

Úloha 7 – Spektrofotometrické stanovení součinu rozpustnosti

Úvod:

Pre nasýtený roztok málo rozpustnej látky X_xY_y platí rovnica $[X]_x \cdot [Y]_y = K_s$, kde K_s je konštanta a nazýva sa súčin rozpustnosti. Úlohou bolo stanoviť túto konštantu pre jodičnan meďnatý.

Jednotlivé roztoky sa pripravili zmiešaním roztokov CuSO_4 a HIO_3 v rôznych pomeroch.

Jodičnan meďnatý sa vyzrážal a zostávajúcu koncentráciu meďnatých iónov som po pridaní amoniaku (vzniká výrazne sfarbený komplex) stanovil spektrofotometricky.

Prebiehajúca reakcia: $\text{CuSO}_4(\text{aq}) + 2 \text{HIO}_3(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{Cu}(\text{IO}_3)_2(\text{s}) + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq})$

Absorbancia roztoku závisí lineárne na koncentrácii absorbujúcej látky ($A = \varepsilon c l$), čo umožňuje zostrojiť lineárnu kalibračnú krivku (priamku), podľa ktorej sa stanoví koncentrácia vo vzorke.

Aparatúra:

spektrofotometer s tlačiarňou, byreta 25 ml, automatická pipeta so špičkou, 9 fľaštičiek 20 ml, 5 odmerných bánk 25 ml, 4 Erlenmayerove banky 25 ml, 4 filtračné lieviky, špachtľa, 2 kyvety

Postup práce:

Zostrojenie kalibračnej krivky

Automatickou pipetou som odmeral nasledujúce množstvá zásobného roztoku modrej skalice ($c = 0,150 \text{ M}$) do 25 ml odmerných bánk A-E a doplnil vodou po rysku:

A: 0,85 ml $\rightarrow 0,0051 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$

B: 1,65 ml $\rightarrow 0,0099 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$

C: 2,50 ml $\rightarrow 0,0150 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$

D: 3,35 ml $\rightarrow 0,0201 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$

E: 4,20 ml $\rightarrow 0,0252 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$

Pripravil som si spektrofotometrické štandardy ST1 – ST5 v suchých fľaštičkách odpipetovaním 5,00 ml z každej vzorky a pridaním 1,00 ml amoniaku (výsledný roztok má teda 5/6 koncentrácie pôvodného). Zo štandardu ST5 som na spektrofotometri odmeral a vytlačil absorbčné spektrum v rozsahu 450-750 nm. Maximum absorbancie bolo v 603,0 nm. Potom som zmeral absorbancie všetkých štandardov na tejto vlnovej dĺžke vzhľadom na destilovanú vodu.

vzorka	$c \text{ (mol} \cdot \text{dm}^{-3})$	A
voda	0,00000	0,000
ST1	0,00425	0,221
ST2	0,00825	0,413
ST3	0,01250	0,628
ST4	0,01675	0,843
ST5	0,02100	1,051

Lineárnou regresiou som získal nasledujúcu závislosť absorbancie na koncentrácii:

$$A = 0,00317 + 49,99 \cdot c$$

Stanovenie súčinu rozpustnosti

Z roztokov síranu meďnatého ($c = 0,150 \text{ M}$) a kyseliny jodistej ($c = 0,320 \text{ M}$) som pomocou byrety odmeral nasledujúce množstvá do čistých suchých fľaštičiek VZ1 – VZ4:

vzorka	VZ1	VZ2	VZ3	VZ4
$V(\text{CuSO}_4) \text{ (ml)}$	5,40	5,70	6,00	6,30
$V(\text{HIO}_3) \text{ (ml)}$	6,60	6,30	6,00	5,70

Jodičnan meďnatý som nechal kryštalizovať 30 minút. Potom som vzorky prefiltraval do 25 ml Erlenmayerových bánk. Z filtrátov som odmeral 5,00 ml do suchých fľaštičiek VZ1' – VZ4' a ku každej vzorke som pridal 1,00 ml amoniaku. Zmeral som absorbancie a vypočítal koncentráciu Cu^{2+} . Potom som koncentrácie vynásobil 6/5, aby som získal koncentráciu v roztoku vzorky (bez NH_3). Z rozdielu koncentrácií meďnatých iónov pred vyzrážaním a po vyzrážaní jodičnanu meďnatého som zistil úbytok jodičnanových iónov a následne aj samotnú koncentráciu jodičnanových aniónov.

Z koncentrácie mednatých a jodičnanových iónov som vypočítal súčin rozpustnosti pre každú jednotlivú vzorku a urobil priemer.

Výsledky:

Vzorec pre výpočet koncentrácie jodičnanových aniónov (ZR je zásobný roztok príslušnej látky):

$$[\text{IO}_3^-] = \frac{[\text{IO}_3^-]_{\text{ZR}} \cdot V_{[\text{IO}_3^-]\text{-ZR}}}{V} - 2 \cdot \left(\frac{[\text{Cu}^{2+}]_{\text{ZR}} \cdot V_{[\text{Cu}^{2+}]\text{-ZR}}}{V} - [\text{Cu}^{2+}] \right) \quad K_s = [\text{Cu}^{2+}] \cdot [\text{IO}_3^-]^2$$

<i>vzorka</i>	<i>A</i>	$[\text{Cu}^{2+}]_{\text{vZ\#}}$	$[\text{Cu}^{2+}]$	$[\text{IO}_3^-]$	K_s
VZ1	0,712	0,01418	0,01702	0,07504	$9,584 \cdot 10^{-5}$
VZ2	0,850	0,01694	0,02033	0,06616	$8,899 \cdot 10^{-5}$
VZ3	1,062	0,02118	0,02542	0,06084	$9,409 \cdot 10^{-5}$
VZ4	1,084	0,02162	0,02594	0,04638	$5,580 \cdot 10^{-5}$

Poslednú hodnotu som nezapočítal do priemeru (odľahlý výsledok). Priemerná hodnota súčinu rozpustnosti je: $K_s = 9,30 \cdot 10^{-5}$; $\text{p}K_s = 4,03$.

Rozpustnosť jodičnanu mednatého v čistej vode:

$$K_s = S \cdot (2S)^2 = 4 \cdot S^3$$

$$S = \sqrt[3]{\frac{K_s}{4}} = 0,0285 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$$

Záver:

Malé odchýlky môžu byť spôsobené napríklad neúplnou ionizáciou kyseliny jodičnej alebo adsorpciou iónov na zrazenine. Veľká odchýlka poslednej vzorky bola pravdepodobne spôsobená nepozorovanou nečistotou (ktorá by mala veľký vplyv kvôli nízkym koncentráciám prítomných látok) alebo chybou automatickej pipety.