

## Równowaga chemiczna

### 3. Wykonanie pomiarów

#### 3.1. Uwagi wstępne

Uruchomienie spektrofotometru może nastąpić tylko w obecności asystenta prowadzącego ćwiczenie. Należy zachować szczególną ostrożność w pracy ze szklanymi kuwetami. Kuwety można dotykać tylko od strony matowej, aby nie powodować dodatkowej absorbcji wywołanej zanieczyszczeniami powierzchni szkła.

Pomiary absorbcji ( $A$ ) prowadzi się przy długościach fali  $\lambda = 400$  i  $405$  nm. Stosuje się kuwety z pokrywkami o grubości  $d = 1$  cm. Jako cieczy porównawczej używa się wody destylowanej.

Roztwory badane otrzymuje się przez zmieszanie równych objętości początkowego roztworu jodu w wodzie oraz kolejnych roztworów jodku potasu o różnych stężeniach. Stężenia każdego z reagentów są więc dwukrotnie mniejsze w roztworach badanych niż w roztworach początkowych.

#### 3.2. Przygotowanie roztworów jodku potasu w wodzie

Do suchej kolby stożkowej z napisem KI nalewa się roztwór jodku potasu o stężeniu  $c = 0,1$  mol·dm<sup>-3</sup>. Z tego roztworu sporządza się dalsze roztwory jodku potasu o stężeniach 0,001; 0,003; 0,004; 0,005; 0,010; 0,020 i 0,050 mol·dm<sup>-3</sup> w kolbach miarowych o pojemności **25 cm<sup>3</sup>**. Sposób postępowania jest taki, że w kolejnych kolbach umieszcza się odpowiednią, uprzednio obliczoną objętość początkowego roztworu jodku potasu, używając **pipet automatycznych**, a następnie dopełnia się kolby wodą destylowaną do kreski i starannie miesza.

#### 3.3. Przygotowanie roztworów jodu w wodzie

Do **trzech kolb miarowych** o pojemnościach **25 cm<sup>3</sup>**, oznaczonych numerami **1** i **3**, wprowadza się **pipetą automatyczną** nasycony roztwór jodu w wodzie w

ilościach wpisanych przez asystenta do *Tabeli 1 (3,5 - 6 ml)*. Każdą z kolb szybko dopełnia się wodą destylowaną do kreski i zamyka korkiem, aby jod nie ulatniał się, a następnie starannie miesza.

#### 3.4. Przygotowanie roztworów do badań spektroskopowych

Należy posługiwać się pipetami **automatycznymi**. Do ośmiu cylindrów z korkami wprowadza się kolejno po **2,5 cm<sup>3</sup>** przygotowanych roztworów o różnych stężeniach jodku potasu w wodzie. Następnie do każdego cylindra dodaje się po **2,5 cm<sup>3</sup>** roztworu nr 1 jodu w wodzie. Każdą z probówek zamyka się korkiem i roztwór starannie miesza. Drugą i **trzecią** serię roztworów przygotowuje się w analogiczny sposób, używając roztworu jodu nr 2 i 3. Przygotowane roztwory służą do pomiarów spektrofotometrycznych.

Po zakończeniu pomiarów i zaakceptowaniu wyników przez asystenta roztwory wylewa się, cylindry przemywa wodą destylowaną i pozostawia do wysuszenia. Roztwory jodu wylewa się do specjalnie oznakowanych pojemników na odpadki przeznaczone do utylizacji.

#### 3.5. Pomiary absorbancji

Asystent włącza spektrofotometr, przygotowuje go do pomiarów i udziela stosownych objaśnień. Cieczą porównawczą (odnośnik, *blank*) jest w tym ćwiczeniu woda destylowana.

Pomiary rozpoczynamy od roztworu najbardziej rozcieńczonego, przygotowanego z roztworów: jodku potasu o stężeniu 0,001 M i jodu. Przed każdym pomiarem kuwetę najpierw przepłukuje się roztworem, który zamierzamy badać (nie wodą), i dopiero nalany po raz drugi z tego samego cylindra roztwór służy do pomiarów. Kuwet nie napełnia się całkowicie, lecz zostawia niewielką przestrzeń, którą wypełnia pokrywka. Pokrywkę należy stosować przy wszystkich pomiarach, aby zapobiec wydzielaniu się par jodu. Gdyby, pomimo zachowywanych środków ostrożności, ciecz przelała się na

zewnątrz kuwety, osusza się ją kawałkiem ligniny. Napelnioną kuwetę ogląda się pod światło, kontrolując przezroczystość jej ścianek. Zauważone zanieczyszczenia (ślady linii papilarnych, zacieki) usuwa się za pomocą ligniny, lekko zwilżonej w wodzie destylowanej. Tak przygotowaną kuwetę umieszcza się w gnieździe kuwet, pamiętając o właściwym jej osadzeniu (ścianka przezroczysta musi być zwrócona w kierunku patrzącego). Kuwety są kruche i przy pracy z nimi należy zachować szczególną ostrożność.

Pomiary absorbancji wszystkich roztworów przeprowadza się dla dwóch długości fali: 400 i 405 nm. Technika pomiarów polega na zmierzeniu absorbancji w obu wymienionych zakresach dla tego samego roztworu i dopiero po tym zmienia się roztwór. Wykonuje się pomiary w **trzech seriach**, odpowiadających **trzem** stężeniom początkowym roztworów jodu, dla dwóch długości fali, czyli w sumie dokonuje się **48** odczytów absorbancji. Otrzymane wyniki zapisuje się w *Tabelach 2, 3 i 4*.

*Tabela 1*

Oznaczenie serii pomiarów	I	II	III
Liczba cm <sup>3</sup> nasyconego roztworu jodu w wodzie określona przez asystenta			
Obliczony stosunek najmniejszego stężenia jodku potasu w badanym roztworze do największego stężenia jodu w tym roztworze			

*Tabela 2 (I seria pomiarów dla 1. stężenia jodu).*

Stężenie jodku potasu w roztworze [mol/dm <sup>3</sup> ]	Absorbancja A dla długości fali	Obliczony stosunek absorbancji do stężenia KI w roztworze badanym $\frac{A}{c_{I^-}^0}$ [dm <sup>3</sup> /mol]
--	---------------------------------	---

wyjściowym	badanym	400 nm	405 nm	400 nm	405 nm
0,001					
0,003					
0,004					
0,005					
0,010					
0,020					
0,050					
0,100					

*Tabela 3* (II seria pomiarów dla 2. stężenia jodu).

***Tabela 4*** (III seria pomiarów dla 3. stężenia jodu).

Układ graficzny *Tabeli 3* i *4* jest taki sam jak *Tabeli 2*.

### 3.6. Obliczanie stosunku stężenia jodu do stężenia jodku potasu

Do wyznaczania stałej równowagi  $K_c$  nie jest potrzebna znajomość początkowego stężenia jodu w roztworze badanym (patrz wzór [16], wprowadzenie do ćwiczenia). Wiadomo jednak, że stężenie początkowe jodu w badanym roztworze musi być co najmniej pięciokrotnie niższe od początkowego stężenia jodku potasu w tym roztworze.

Przed przystąpieniem do wyznaczania stałej równowagi  $K_c$  należy sprawdzić, czy ten warunek jest spełniony. W obliczeniach należy przyjąć, że nasycony roztwór jodu w wodzie w temp. 25°C ma stężenie ok. 0,5 g/dm<sup>3</sup>, zaś masa molowa jodu wynosi 253,8 g/mol. Obliczony stosunek najniższego stężenia jodku potasu do najwyższego stężenia jodu należy wpisać do *Tabeli 1*. Roztwór/roztwory niespełniające powyższego warunku należy odrzucić (nie uwzględniać w dalszych obliczeniach).

## 4. Opracowanie wyników

Stosunek absorbancji do stężenia jodku potasu w wodzie oblicza się dla każdego badanego roztworu, a otrzymane wyniki wpisuje się do ***Tabel 2, 3 i 4***.

Na papierze milimetrowym sporządza się wykresy stosunku absorpcji do stężenia jodku potasu  $\frac{A^\lambda}{c_{I^-}^0}$  (na osi y) w zależności od absorpcji  $A^\lambda$  (oś x).

Wykresy należy narysować dla jednego stężenia początkowego jodu i obu długości fal, nanosząc dane z *Tabeli 2*, a następnie w ten sam sposób, na tym samym arkuszu papieru, dla drugiego i **trzeciego** stężenia jodu, posługując się danymi z *Tabeli 3 i 4*.

Obliczenia stałej równowagi dokonuje się analizując przebieg prostej  $y = ax + b$ , gdzie  $y = \frac{A^\lambda}{c_{I^-}^0}$ ,  $x = A^\lambda$ , zaś  $a = -K_c$ . Analizę przeprowadza się metodą najmniejszych kwadratów stosując odpowiedni program komputerowy. Wyznacza się współczynnik a, następnie zaś wartość  $K_c$  pamiętając, że  $a = -K_c$ . Postępowanie takie przeprowadza się dla każdej długości fali oddzielnie dla **trzech serii**, otrzymując w ten sposób **sześć** wartości  $K_c$ . Jeżeli wartości te będą zbliżone, należy obliczyć ich średnią arytmetyczną. Wartość tę należy podać wraz z niepewnością, wyznaczoną jako wartość bezwzględna maksymalnego odchylenia od średniej. Jeśli jedna z wartości  $K_c$  będzie zdecydowanie odbiegała od pozostałych, należy ją odrzucić i użyć do obliczeń pozostałe wyniki. Należy pamiętać, że uzyskana powyższą metodą stała równowagi jest wielkością mianowaną.