać oceny statystycznej uzyskanej serii pomiarowej – wg wzoru umieszczonego na końcu skryptu.

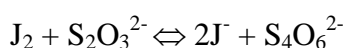
3. Jodometryczne oznaczanie miedzi

Miedź oznacza się jodometrycznie metodą pośrednią. W roztworze obojętnym lub słabo kwaśnym sole miedzi (II) utleniają jodki do wolnego jodu zgodnie z reakcją:



Na skutek tworzenia trudno rozpuszczalnego związku CuI, proces zachodzi ilościowo w prawo mimo, że potencjał utleniający układu $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+ = 0.17\text{V}$ jest mniejszy od układu $\text{J}_2/2\text{J}^- (\approx 0.58\text{V})$. Z reakcji wynika, że stężenie jonów Cu^+ w roztworze ulega znacznemu zmniejszeniu co powoduje zwiększenie potencjału utleniającego układu miedzi do wartości przewyższającej 0.58V.

Wydzielony w powyższej reakcji jod odmiareczkuje się tiosiarczanem sodu.



Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,
kolba miarowa 100 ml,
pipeta pełna 20 lub 25 ml,
pipety miarowe
cylindry miarowe,
biureta 50 ml, statyw,
waga techniczna

Odczynniki i roztwory:

Mianowany roztwór tiosiarczanu sodu (~0.1 mol/l)

KI cz. d. a.

wskaźnik skrobiowy,

CH₃COOH roztwór

NH₃ · H₂O roztwór

KSCN cz. d. a.

Opis jodometrycznego oznaczania miedzi (II)

1. Otrzymaną do analizy próbkę w kolbie miarowej 100 ml rozcieńczyć i uzupełnić do kreski wodą destylowaną, dokładnie wymieszać.
2. Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml odpipetować 20 ml roztworu i rozcieńczyć wodą do ok. 50 cm³.
3. Dodać 1 kroplę amoniaku, 4 cm³ stężonego CH₃COOH
4. Dodać 2 g KJ i odstawić próbkę na 5 min.
5. Miareczkować mianowanym roztworem Na₂S₂O₃ do jasnobłęzowej barwy.
6. Pod koniec miareczkowania dodać 3 cm³ roztworu skrobi i 1g KSCN i dalej miareczkować do bladnoróżowej barwy
7. Oznaczenie wykonać w 3 powtórzeniach.
8. Obliczyć zawartość miedzi (II) korzystając ze wzoru:

$$m = V \cdot C \cdot 0.0636 \cdot w$$

gdzie V - objętość roztworu Na₂S₂O₃ [ml]

C - miano roztworu Na₂S₂O₃ [mol/l]

0.00636 – masa milimola Cu²⁺ (g/mmol)

w - współmierność kolby do pipety

9. Wyniki oznaczenia zebrać w tabeli, której wzór przedstawiono poniżej:

Nr oznaczenia	Objętość roztworu Na ₂ S ₂ O ₃ zużyta do osiągnięcia PK	Miano roztworu Na ₂ S ₂ O ₃	Masa Cu ²⁺ m [g]	Średnia masa Cu ²⁺ m* [g]
1				
2				
3				

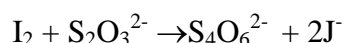
* Średnia masa miedzi (II) po odrzuceniu wyników wątpliwych

10. Jako wynik analizy przedstawić średnią arytmetyczną 3 wyników, jeśli różnica pomiędzy nimi nie przekracza 0.5 %.

11. W przypadku wyniku wątpliwego, wynik należy odrzucić i wykonać kolejne oznaczenie

4. Jodometryczne oznaczanie wody utlenionej

W metodzie jodometrycznej nadtlenek wodoru pełni funkcję utleniacza. Reaguje w środowisku kwaśnym z jonami jodkowymi utleniając je do wolnego jodu a sam redukuje się do wody. Wydzielony jod odmiareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego.



Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,
kolba miarowa 100 ml,
pipeta pełna 20 lub 25 ml,
biureta 50 ml, statyw,
cylindry miarowe,
waga techniczna.

Odczynniki i roztwory:

KJ cz. d. a.
roztwór tiosiarczanu (~0.1 mol/l),
wskaźnik skrobiowy,
H₂SO₄ - roztwór 2 mol/l

Opis jodometrycznego oznaczania wody utlenionej

12. Otrzymaną do analizy próbkę w kolbie miarowej 100 ml rozcieńczyć i uzupełnić do kreski wodą destylowaną, dokładnie wymieszać.
13. Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml odpipetować 20 ml roztworu.
14. Dodać 10 ml H₂SO₄, 2 g KJ (kolejność dodawanych odczynników ważna!)
15. Po upływie 10 minut miareczkować mianowanym roztworem Na₂S₂O₃ do pojawienia jasnożółtej barwy roztworu.
16. Dodać 1 ml skrobi i miareczkować dalej do zaniku niebieskiej barwy roztworu.
17. Oznaczenie wykonać w 3 powtórzeniach.
18. Obliczyć zawartość wody utlenionej korzystając ze wzoru:

$$m = V \cdot C \cdot 0.01701 \cdot w$$

gdzie V - objętość roztworu Na₂S₂O₃ [ml]

C - miano roztworu Na₂S₂O₃ [mol/l]

0.01701 – masa milimola H₂O₂ (g/mmol)

w - współmierność kolby do pipety

19. Wyniki oznaczenia zebrać w tabeli, której wzór przedstawiono poniżej:

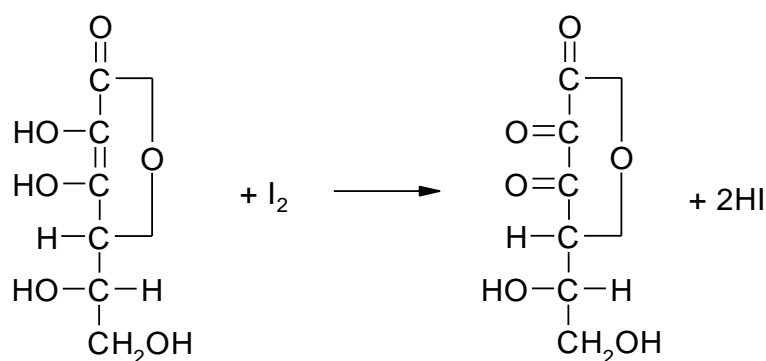
Nr oznaczenia	Objętość roztworu Na ₂ S ₂ O ₃ zużyta do osiągnięcia PK	Miano roztworu Na ₂ S ₂ O ₃	Masa H ₂ O ₂ m [g]	Średnia masa H ₂ O ₂ m* [g]
1				
2				
3				

* Średnia masa wody utlenionej po odrzuceniu wyników wątpliwych

20. Jako wynik analizy przedstawić średnią arytmetyczną 3 wyników, jeśli różnica pomiędzy nimi nie przekracza 0.5 %.
21. W przypadku wyniku wątpliwego, wynik należy odrzucić i wykonać kolejne oznaczenie

5. Jodometryczne oznaczanie kwasu askorbowego.

Metoda jodometrycznego oznaczania kwasu askorbowego polega na reakcji utlenienia tego kwasu pod wpływem jodu do kwasu dehydroksyaskorbinowego. Oznaczenie jodometryczne wykonuje się poprzez miareczkowanie mianowanym roztworem jodu w środowisku kwaśnym. Podstawą oznaczenia jest reakcja:



Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,
kolba miarowa 100 ml,
pipeta pełna 20 lub 25 ml,
biureta 50 ml, statyw,
cylindry miarowe 10 ml,
lejek.

Odczynniki i roztwory:

KJ cz. d. a.
roztwór jodu (~0.05 mol/L),
wskaźnik skrobiowy,
H₂SO₄ - roztwór 2 mol/l.

Opis jodometrycznego oznaczania kwasu askorbowego

1. Otrzymaną odważkę próbki przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 ml i uzupełnić do kreski wodą destylowaną, analizę wymieszać aż do całkowitego rozpuszczenia się preparatu.
2. Do 3 kolb stożkowych o pojemności 300 ml odpipetować po 20 ml roztworu.
3. Do każdej kolby dodać po 100 ml wody destylowanej i 10 ml 2M kwasu siarkowego.
4. Próbkę miareczkować mianowanym roztworem jodu do momentu aż w roztworze będą utrzymywać się „brązowe plamy” pochodzące od roztworu jodu.
5. Dodać 3 ml skrobi jako wskaźnika i miareczkować dalej do uzyskania granatowej barwy roztworu.
6. Oznaczenie wykonać w 3 powtórzeniach.
7. Obliczyć zawartość kwasu askorbowego w próbce (g) korzystając ze wzoru:

$$m_{\text{kwasu}} = V \cdot c_m \cdot 0,1761 \cdot w \quad [\text{g}]$$

gdzie: V - objętość roztworu jodu [ml]

c_m - miano roztworu I₂ [mol/l]

0.1761 – masa milimola kwasu askorbowego (g/mmol)

w - współmierność kolby do pipety

8. Wyniki oznaczenia zebrać w tabeli, której wzór przedstawiono poniżej:

Nr oznaczenia	Objętość roztworu I ₂ zużyta do osiągnięcia PK miareczkowania [ml]	Miano roztworu I ₂ [mol/l]	Masa kwasu askorbowego w próbce [g]	Średnia masa kwasu askorbowego w próbce * [g]
1				
2				
3				

* Średnia masa kwasu po odrzuceniu wyników wątpliwych

9. Jako wynik analizy przedstawić średnią arytmetyczną 3 wyników, jeśli różnica pomiędzy nimi nie przekracza 0.5 %.
10. W przypadku wyniku wątpliwego, wynik należy odrzucić i wykonać kolejne oznaczenie

Grupa.....

Oznaczenie miana roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Data.....

Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [mol/l]	Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [mol/l]
	1			31	
	2			32	
	3			33	
	4			34	
	5			35	
	6			36	
	7			37	
	8			38	
	9			39	
	10			40	
	11			41	
	12			42	
	13			43	
	14			44	
	15			45	
	16			46	
	17			47	
	18			48	
	19			49	
	20			50	
	21			51	
	22			52	
	23			53	
	24			54	
	25			55	
	26			56	
	27			57	
	28			58	
	29			59	
	30			60	

Grupa.....

Oznaczenie miana roztworu J₂

Data.....

Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano J ₂ [mol/l]	Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano J ₂ [mol/l]
	1			31	
	2			32	
	3			33	
	4			34	
	5			35	
	6			36	
	7			37	
	8			38	
	9			39	
	10			40	
	11			41	
	12			42	
	13			43	
	14			44	
	15			45	
	16			46	
	17			47	
	18			48	
	19			49	
	20			50	
	21			51	
	22			52	
	23			53	
	24			54	
	25			55	
	26			56	
	27			57	
	28			58	
	29			59	
	30			60	

Ocena statystyczna serii pomiarowej oznaczania miana roztworu.....

- Wartość średniej arytmetycznej wynosi :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \dots\dots\dots$$

- Wartość mediany wynosi:

$$M = \dots\dots\dots$$

- Wartość dominanty wynosi:

$$D = \dots\dots\dots$$

- Wariancja w ocenianej serii pomiarowej wynosi:

$$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = \dots\dots\dots$$

- Odchylenie standardowe:

$$s = \sqrt{V} = \dots\dots\dots$$

- Względne odchylenie standardowe:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100\% = \dots\dots\dots$$

- Przedział ufności:

$$\bar{x} - \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s < \mu < \bar{x} + \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s$$

- Dla poziomu ufności P=95% ($\alpha=0.05$) i k=n-1

$$t = \dots\dots\dots \quad \frac{t}{\sqrt{n}} = \dots\dots\dots \quad \dots\dots < \mu < \dots\dots$$

Wartość prawdziwa miana roztworu.....zawiera się z prawdopodobieństwem 95% w przedziale:±.....