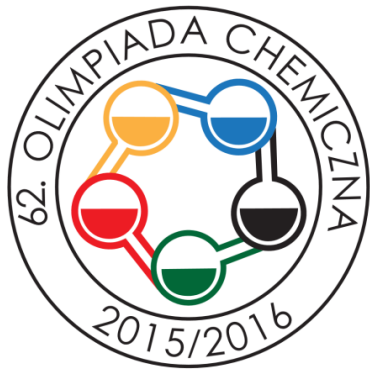




ETAP III

01.04.2016

Zadanie laboratoryjne

ZADANIE LABORATORYJNE 1

Oznaczanie żelaza i manganu w rudzie

Oznaczanie dużych ilości żelaza, z uwagi na stechiometrię reakcji, dogodnie jest wykonywać metodą manganometryczną. Potencjały standardowe układów redoks $E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^0$ i $E_{\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}}^0$ wynoszą odpowiednio 0,77 V i 1,51 V. W środowisku kwaśnym, jony żelaza(II) są utleniane przez jony manganianowe(VII). Przy oznaczaniu całkowitej zawartości żelaza, obecne w próbce jony żelaza(III) muszą być wstępnie zredukowane, najczęściej za pomocą chlorku cyny(II). Zawarte w próbce oznaczane metale dogodnie jest przeprowadzić do roztworu za pomocą kwasu chlorowodorowego. Niestety, z uwagi na to, że potencjał układu $E_{\text{Cl}_2/2\text{Cl}^-}$ wynosi 1,09 V, jony manganianowe(VII) mogą utleniać jony chlorkowe do chloru, co powodowałoby błąd oznaczania żelaza. Przeciwdziała się temu dodając do roztworu miareczkowanego mieszaninę Reinhardta-Zimmermanna.

Manganometrycznie można także oznaczać jony manganu(II), przy czym odczyn roztworu powinien być niemal obojętny. Osiąga się to zobojętniając kwaśny roztwór za pomocą tlenku cynku.

Do oznaczania kilku – kilkunastu miligramów żelaza(III), można wykorzystać selektywne miareczkowanie za pomocą mianowanego roztworu EDTA w środowisku słabo kwaśnym (pH ok. 2), wobec kwasu salicylowego jako wskaźnika.

W kolbie **A** o pojemności 100 cm³ przygotowano roztwór próbki rudy (o masie podanej na kolbie) w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu ok. 2 mol/dm³. Drugą próbkę tej samej rudy, o masie podanej na kolbie **B** (o pojemności 200 cm³), roztworzano na gorąco w stężonym kwasie chlorowodorowym z dodatkiem kwasu azotowego(V). Po ostudzeniu, wyekstrahowano żelazo(III) dwiema porcjami eteru dietylowego (objętości fazy wodnej i eterowej były identyczne). Fazę wodną, po zakończeniu ekstrakcji odparowano niemal do sucha, rozpuszczono w rozcieńczonym kwasie chlorowodorowym i przeniesiono do kolby **B**. Stężenie kwasu chlorowodorowego w kolbie **B** wynosi w przybliżeniu 0,02 mol/dm³.

Na swoim stanowisku masz do dyspozycji:

- mianowany roztwór manganianu(VII) potasu o stężeniu 0,0200 mol/dm³;
- mianowany roztwór EDTA o stężeniu 0,0100 mol/dm³;

- dwie ampułki z tlenkiem cynku;
- biuretę, pipetę o pojemności 25 cm³, dwie kolby stożkowe, mały lejek, dwie zlewki, cylinder miarowy, gruszkę gumową, bagietkę, tryskawkę z wodą destylowaną, 2% roztwór kwasu salicylowego, papierki wskaźnikowe.

Na dwóch zawodników przypada zestaw: 5% roztwór chlorku cyny(II), 2% roztwór chlorku rtęci(II), mieszanina Reinhardta-Zimmermanna (R-Z, zawierająca siarczan(VI) manganu(II), kwas fosforowy(V) i kwas siarkowy(VI)), cylinder miarowy, palnik z trójnogiem z płytką ceramiczną.

Polecenia

- (2 pkt.) Przedstaw w punktach tok analizy pozwalający na oznaczenie żelaza(III) w kolbie **A**, a także żelaza(III) i manganu(II) w kolbie **B**.
- (3 pkt.) Wyprowadź wzory na obliczenie ilości analitów wymienionych w punkcie **a**, uwzględniając stechiometrię zachodzących reakcji (podaj równania zachodzących reakcji) oraz stężenia i objętości odpowiednich roztworów.
- (18 pkt.) Oblicz masę żelaza(III) w kolbie **A** oraz masę żelaza(III) i manganu(II) w kolbie **B**. Podaj procentową zawartość żelaza (jako Fe₂O₃) oraz manganu w rudzie.
- (5 pkt.) Oblicz procent ekstrakcji (%E₍₂₎ – sumaryczny procent ekstrakcji dwukrotnej). Oblicz współczynnik podziału *D* jonów żelaza(III) podczas ekstrakcji za pomocą eteru dietylowego, stosując zapis wykorzystujący indeksy „o” – faza organiczna, „w” – faza wodna.
- (2 pkt.) Omów wpływ składników roztworu mieszaniny Reinhardta-Zimmermanna na potencjały układów redoks przy manganometrycznym oznaczaniu żelaza w środowisku kwasu chlorowodorowego

Przepis wykonawczy 1. Manganometryczne oznaczanie jonów żelaza

Odpipetować do kolby stożkowej roztwór zawierający jony żelaza i ogrzać na płytce niemal do wrzenia. Dodawać po kropli roztwór chlorku cyny(II) aż do odbarwienia roztworu. Ostudzić, dodać 3 cm³ roztworu chlorku rtęci(II). Otrzymaną białą zawiesinę (lub lekko zmętniały roztwór) przenieść ilościowo do kolby stożkowej zawierającej ok. 100 cm³ wody i 25 cm³ mieszaniny R-Z. Miareczkować zawartość kolby roztworem manganianu(VII) potasu o znanym stężeniu do pojawienia się różowego zabarwienia. Miareczkowanie powtórzyć

Przepis wykonawczy 2. Manganometryczne oznaczanie jonów manganu

Do słabo kwaśnego roztworu zawierającego jony manganu(II) dodać ok. 2 g tlenku cynku i ok 150 cm³ wody. Mieszaninę ogrzać na płytce niemal do wrzenia. Miareczkować mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu do momentu, aż roztwór nad osadem przyjmie lekko różowe zabarwienie. Miareczkowanie powtórzyć.

Uwaga! Po dodaniu porcji titranta i solidnym wymieszaniu odstawić na chwilę do opadnięcia osadu na dno kolby.

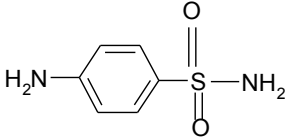
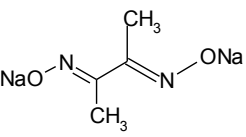
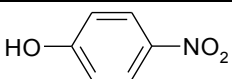
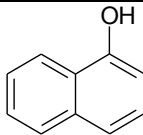
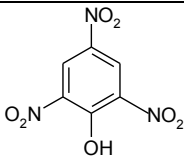
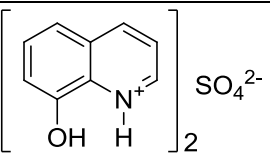
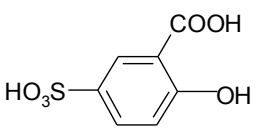
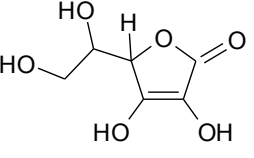
Przepis wykonawczy 3. Kompleksometryczne oznaczanie żelaza(III)

Odpipetować do kolby stożkowej porcję roztworu, dodać ok. 2 cm³ roztworu kwasu salicylowego i miareczkować mianowanym roztworem EDTA. Po zaniku fioletowego zabarwienia dodać ponownie 1 cm³ roztworu kwasu salicylowego i miareczkować do uzyskania cytrynowożółtego zabarwienia (dla niewielkich ilości żelaza roztwór jest niemal bezbarwny). Miareczkowanie powtórzyć.

ZADANIE LABORATORYJNE 2

Odczynniki organiczne w analizie jakościowej

W probówkach opisanych literami **A-H** znajdują się wodne roztwory substancji wymienionych w tabeli, w której podano także ich stężenie, wzory oraz zalecane skróty stosowane w zadaniu.

sulfanilamid, ASU , 0,5%		dimetyloglioksymian sodu, NDM , 2%	
<i>p</i> -nitrofenol, NPH , 0,5%		1-naftol, NAF , 0,5%	
kwas pikrynowy, KPI , 0,5%		siarczan 8-hydroksychinoliny, OKS , 0,5%	
Kwas sulfosalicylowy, KSU , 1%		Kwas askorbinowy, ASK , 1%	

Zakres pH, w którym ekstrahuje się kompleks żelaza(III) z 8-hydroksychinoliną to 2,8 -11,4. Ekstrakcja jonów Mn(II) zaczyna się od pH 5,9, a jonów niklu od pH 4,5.

Wykonanie zadania

Do dyspozycji masz 3 papierki wskaźnikowe, tryskawkę z wodą destylowaną, zestaw 6 pustych probówek, probówkę z korkiem, 6 pipetek polietylenowych.

Na stanowisku zbiorczym znajduje się roztwór kwasu chlorowodorowego o stężeniu 1 mol/dm³, roztwór kwasu octowego o stężeniu 1 mol/dm³, roztwór amoniaku o stężeniu 1 mol/dm³, roztwór wodorotlenku sodu o stężeniu 1 mol/dm³, 1% roztwór azotanu(III) sodu, pojemniczek zawierający cynk metaliczny (proszek) z łopatką do dozowania, chloroform.

Do identyfikacji zawartości probówek **A – H** należy użyć także roztworów z zadania 1.

Wskazówki

Kwas chlorowodorowy i azotan(III) sodu pozwolą Ci przeprowadzić reakcję diazowania, a następnie sprzęgania odpowiednich związków celem ich identyfikacji. Efekt sprzęgania łatwiej zobaczyć po alkalizacji roztworu. Związki z podstawnikami silnie elektronoakceptorowymi trudno ulegają reakcji diazowania i sprzęgania.

W uzasadnionych przypadkach stosuj rozcieńczony roztwór NaOH, np. $0,2 \text{ mol/dm}^3$.

Ekstrakcję prowadź w probówce z korkiem. Do ekstrakcji pobieraj nie więcej niż kilka kropli roztworu jonów metali. Wytrząsaj ok. jednej minuty używając $1\text{-}2 \text{ cm}^3$ chloroformu. Za pomocą pipetki rozdziel obydwie fazy.

Polecenia

- a. (2 pkt.)* Podaj w tabeli odczyn i barwę roztworów w probówkach. Zaobserwuj zmiany po dodaniu roztworu kwasu chlorowodorowego i roztworu NaOH. Zaproponuj jakie substancje mogą znajdować się w poszczególnych probówkach.
- b. (16 pkt.)* Podaj i uzasadnij rozmieszczenie substancji w probówkach **A - H** przeprowadzając odpowiednie reakcje celem identyfikacji.
- c. (6 pkt.)* Podaj, które ze zidentyfikowanych w zadaniu substancji (także po modyfikacjach), mogą ulegać reakcji diazowania i sprzęgania. Wykonaj odpowiednie próby, podaj równania reakcji.
- d. (6 pkt.)* Jak za pomocą dostępnych w zadaniu 2 odczynników, używanych w układach ekstrakcyjnych, wykryć, rozdzielić i kolorymetrycznie oznaczyć jony metali z kolby **B** zawierającej obok Fe(III) i Mn(II) także jony niklu(II), przy założeniu, że stężenie jonów metali będzie dziesięciokrotnie niższe. Wykonaj odpowiednie próby. Określ barwę roztworów. Przedstaw w tabeli tok postępowania.

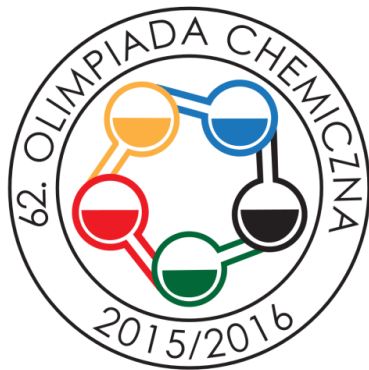
Uwaga! Obejrzyj uważnie arkusz odpowiedzi. Zaplanuj i wpisz rozwiązanie tak, by mieściło się w wyznaczonym miejscu. W razie potrzeby stosuj skróty, ich rozwinięcie podaj w odpowiednim miejscu arkusza odpowiedzi.

Gospodaruj oszczędnie roztworami, dolewki nie są możliwe.

Pamiętaj o zachowaniu zasad bezpieczeństwa podczas wykonywania analiz!

Sumaryczna punktacja za zadanie laboratoryjne – 60 pkt.

Czas wykonania zadania 300 minut.



ETAP III

01.04.2016

Rozwiązanie zadania laboratoryjnego

ROZWIĄZANIE ZADANIA 1

Ad <i>a.</i> Tok analizy	Pkt.
Jony żelaza w kolbie A można oznaczyć manganometrycznie wykorzystując przepis wykonawczy 1, biorąc do oznaczenia 25,00 cm³ roztworu. Jony żelaza(III) w kolbie B można oznaczyć kompleksometrycznie miareczkując 25,00 cm³ roztworu zgodnie z przepisem wykonawczym 3. Jony manganu(II) w kolbie B, można oznaczyć miareczkując roztworem KMnO₄, 25,00 cm³ roztworu tak jak w przepisie wykonawczym 2. Po oznaczeniu żelaza w kolbie A można wyznaczyć procentową zawartość żelaza w rudzie. Pozwoli to na obliczenie wyjściowej ilości żelaza wziętego do ekstrakcji (w próbce B). Pozostałość żelaza w fazie wodnej po ekstrakcji to wyznaczona ilość żelaza w kolbie B. Pozwoli to na obliczenie procentu ekstrakcji oraz współczynnika podziału.	2

Ad <i>b.</i> Równania reakcji, wyprowadzenie wzorów	Pkt.
Oznaczanie liczby moli żelaza w kolbie A. Na 25,00 cm³ roztworu, zużyto V_{KMnO_4} cm³ roztworu manganianu(VII) potasu o stężeniu c_{KMnO_4}. $\text{MnO}_4^- + 5\text{Fe}^{2+} + 8\text{H}^+ \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 5\text{Fe}^{3+} + 4\text{H}_2\text{O}$ $\frac{n_{\text{A(Fe)}}}{5} = 4 \cdot c_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \Rightarrow n_{\text{A(Fe)}} = 20 \cdot c_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \quad m_{\text{A(Fe)}} = n_{\text{A(Fe)}} \cdot M_{\text{Fe}} [\text{mg}]$ Oznaczanie liczby moli żelaza(III) w kolbie B. Na zmiareczkowanie 25,00 cm³ roztworu z kolby B mianowanym roztworem EDTA c_{EDTA} zużyto V_{EDTA} cm³ roztworu EDTA. Jako wskaźnika użyto roztworu kwasu salicylowego. $\text{Fe}^{3+} + \text{HY}^{3-} \rightleftharpoons \text{FeY}^- + \text{H}^+$ $n_{\text{B(Fe)}} = 8 \cdot c_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \quad m_{\text{B(Fe)}} = n_{\text{B(Fe)}} \cdot M_{\text{Fe}} [\text{mg}]$ Oznaczanie liczby moli manganu(II) w kolbie B. Pobrano 25,00 cm³ roztworu, dodano 2g tlenku cynku i ogrzano. Miareczkowano roztworem KMnO₄. Zużyto V_{2KMnO_4} cm³ roztworu manganianu(VII) potasu o stężeniu c_{KMnO_4}. $3\text{Mn}^{2+} + 2\text{MnO}_4^- + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 5\text{MnO}_2 + 4\text{H}^+$ $\frac{2 \cdot n_{\text{B(Mn)}}}{3} = 8 \cdot c_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{2KMnO}_4} \Rightarrow n_{\text{B(Mn)}} = 12 \cdot c_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{2KMnO}_4} \quad m_{\text{B(Mn)}} = n_{\text{B(Mn)}} \cdot M_{\text{Mn}} [\text{mg}]$	3

Masa próbki A 0,7856 g	Masa próbki B 4,889 g	Rodzaj oznaczenia	Objętości titranta, cm ³
Stężenie KMnO ₄ 0,0200 mol/dm³		Manganometryczne oznaczanie żelaza w kolbie A	V ₁ = 18,75; 18,80
		Manganometryczne oznaczanie manganu w kolbie B	V ₂ = 3,95; 4,00
Stężenie EDTA 0,0100 mol/dm³		Kompleksometryczne oznaczanie żelaza w kolbie B	V _{EDTA} = 5,05; 5,00

Ad c. Wyniki oznaczeń Fe w kolbie A oraz Fe i Mn w kolbie B	Pkt.
Oznaczono w kolbie A <u>418,9</u> mg żelaza	6
Procentowa zawartość żelaza w rudzie, jako Fe ₂ O ₃ , wynosi.. <u>76,23</u> %	1
Oznaczono w kolbie B <u>22,3</u> mg żelaza	5
Oznaczono w kolbie B <u>52,2</u> mg manganu	5
Procentowa zawartość manganu w rudzie wynosi... <u>1,07</u>%	1

Ad d. Wyznaczenie procentu ekstrakcji i współczynnika podziału	Pkt
Procent ekstrakcji, dla ekstrakcji dwukrotnej i takiej samej objętości faz	5
$\%E_{(2)} = \frac{(c_{0w} - c_{2w}) \cdot 100\%}{c_{0w}} = \frac{\left(\frac{m_{0w}}{M \cdot V_w} - \frac{m_{2w}}{M \cdot V_w}\right) \cdot 100\%}{\frac{m_{0w}}{M \cdot V_w}} = \frac{(m_{0w} - m_{2w}) \cdot 100\%}{m_{0w}}$	
gdzie: m _{0w} – masa żelaza w próbce B (przed ekstrakcją), m _{2w} – masa żelaza w kolbie B (po ekstrakcji)	
$\%E_{(2)} = \frac{(c_{0w} - c_{2w}) \cdot 100}{c_{0w}} = \frac{100 \cdot c_{0w} \left(1 - \left(\frac{V_w}{D \cdot V_o + V_w}\right)^2\right)}{c_{0w}} = 100 \cdot \left(1 - \left(\frac{1}{D+1}\right)^2\right)$	
Dla wyznaczenia współczynnika podziału, gdy dany jest %E ₍₂₎ oraz jednakowe w każdej ekstrakcji objętości fazy wodnej i fazy organicznej, można zapisać:	
$\frac{\%E_{(2)}}{100} = 1 - \left(\frac{1}{D+1}\right)^2 \Rightarrow \frac{100 - \%E_{(2)}}{100} = \left(\frac{1}{D+1}\right)^2 \Rightarrow$	
$B = \frac{1}{D+1} \quad \text{gdzie } B = \sqrt{\frac{100 - \%E_{(2)}}{100}} \quad \text{Dochodzi się do wzoru: } D = \frac{(1-B)}{B}$	
Obliczając masę żelaza w próbce B należy uwzględnić masę próbki B i procentową zawartość żelaza w rudzie, obliczoną z miareczkowania próbki rudy znajdującej się w kolbie A.	
Procent ekstrakcji żelaza wynosi ... <u>99,1%</u> ...	
współczynnik podziału ma wartość ... <u>9,8</u> ...	

Ad e. Wyjaśnienie wpływu składników mieszaniny R-Z na potencjały redoks		Pkt.
Równanie połówkowe reakcji redukcji	Równanie połówkowe reakcji utlenienia	2
$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\text{e}^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	$\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+} + \text{e}^-$	
Potencjał redoks układu utleniacza	Potencjał redoks układu reduktora	
$E = E_{\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}}^0 - \frac{0,059}{5} \log \frac{[\text{Mn}^{2+}]}{[\text{MnO}_4^-] \cdot [\text{H}^+]^8}$	$E = E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^0 - \frac{0,059}{1} \log \frac{[\text{Fe}^{2+}]}{[\text{Fe}^{3+}]}$	
Dodanie do roztworu miareczkowanego mieszaniny R-Z zwiększa stężenie jonów Mn(II) w roztworze, obniżając potencjał utleniający na tyle, że manganian(VII) nie utlenia jonów chlorkowych. Z kolei wprowadzenie z mieszaniną R-Z kwasu fosforowego(V), który kompleksuje jony żelaza(III), zwiększa potencjał redukujący układu Fe(III)/Fe(II), ułatwiając utlenienie żelaza(II) jonami manganianowymi(VII).		
Łącznie zadanie 1 30 pkt.		

ROZWIĄZANIE ZADANIA 2

Przykładowe rozmieszczenie substancji oraz ich stężenie	
A. Sulfanilamid, ASU 0,5%	E. 1-naftol, NAF, 0,5%
B. p-nitrofenol, NPH, 0,5%	F. siarczan 8-hydroksychinoliny, OKS, 0,5%
C. kwas pikrynowy, KPI, 0,5%	G. kwas sulfosalicylowy, KSU, 2%
D. dimetylogliksymian sodu, NDM, 1%	H. kwas askorbinowy, ASK, 1%

Ad a. Barwa i odczyn roztworów, barwa po dodaniu HCl, NaOH, przypuszczalne								Pkt.
Obserwacje przedstawiono w tabeli:								2
Nr probówki	A	B	C	D	E	F	G	H
barwa	bezb	żółtawy	żółty	bezb	bezb	żółtawy	bezb	bezb
odczyn	oboj	oboj	kw	alk	oboj	kw	kw	oboj
zmiana po dodaniu HCl	bz	bezb	bz	zm	bz	bz	bz	bz
zmiana po dodaniu NaOH	bz	bz	bz	bz	bz	↓ rwno	bz	bz
Przypuszczalne rozmieszczenie	ASU, NAF, ASK	NPH	KPI	NDM	ASU, NAF, ASK	OKS	KSU, ASK	KSU, ASK

Ad b. Identyfikacja substancji i uzasadnienie			
Nr probówki	Wykryto	Uzasadnienie	Pkt.
A	sulfanilamid	Bezbarwny, odczyn obojętny, brak reakcji po dodaniu HCl, NaOH. Nie reaguje z FeCl ₃ , ulega reakcji diazowania a następnie sprzęgania z 8-hydroksychinoliną i 1-naftolem z utworzeniem barwników azowych.	2
B	p-nitrofenol	Żółty, odczyn obojętny, odbarwia się po dodaniu HCl (wsk. alkacym.). Z FeCl ₃ nikłe, fioletowe zabarwienie, nie ulega reakcji diazowania ani sprzęgania, po redukcji Zn w HCl podatny na diazowanie i sprzęganie.	2

C	Kwas pikrynowy	Żółty, odczyn kwaśny, brak reakcji po dodaniu HCl, NaOH. Nie reaguje z FeCl ₃ , nie ulega reakcji diazowania ani sprzęgania nawet po próbie redukcji Zn w HCl.	2
D	Dimetyloglioksy mian sodu	Bezbarwny, odczyn alkaliczny, brak reakcji po dodaniu HCl, NaOH. Z FeCl ₃ nikłe, rdzawe zmętnienie, z Ni(II) różowy↓, ekstr CHCl ₃ , z Fe(II) różowe zabarwienie w środowisku amoniakalnym, nekstr CHCl ₃ .	2
E	1-naftol	Bezbarwny, odczyn obojętny, brak reakcji po dodaniu HCl, NaOH. Z FeCl ₃ nikłe, różowe zmętnienie, nie ulega reakcji diazowania, ulega reakcji sprzęgania z solą diazoniową sulfanilamidu – czerwony barwnik.	2
F	Siarczan 8-hydroksy-chinoliny	Żółty, odczyn kwaśny, brak reakcji po dodaniu HCl, z NaOH osad, rwno. Z FeCl ₃ zielone zabarwienie, po dodaniu kwasu octowego ekstr CHCl ₃ , ulega reakcji sprzęgania z solą diazoniową sulfanilamidu, czerw po alkal.	2
G	Kwas sulfo-salicylowy	Bezbarwny, odczyn kwaśny, brak reakcji po dodaniu HCl, NaOH. Z FeCl ₃ fioletowe zabarwienie, po dodaniu EDTA żółte. Z FeCl ₃ fioletowe zabarwienie, po dodaniu kw. askorb. żółte.	2
H	Kwas askorbinowy	Bezbarwny, odczyn obojętny, brak reakcji po dodaniu HCl, NaOH. Odbarwia fioletowy roztwór Fe(III) – KSU, po dodaniu ASK do Fe(III) + NDM a następnie NH ₃ czerwone zabarwienie.	2

nekstr/ ekstr CHCl₃ – nie ekstrahuje/ ekstrahuje się chloroformem, ↓ – osad; rwno – rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika, czerw po alkal – czerwone zabarwienie po alkalizacji

Ad c. Substancje ulegające reakcji diazowania i sprzęgania	Pkt.
Na reakcje diazowania podatne są związki aromatyczne mające wolną grupę aminową, a więc amid kwasu sulfanilowego H₂NC₆H₄SO₂NH₂ i <i>p</i>-aminofenol, związek otrzymany z <i>p</i>-nitrofenolu na drodze redukcji. Do 1 cm³ próbki B dodać 1 cm³ kwasu chlorowodorowego, wrzucić szczyptę pyłu cynku i ostrożnie ogrzewać aż do roztworzenia cynku. $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{NO}_2 + 3\text{Zn} + 7\text{HCl} \rightarrow \text{HOC}_6\text{H}_4\text{NH}_2 \cdot \text{HCl} + 3\text{ZnCl}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ W celu otrzymania soli diazoniowej do oziębionego roztworu po redukcji dodać NaNO₂ $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{NH}_2 \cdot \text{HCl} + \text{NaNO}_2 + \text{HCl} \rightarrow \text{HOC}_6\text{H}_4\text{NN} \cdot \text{Cl} + \text{NaCl} + 2\text{H}_2\text{O}$ Podobnie dla próbki A, po dodaniu kwasu chlorowodorowego dodać NaNO₂ $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2 + \text{NaNO}_2 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{Cl} \cdot \text{NNC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2 + \text{NaCl} + 2\text{H}_2\text{O}$ W reakcji sprzęgania soli diazoniowej z fenolami lub aminami aromatycznymi, takimi jak 1- naftol, 8-hydroksychinolina, <i>p</i>-aminofenol powstają barwniki azowe. Do otrzymanych roztworów soli diazoniowych dodać roztwór z próbki E lub F i zalkalizować. Powstaje czerwony roztwór barwnika diazowego. $\text{Cl} \cdot \text{NNC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2 + \text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH} \rightarrow \text{HOC}_{10}\text{H}_6\text{NNC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2 + \text{HCl}$ $\text{Cl} \cdot \text{NNC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2 + \text{C}_9\text{NH}_6\text{OH} \rightarrow \text{HOC}_9\text{NH}_5\text{NNC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2 + \text{HCl}$ $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{NN} \cdot \text{Cl} + \text{HOC}_6\text{H}_4\text{NH}_2 \rightarrow \text{HOC}_6\text{H}_4\text{NNC}_6\text{H}_3(\text{OH})\text{NH}_2 + \text{HCl} \text{ (samosprężanie)}$	6

Ad d. Wykrycie, rozdzielenie i kolorymetryczne oznaczenie jonów metali z kolby B			Pkt.
Identyfikacja			2
Fe(III)	Ni(II)	Mn(II)	
W środowisku kwaśnym tworzy się z OKS rozpuszczalny w wodzie zielony kompleks. Po redukcji do Fe(II) (za pomocą SnCl ₂) w środowisku amoniakalnym z NDM czerwone zabarwienie następuje po dodaniu CHCl ₃	W środowisku amoniakalnym (lub buforu octanowego) z NDM różowy, kłaczkowaty osad, ekstr CHCl ₃ . Ze środowiska buforu octanowego, po usunięciu Fe(OH) ₃ , żółty osad z OKS, ekstr CHCl ₃	Po wyekstrahowaniu ze środowiska buforu octanowego oksynianów Fe(III) i Ni(II) dodaje się NaOH. Podwyższenie pH powoduje wydzielanie żółtobrunatnego osadu oksynianu manganu, ekstr CHCl ₃ .	
Rozdzielanie			2
Ze środowiska kwasu octowego możliwa jest selektywna ekstrakcja Fe-OKS chloroformem, co stanowi metodę oddzielenia jonów żelaza(III) od jonów Ni(II) i Mn(II). Dodanie do fazy wodnej kilku kropli NaOH (bufor octanowy) powoduje wytrącenie żółtobrunatnego osadu Ni-OKS i jego selektywną ekstrakcję chloroformem. Dodanie do fazy wodnej nadmiaru NaOH powoduje wzrost pH i wytrącenie żółtobrunatnego osadu Mn-OKS, który można wyekstrahować chloroformem.			
Oznaczanie kolorymetryczne			2
Pomiar absorbancji utworzonego w środowisku kwaśnym zielonego kompleksu Fe(III)-OKS może być podstawą kolorymetrycznego oznaczania żelaza(III)	Kompleks niklu z NDM może być ekstrahowany chloroformem. Można mierzyć absorbancję żółtego ekstraktu i na tej podstawie oznaczać jony niklu.	Ekstrakcja Mn(II)-OKS za pomocą CHCl ₃ z roztworu o odczynie alkalicznym (po oddzieleniu Fe(III) i Ni(II)) daje żółty ekstrakt odpowiedni do fotometrowania.	
Łącznie zadanie 2 30 pkt.			

RAZEM ZA ZADANIE 1 i ZADANIE 2 60 pkt.