

Ćwiczenie nr 22b

PRAWO PODZIAŁU NERNSTA

I. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie współczynnika podziału jodu w układzie woda – tetrachlorek węgla i wykazanie niezależności tej wielkości od stężenia jodu w roztworze.

II. Zagadnienia wprowadzające

1. Prawo podziału Nernsta.
2. Proces ekstrakcji.

Obowiązuje znajomość części literaturowej z ćwiczenia 22a

Literatura obowiązująca:

1. E. Hecker, „*Metody podziału w laboratorium chemicznym*”, PWN, 1958.
2. R. Brdička, „*Podstawy chemii fizycznej*”, PWN, 1970.
3. J. Kroh, M. Łażniewski, „*Chemia fizyczna*”, PWZL, 1967.
4. K. Pigoń, Z. Rudziewicz, „*Chemia fizyczna*”, PWN, 1980.

IV Część doświadczalna

A. Aparatura i odczynniki

1. Aparatura:
 - rozdzielacze cylindryczne o poj. 250 cm³ – 3 szt.,
 - kolby stożkowe o poj. 200 cm³ – 6 szt.,
 - zlewka o poj 100 cm³ – 1 szt.,
 - biureta 50 cm³ – 1 szt.,
 - pipety 2, 5, 10, 25 cm³ – 1 szt.,
 - cylinder miarowy 100 cm³ – 1 szt.,
 - kolby stożkowe o poj. 100 cm³ – 3 szt.,
 - lejek – 1 szt.,
 - wytrząsarka ręczna – 1 szt.,
 - tryskawka – 1 szt.
2. Odczynniki:
 - CCl₄,
 - nasycony roztwór J₂ w CCl₄,
 - Na₂S₂O₃ 0.01 M,
 - KJ 0.1 M,
 - 1% wodny roztwór skrobi.

B. Wykonanie ćwiczenia

Współczynnik podziału wyznacza się w trzech układach, różniących się zawartością jodu. Jod wprowadza się do badanego układu w postaci nasyconego roztworu J₂ w CCl₄. Przed napełnieniem rozdzielaczy należy:

- sprawdzić czy korki w kranach pasują do danego egzemplarza rozdzielacza,
- umieścić rozdzielacze w uchwytych sprężystych stojaka w pozycji pionowej, kranem spustowym zwróconym do dołu,
- do każdego rozdzielacza wlać 100 cm³ wody destylowanej, odczekać kilka minut, po czym sprawdzić czy nie ma wycieków poprzez ewentualne nieszczelności. Jeśli rozdzielacze są szczelne to można przystąpić do wykonywania dalszych czynności.

Do poszczególnych rozdzielaczy wlać:

- Rozdzielacz 1 – 10 cm³ nasyconego roztworu J₂ w CCl₄,
- Rozdzielacz 2 – 7.5 cm³ nasyconego roztworu J₂ w CCl₄ oraz 2.5 cm³ CCl₄,
- Rozdzielacz 3 – 5.0 cm³ nasyconego roztworu J₂ w CCl₄, oraz 5 cm³ CCl₄.

Po wykonaniu tej czynności należy przenieść rozdzielacze ze stojaka do uchwytów wytrząsarki ręcznej, przy zablokowanej pozycji korby (zawleczka w otworze), zacisnąć szczęki mocujące dokręcając z wycuciem śruby w poszczególnych łapach.

Zawartość rozdzielaczy wytrząsać intensywnie przez 15 min. wykonując rytmiczne obroty korwą po 180°. Po upływie wyznaczonego czasu (15 min.) należy ponownie umieścić rozdzielacze w stojaku i pozostawić w stałej temperaturze na 30 min. Po rozwarstwieniu się cieczy wyjąć korki z rozdzielaczy, podstawić pod rozdzielacze zlewki i wypuścić warstwy wodne.

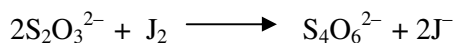
Następnie kolejno analitycznie oznaczyć stężenie jodu w warstwach wodnych i w tetrachlorku węgla. W tym celu z warstw tetrachloru węgla pobierać po 2 cm³, a z warstw wodnych po 25 cm³ roztworu. Każdą odmierzoną próbkę wlać natychmiast do kolbki stożkowej, zawierającej 10 cm³ 0.1 M KJ. Jod miareczkować mianowanym 0.01 M roztworem Na₂S₂O₃. Pod koniec miareczkowania, gdy roztwór jodu jest lekko żółty, dodać 5 cm³ roztworu skrobi i miareczkować dalej do całkowitego odbarwienia.

Miareczkowanie wykonać dla 2 próbek z każdej warstwy.

C. Opracowanie wyników i wnioski

Jodometria należy do najważniejszych metod analizy miareczkowej ze względu na szerokie zastosowania praktyczne oraz możliwość dokładnego ustalania PK miareczkowania. Oznaczenia jodometryczne można podzielić na dwie grupy. Oznaczanie substancji które można miareczkować bezpośrednio mianowanym roztworem jodu (reduktory: siarczki, siarczyny, tiosiarczany, arsen(III), cynę(II)) lub oznaczanie substancji za pomocą tiosiarczanu (utleniacze: bromiany, jodany, dwuchromiany, nadmanganiany, chlor).

Lotność jodu może być przyczyną błędów podczas oznaczeń jodometrycznych. Dlatego też, przed rozpoczęciem miareczkowania dodajemy określoną ilość jodku potasu. Jego obecność w roztworze zmniejsza lotność jodu (tworzy się nielotny kompleks KJ₃ rozpadający się przy miareczkowaniu), co zapobiega jego stratom w czasie miareczkowania. W badanych roztworach, w tetrachloru węgla i wodzie, jod występuje w postaci dwuatomowych cząsteczek. W warstwie tetrachloru węgla rozpuszczalność jodu jest znacznie większa niż w warstwie wodnej i dlatego tworzy się intensywnie zabarwiony fioletowy roztwór. W warstwie wodnej jod prawie się nie rozpuszcza, a roztwór zależnie od stężenia ma żółte lub brązowe zabarwienie. Znacznie intensywniejsze zabarwienie (koloru niebieskiego) uzyskuje się w obecności roztworu skrobi jako wskaźnika. Reakcja zachodząca podczas miareczkowania jodu mianowanym roztworem Na₂S₂O₃ przebiega w sposób następujący:



Równowagi fazowe

Na podstawie wyników miareczkowania oblicza się stężenie molowe jodu w warstwach tetrachlorku węgla c_1 i wodnych c_2 . Następnie, dla trzech badanych układów oblicza się współczynniki podziału jodu pomiędzy tetrachlorek węgla i wodę, według wzoru:

$$k = \frac{c_1}{c_2}$$

gdzie: c_1 i c_2 – stężenie molowe substancji w cieczach 1 i 2 w stanie równowagi podziału; k – stała wielkość, zwana współczynnikiem podziału.

Aby sprawdzić wpływ stężenia jodu w układzie na wartość współczynnika podziału, należy porównać trzy uzyskane doświadczalnie wartości k zawartości jodu w poszczególnych rozdzielnikach. Stosunki ilościowe jodu w trzech rozdzielnikach można wyrazić stosunkiem liczb 2 : 1.5 : 1.

Wyniki pomiarów i obliczeń zestawień w Tabeli.

Numer rozdzielnika i rodzaj warstwy	Objętość próbki cm^3	Liczba cm^3 0.01 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Stężenie jodu c [mol/dm^3]	Współczynnik podziału k

Na podstawie otrzymanych wyników napisać wnioski dotyczące podziału jodu pomiędzy dwie nie mieszające się fazy: wodną i tetrachlorku węgla.