



ETAP III

31.03.2017

Zadanie laboratoryjne

ZADANIE LABORATORYJNE I

Selektywne oznaczanie kwasów organicznych w mieszaninie

Oznaczanie kwasów organicznych najczęściej wykonuje się metodą miareczkową w oparciu o reakcje zobojętniania. Jako titranta używa się roztworu NaOH o dokładnie wyznaczonym stężeniu, tzw. roztworu mianowanego, a miareczkowanie prowadzi się wobec odpowiedniego wskaźnika. Niestety, miareczkowanie tego typu nie jest metodą selektywną, ponieważ oznacza się sumę kwasów.

Bardziej selektywną metodą jest miareczkowanie redoksymetryczne, w którym dobranie właściwego utleniacza i odpowiedniego środowiska reakcji może zapewnić warunki do oznaczania wybranego kwasu w mieszaninie. W roztworze węglanu sodu i przy użyciu nadmiaru KMnO_4 , jony mrówczanowe są utleniane do CO_2 , a jony octanowe pozostają nieutlenione. Gdy jonów mrówczanowych jest nadmiar, cały KMnO_4 jest redukowany do MnO_2 . Nadmiar KMnO_4 oraz wydzielony MnO_2 reagują po zakwaszeniu z jonami jodkowymi z wydzielaniem jodu, który jest odmiareczkowany roztworem tiosiarczanu.

Kolba miarowa o pojemności 200 cm^3 , opisana literą **P** zawiera mieszaninę buforu mrówczanowego (kwas mrówkowy i mrówczan sodu zmieszane w stosunku molowym 1:1,122) i kwasu octowego. Wiadomo, że pK_a dla kwasu mrówkowego wynosi 3,70 a kwasu octowego 4,75.

Masz do dyspozycji następujący sprzęt i odczynniki

Na stanowisku dla każdego zawodnika	
roztwór NaOH o stężeniu $0,100\text{ mol/dm}^3$ roztwór $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ o stężeniu ok. $0,1\text{ mol/dm}^3$ roztwór KMnO_4 o stężeniu $0,0300\text{ mol/dm}^3$ trzy jednogramowe ampułki Na_2CO_3	Biureta, lejek do biurety dwie pipety jednomiarowe o objętości 25 cm^3 trzy kolby stożkowe zlewka o poj. 250 cm^3 zlewka o poj. 100 cm^3 , tryskawka z wodą destylowaną
Na stanowisku zbiorczym (dla dwóch zawodników)	
kwas siarkowy(VI) o stężeniu 2 mol/dm^3 roztwór 20% (m/v) jodku potasu kleik skrobiowy fenoloftaleina oranż metylowy	cylindry miarowe do roztworów kwasu i jodku potasu, palnik i trójnóg z płytką grzejącą.

Polecenia

- a. (2 pkt.) Wykorzystując przepisy wykonawcze i dostępny sprzęt przedstaw w punktach plan oznaczania każdego składnika mieszaniny, uwzględniający m.in. objętości odmierzanych roztworów, zastosowaną metodę oznaczania oraz użyte titrany i wskaźniki.
- b. (6 pkt.) Podaj równania reakcji zachodzących podczas oznaczania. Wyprowadź wzory na obliczanie stężenia roztworu tiosiarczanu oraz liczby milimoli składników w mieszaninie, uwzględniające stężenia i objętości roztworów użytych podczas oznaczania.
- c. (2 pkt.) Uzasadnij dobór wskaźnika w oznaczaniu alkalimetrycznym kwasów obliczając pH w punkcie końcowym miareczkowania dla kwasu octowego o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$.
- d. (17 pkt.) Podaj stężenie roztworu tiosiarczanu sodu oraz ilości, w mg, składników mieszaniny w próbce badanej.
- e. (3 pkt.) Stosowany w miareczkowaniu jodometrycznym jodek potasu jest dość drogi. Czy możliwe jest zastąpienie miareczkowania z wykorzystaniem roztworu tiosiarczanu sodu miareczkowaniem, gdzie titrantem byłby roztwór KMnO_4 , jeśli do dyspozycji miałbyś obok podanego wyżej zestawu odczynników i sprzętu roztwór kwasu szczawiowego o znanym stężeniu. Odpowiedź uzasadnij.

Przepisy wykonawcze

Alkalimetryczne oznaczanie kwasu

Porcję roztworu kwasu rozcieńczyć wodą do ok. 70 cm^3 , dodać kilka kropli odpowiedniego wskaźnika i miareczkować roztworem NaOH do uzyskania odpowiedniego efektu wizualnego. Miareczkowanie powtórzyć.

Mangano-jodometryczne oznaczanie kwasu mrówkowego (jonów mrówczanowych).

Do próbki w kolbie stożkowej, zawierającej zubożnione kwasy **ale bez wskaźnika alkacymetrycznego**, dodać $1 \text{ g Na}_2\text{CO}_3$ a następnie $25,00 \text{ cm}^3$ mianowanego roztworu KMnO_4 . Kolbę z próbką pozostawić na 10 minut. Wytrąca się brunatny osad. Dodać ok. 2 g jodku potasu, a następnie ostrożnie (pienie!), porcjami przy intensywnym mieszaniu, 20 cm^3 roztworu H_2SO_4 . Miareczkować brunatny roztwór roztworem tiosiarczanu do jasnożółtego zabarwienia. Dodać 2 cm^3 kleiku skrobiowego i miareczkować do zaniku granatowego zabarwienia. Oznaczenie powtórzyć.

Uwaga 1! Wiadomo także, że na próbkę zawierającą dość znaczny nadmiar jonów mrówczanowych, w porównaniu z ilością wynikającą ze stechiometrii reakcji utleniania jonów mrówczanowych, zużyto objętość V_{otios} roztworu tiosiarczanu sodu podaną w dniu zawodów.

Uwaga 2! Zastosuj w rozwiązaniu zadania następujące skróty: n_{kwas} – liczba milimoli mieszaniny kwasów, n_{mrowk} – liczba milimoli kwasu mrówkowego, n_{oct} – liczba milimoli kwasu octowego, n_{s} – liczba milimoli mrówczanu sodu, n_{mrowcz} – liczba milimoli jonów mrówczanowych, n_{KMnO_4} – liczba milimoli manganianu(VII) potasu, V_{NaOH} , c_{NaOH} – objętość i stężenie mianowanego roztworu wodorotlenku sodu, V_{tios} , c_{tios} – objętość i stężenie mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu.

ZADANIE LABORATORYJNE 2

Identyfikacja pierwiastków, wyznaczanie składu kompleksu

W probówkach opisanych cyframi 1 – 6 znajdują się jony pierwiastków A-F, przy czym każdy z nich występuje tylko raz. Widma atomowe tych pierwiastków (długości fali kilku najbardziej intensywnych linii w przedstawionym zakresie) podano w tablicy. W nawiasach podano względną intensywność linii, która dotyczy zakresu podanego na rysunku stanowiącym załącznik, jeśli pierwiastek ma w nim charakterystyczne linie.

Pierwiastek	Długość fali, nm (względna intensywność linii)
A	323,45(58); 323,63(53); 323,88(42); 324,19(35); 334,91(100); 336,1(63); 337,27(53); 338,36(45)
B	320,57(97); 320,88(100); 321,50(70); 323,33(67); 326,43(61); 328,53(65); 329,07(67); 332,56(62); 334,37(70); 334,71(63); 335,81(63); 336,39(76); 338,00(70); 338,47(74)
C	320,22(30); 320,57(28); 320,75(29); 321,25(27); 321,72(37); 323,79(27); 325,08(15); 325,48(26); 326,34(19); 326,76(85); 327,13(91); 327,62(100); 329,86(21); 337,77(20)
D	321,16(41); 321,37(62); 322,18(65); 322,55(92); 322,77(58); 324,75(100); 327,37(52); 328,65(47); 330,61(58)
E	253,36(30); 253,54(100); 255,3(55); 255,45(25)
F	250,67(51); 251,41(52); 251,60(79); 251,89(47); 288,15(100)

Linie sodu występują przy długościach fal 285,24 i 330,25 nm.

Stężenie jonów pierwiastków w roztworach jest zróżnicowane, wynosi od 200 mg/dm³ do 1g/dm³.

Zdecydowana większość pierwiastków występuje jako aniony w solach sodu lub amonu.

Dysponujesz widmami atomowymi 10 związków zawierających pierwiastki, które mogą wystąpić w roztworach badanych. Widma atomowe obejmują zakres długości fali 320 – 340 nm, tak więc nie wszystkie pierwiastki obecne w próbkach mają charakterystyczne linie w tym zakresie.

Masz do dyspozycji następujący sprzęt i odczynniki

Na stanowisku dla każdego zawodnika		Na stanowisku zbiorczym (dla dwóch zawodników)
zestaw 10 pustych probówek pipeta wielomiarowa o pojemności 5cm ³ kolbki miarowe o pojemności 100 i 50 cm ³ 6 pipetek polietylenowych	roztwór ok. 3% nadtlenku wodoru	roztwór NaOH o stężeniu 1 mol/dm ³ 20% roztwór tiocyjanianu potasu 10% roztwór molibdenianu amonu kwas askorbinowy; Możesz korzystać z roztworów kwasu siarkowego(VI) oraz KMnO ₄ z zadania 1.

Polecenia

- a. (4 pkt.)* Na podstawie widm atomowych określ, jakie pierwiastki mogą kryć się pod symbolami **A, B, C, D, E i F**. Jony których metali nie występują w próbkach?
- b. (15 pkt.)* Dokonaj identyfikacji pierwiastków **A-F** w próbkach 1-6, przedstaw uzasadnienie identyfikacji. Za poprawną identyfikację 1 punkt, każda charakterystyczna obserwacja to 0,5 pkt. Barwa własna roztworu oraz jego odczyn traktowane są jako jedna obserwacja.
- c. (6 pkt.)* Zaplanuj sposób postępowania mający na celu przygotowanie roztworu nadtlenku wodoru o stężeniu wymaganym dla serii izomolowych, zakładając, że stężenie jonu metalu wynosi 200 mg/dm^3 . Posłuż się przepisem wykonawczym wyznaczenia stężenia wody utlenionej.
- d. (5 pkt.)* Znajdź skład kompleksu metalu z nadtlenkiem wodoru o barwie intensywnie żółtej, powstający w kwaśnym środowisku, wykorzystując metodę serii izomolowych. Wyjaśnij krótko zasadę metody.

Sporządź szkic wykresu pokazującego intensywność barwy od stosunku molowego metalu i nadtlenku wodoru.

UWAGA! W razie uzasadnionej potrzeby, możesz otrzymać większą objętość roztworu identycznego z roztworem w odpowiedniej probówce, do wykonania polecenia z podpunktu *d*.

Przepisy wykonawcze

Oznaczanie stężenia roztworu nadtlenku wodoru

Pobierz pipetą do kolby stożkowej odpowiednią porcję roztworu wody utlenionej tak, by przewidywana objętość titranta nie przekraczała 20 cm^3 . W razie potrzeby dokonaj wstępnego rozcieńczenia roztworu będącego do Twojej dyspozycji. Dodaj ok. 25 cm^3 wody i 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI). Miareczkuj mianowanym roztworem titranta do osiągnięcia punktu końcowego. Oblicz stężenie molowe roztworu nadtlenku wodoru.

Metoda serii izomolowych

Przygotuj roztwory jonów metalu i nadtlenku wodoru o identycznym stężeniu molowym zakwaszając je tak, aby także stężenie kwasu siarkowego w obu roztworach było jednakowe. Do probówek odpipetuj kolejno 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; cm^3 roztworu jonów metalu, pamiętając, że wyjściowo dostajesz ok 18 cm^3 badanego roztworu. Dodaj roztwór wody utlenionej w takiej ilości, żeby suma milimoli jonów metalu i wody utlenionej w każdej z probówek była stała. Oszacuj intensywność barwy każdego roztworu, przypisz roztworowi o największej intensywności wartość 10, bezbarwnemu 0, zaś pozostałym wartości pośrednie z przedziału 1-9. Sporządź rysunek pokazujący intensywność zabarwienia od stosunku liczby milimoli jonu metalu do liczby milimoli wody utlenionej pamiętając, że roztwory jonów metalu i wody utlenionej są bezbarwne.

Uwaga!

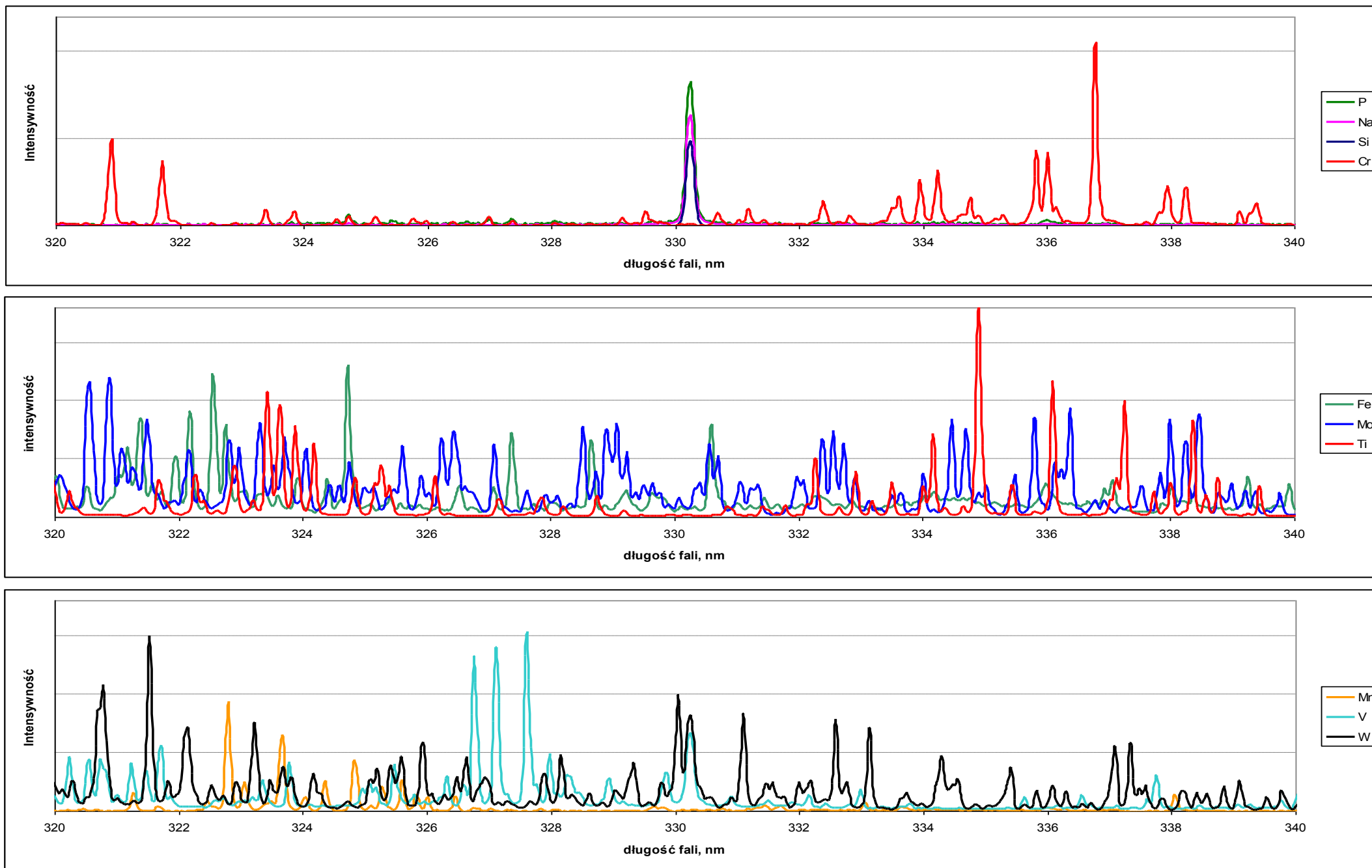
Obejrzyj uważnie arkusz odpowiedzi. Zaplanuj i wpisz czytelnie rozwiązanie tak, by mieściło się w wyznaczonym miejscu.

Pamiętaj o zachowaniu zasad bezpieczeństwa podczas wykonywania analiz!

Sumaryczna punktacja za zadania laboratoryjne – 60 pkt.

Czas wykonania zadań 300 minut.

Załącznik do zad 2. Emisyjne widma atomowe 10 związków zawierających zaznaczony pierwiastek





ETAP III

31.03.2017

Rozwiązanie zadania laboratoryjnego

ROZWIĄZANIE ZADANIA 1

Ad <i>a.</i> proponowany tok analizy	Pkt.
Mieszanina w kolbie P zawiera kwas octowy, kwas mrówkowy oraz mrówczan sodu.	2
<u>1. Oznaczanie sumy kwasów.</u> Pobrać do dwóch kolb stożkowych porcje po 25,00 cm³ roztworu z kolby P za pomocą pipety jednomiarowej i miareczkować wobec fenoloftaleiny roztworem NaOH do różowego zabarwienia. Obliczyć sumaryczną liczbę milimoli kwasów. <u>2. Oznaczanie jonów mrówczanowych.</u> Pobrać do dwóch kolb stożkowych ze szlifem porcje po 25,00 cm³ roztworu z kolby P za pomocą pipety jednomiarowej, dodać tyle roztworu NaOH co w miareczkowaniu przy oznaczaniu kwasów. Dalej postępować zgodnie z przepisem wykonawczym 2. Oznacza się w ten sposób liczbę moli jonów mrówczanowych, a więc kwasu mrówkowego i mrówczanu sodu. Wykorzystując informację o składzie buforu mrówczanowego znajduje się liczbę moli kwasu mrówkowego i mrówczanu sodu. <u>3. Wyznaczanie stężenia roztworu tiosiarczanu sodu.</u> Na podstawie objętości roztworu tiosiarczanu zużytego na zmiareczkowanie próbki z dużą ilością mrówczanów (cały KMnO₄ przejdzie do MnO₂) można obliczyć dokładne stężenie roztworu tiosiarczanu	

Ad <i>b.</i> równania reakcji, wyprowadzenie wzorów	Pkt.
Podczas alkalimetrycznego oznaczania sumy kwasów zachodzą reakcje:	6
$\text{HCOOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{HCOONa} + \text{H}_2\text{O} \quad \text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$ Tak więc $n_{\text{mrowk}} + n_{\text{oct}} = n_{\text{NaOH}} = V_{\text{NaOH}} \cdot c_{\text{NaOH}}$, a w całej kolbie $n_{\text{c.mrowk}} + n_{\text{c.oct}} = 8 \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot c_{\text{NaOH}}$ Podczas oznaczania jonów mrówczanowych ew. nastawiania miana tiosiarczanu zachodzą reakcje: $3\text{HCOO}^- + 2\text{MnO}_4^- + 5\text{H}^+ \rightarrow 2\text{MnO}_2 + 3\text{CO}_2 + 4\text{H}_2\text{O} \quad \text{lub}$ $3\text{HCOO}^- + 2\text{MnO}_4^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{MnO}_2 + 3\text{CO}_2 + 5\text{OH}^-$ $\text{MnO}_2 + 2\text{I}^- + 4\text{H}^+ \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ $2\text{MnO}_4^- + 10\text{I}^- + 16\text{H}^+ \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{I}_2 + 8\text{H}_2\text{O}$ $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_2 \rightarrow \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$ Przy nastawianiu miana tiosiarczanu zużyto $V_{0\text{tios}}$ roztworu tiosiarczanu, tak więc można zapisać: $n_{0\text{tios}} = 2 \cdot n_{\text{MnO}_2} = 2 \cdot n_{0\text{MnO}_4^-} \Rightarrow c_{\text{tios}} \cdot V_{0\text{tios}} = 2 \cdot n_{0\text{MnO}_4^-} \Rightarrow c_{\text{tios}} = \frac{2 \cdot n_{0\text{MnO}_4^-}}{V_{0\text{tios}}}$	

Przy oznaczaniu jonów mrówczanowych zużyto V_{tios} roztworu tiosiarczanu; z równań reakcji wynika, że

$$n_{\text{mrowcz}} = 3/2 \cdot (n_{0\text{MnO}_4^-} - n_{1\text{MnO}_4^-}) = 3/2 \cdot n_{\text{MnO}_2} \Rightarrow n_{\text{MnO}_2} = 2/3 n_{\text{mrowcz}}$$

$$n_{\text{tios}} = 2 \cdot n_{\text{MnO}_2} + 5n_{1\text{MnO}_4^-} = 2 \cdot n_{\text{MnO}_2} + 5 \cdot (n_{0\text{MnO}_4^-} - n_{\text{MnO}_2}) = 5 \cdot n_{0\text{MnO}_4^-} - 2 \cdot n_{\text{mrowcz}} \Rightarrow n_{\text{mrowcz}} = 2,5n_{0\text{MnO}_4^-} - 0,5n_{\text{tios}}$$

$$\text{Stąd dla całej kolby } n_{\text{mrowcz}} = n_{\text{mrowk}} + n_s = 8 \cdot c_{0\text{MnO}_4^-} \cdot 25 \cdot (2,5 - V_{\text{tios}}/V_{0\text{tios}}) = 200 \cdot c_{0\text{MnO}_4^-} \cdot (2,5 - V_{\text{tios}}/V_{0\text{tios}})$$

Dla buforu mrówczanowego mamy $c_A/c_s = 1,122$ co dla tego samego roztworu daje $n_A/n_s = 1,122$. Po podstawieniu $n_s = 0,471 \cdot n_{\text{mrowcz}}$ a $n_{\text{mrowk}} = n_{\text{mrowcz}} - n_s = 0,529 \cdot n_{\text{mrowcz}}$

$$\text{Z kolei } n_{\text{oct}} = 8 \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot c_{\text{NaOH}} - 0,529 \cdot n_{\text{mrowcz}}$$

Stosowane skróty: $n_{0\text{MnO}_4^-}$ - liczba milimoli jonów manganianowych użyta do reakcji utleniania

$n_{0\text{MnO}_4^-}$ - liczba milimoli jonów manganianowych pozostała po reakcji utleniania jonów mrówczanowych.

Stężenia titrantów	Rodzaj oznaczenia	Objętości titranta, cm ³
Roztwór NaOH 0, 100 mol/dm ³	Oznaczanie liczby moli kwasów w kolbie P	$V_{\text{NaOH}} = 18,75; 18,80$
Roztwór KMnO ₄ 0,0300 mol/dm ³	Manganometryczno-jodometryczne oznaczanie liczby moli jonów mrówczanowych w kolbie P	$V_{\text{tios}} = 30,20; 30,25$
Roztwór Na ₂ S ₂ O ₃ ok. 0,1 mol/dm ³	Nastawianie miana roztworu tiosiarczanu sodu	$V_{0\text{tios}} = 15,25$

Ad c. Uzasadnienie wyboru wskaźnika w oznaczaniu kwasów	Pkt
Dobór wskaźnika w miareczkowaniu polega na tym, by wartość pH punktu końcowego miareczkowania leżała w zakresie zmiany barwy wskaźnika. Wynikiem miareczkowania kwasów mrówkowego i octowego są ich sole sodowe. Roztwór octanu sodu będzie miał odczyn zasadowy, bowiem przebiega reakcja zasady sprzężonej z kwasem : $\text{CH}_3\text{COO}^- + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{CH}_3\text{COOH} + \text{OH}^-$ opisywana stałą równowagi $K_b = \frac{[\text{CH}_3\text{COOH}] \cdot [\text{OH}^-]}{[\text{CH}_3\text{COO}^-]} = \frac{[\text{OH}^-]^2}{c_s}$ a ponieważ $K_b = \frac{K_w}{K_a}$ dostaje się $[\text{OH}^-] = \sqrt{\frac{K_w \cdot c_s}{K_a}}$ Tak więc $\text{pH} = \text{p}K_w - \text{pOH} = \text{p}K_w - \frac{1}{2}(\text{p}K_w - \text{p}K_a - \log c_s) = \frac{1}{2} \text{p}K_w + \frac{1}{2} \text{p}K_a + \frac{1}{2} \log c_s$ Po podstawieniu wartości $\text{pH} = 7 + 2,375 + 0,5 \log c_s$ c dla stężenia 0,1 mol/dm ³ daje wartość 8,88. Właściwym wskaźnikiem jest więc fenoloftaleina o zakresie zmiany barwy 8,2 – 9,6 pH.	2

Ad <i>d.</i> stężenie tiosiarczanu, ilości poszczególnych składników	Pkt	
Stężenie roztworu tiosiarczanu, mol/dm ³	0,0984	1
Liczba milimoli kwasów, mmol	15,02	2
Liczba milimoli jonów mrówczanowych, mmol	3,108	2
$M_{\text{kw oct}} = 60,03$ g/mol; Masa kwasu octowego, mg	817,2	4
$M_{\text{HCOOH}} = 46,02$ g/mol; Masa kwasu mrówkowego, mg	74,7	4
$M_{\text{HCOONa}} = 68,00$ g/mol; Masa mrówczanu sodu, mg	99,8	4

Ad e. Zastąpienie miareczkowania jodometrycznego miareczkowaniem manganometrycznym	Pkt.
Aby oznaczyć nieprzereagowaną z mrówczanami ilość jonów manganianowych(VII) i powstały MnO_2 należałoby roztwór zakwasić i dodać znaną ilość kwasu szczawowego w nadmiarze do obecnych w roztworze utleniaczy. Roztwór należałoby ogrzać, i nadmiar kwasu szczawowego odmiareczkować na gorąco mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu. Można by zapisać uwzględniając stechiometrię reakcji $n_{\text{utl}} = n_{\text{red}}$, gdzie n_{utl} to łączna liczba moli KMnO_4 potrzebna na utlenienie jonów mrówczanowych w środowisku węglanu sodu i dodanego kwasu szczawowego w środowisku kwaśnym, zaś n_{red} to liczba moli jonów mrówczanowych i kwasu szczawowego. Niestety, w tych warunkach następowałoby także niekontrolowane utlenienie obecnego w roztworze kwasu octowego i wynik oznaczenia jonów mrówczanowych byłby zawyżony.	3
Łącznie zadanie 1 30 pkt.	

ROZWIĄZANIE ZADANIA 2*Przykładowe rozmieszczenie substancji*

1) A (Ti)	2) D (Fe)	3) B (Mo)
4) E (P)	5) C (V)	6) F (Si)

Ad a. Analiza na podstawie danych spektralnych	Pkt.
Na podstawie danych w tablicy i emisyjnych widm atomowych podanych w załączniku można stwierdzić, że w próbkach znajduje się: A – tytan, B – molibden, C – wanad, D – żelazo; E – krzem lub fosfor F – krzem lub fosfor. W próbkach nie występują: <u>chrom, mangan i wolfram</u> . Charakterystycznych linii krzemu i fosforu nie ma w przedstawionym zakresie widma, zaś występująca w obydwu widmach linia przy 330 nm jest linią sodu, co świadczy że krzem i fosfor to aniony soli sodowych.	4

Ad b. Identyfikacja substancji i uzasadnienie			
Nr próbki	Wykryto	Uzasadnienie	Pkt.
1	Ti(IV)	Roztwór bezbarwny, odczyn kwaśny, przypuszczenie na podstawie spektralnej analizy emisyjnej (OES); 1 + NaOH → białe zmętnienie 1 + H ₂ SO ₄ → bz; + H ₂ O ₂ → intensywnie żółte zabarwienie 1 + H ₂ SO ₄ + KSCN → bz	2,5
2	Fe(III)	Roztwór żółty, odczyn kwaśny, przypuszczenie na podstawie OES 2 + NaOH → brunatny ↓, nrwno; rozp w H ₂ SO ₄ 2 + kw askorb. → odb; + NaOH → zielonkawy ↓, brunatniejący z czasem 2 + KSCN → krwiste zabarwienie; + kw askorb. → odbarwienie	2,5
3	Mo(VI)	Roztwór bezb, odczyn obojętny, przypuszczenie na podstawie OES 3 + NaOH → bz 3 + H ₂ SO ₄ → bz; + H ₂ O ₂ → lekko żółtawy, niemal bezbarwny (odróżnienie od Ti(IV)) 3 + KSCN → bz; + kw askorb. → czerwone zabarwienie	2,5
4	P(V)	Roztwór bezbarwny, odczyn obojętny, Na podstawie OES sól sodowa Brak reakcji z H ₂ SO ₄ , H ₂ O ₂ , NaOH, KSCN 4 + 3 → bz; + kw ask. → niebieszczeje, granatowy po ogrzaniu 4 + molibd amonu → żółty; + kw ask. → niebieski, granatowy po ogrzaniu	2,5
5	V(V)	Roztwór żółty, odczyn lekko kwaśny, przypuszczenie na podstawie OES 5 + NaOH → żółtawy, niemal bezbarwny 5 + kw askorb. → niebieski; 5 + H ₂ SO ₄ → bz; + H ₂ O ₂ → pomarańczowo-czerwone zabarwienie	2,5
6	Si(IV)	Roztwór bezbarwny, odczyn obojętny, Na podstawie OES sól sodowa Brak reakcji z H ₂ SO ₄ , H ₂ O ₂ , NaOH, KSCN 6 + 3 → bz; + kw ask. → bz, po ogrzaniu słabo niebieski, niemal bezbarwny 6 + molibd amonu → żółty; + kw ask. → słaboniebieski, granatowy po ogrz.	2,5

Ad c. Przygotowanie roztworu H_2O_2 o odpowiednim stężeniu	Pkt.																		
Kompleks metalu z nadtlakiem wodoru o barwie żółtej to kompleks tytanu(IV). Z treści zadania i identyfikacji wynika, że stężenie metalu A czyli tytanu wynosi 200 mg/dm^3 . Daje to <u>stężenie molowe tytanu $4,18 \cdot 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$</u> . Podobne powinno być stężenie roztworu H_2O_2 , by badać skład kompleksu metodą serii izomolowych. Tymczasem <u>stężenie molowe ok. 3% roztworu H_2O_2 to blisko $0,9 \text{ mol/dm}^3$</u> . Podczas ustalania stężenia H_2O_2 metodą miareczkowania manganometrycznego według przepisu zachodzi reakcja: $2MnO_4^- + 5H_2O_2 + 6H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 5O_2 + 8H_2O$ Z równania reakcji wynika, że $n_{H_2O_2} = 2,5 \cdot n_{MnO_4^-}$. Jeżeli w miareczkowaniu ma zostać zużyte 20 cm^3 roztworu manganianu(VII) potasu o stężeniu $0,0300 \text{ mol/dm}^3$ to <u>próbka wody utlenionej powinna zawierać $1,5 \text{ mmola } H_2O_2$</u> . Ta ilość H_2O_2 powinna się znaleźć w 25 cm^3 roztworu (dysponujemy taką pipetą jednomiarową), a więc <u>stężenie wody utlenionej powinno wynosić $0,06 \text{ mol/dm}^3$</u> . Dysponując kolbką miarową o pojemności 100 cm^3 <u>należy odmierzyć pipetą wielomiarową $6,6 \text{ cm}^3$ 3% roztworu wody utlenionej</u> i dopełnić wodą do kreski otrzymując roztwór R . Po znalezieniu dokładnego stężenia roztworu R w wyniku miareczkowania według przepisu należy <u>przygotować roztwór wody utlenionej o stężeniu $4,18 \cdot 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$</u> , biorąc odpowiednią objętość roztworu R do kolbki miarowej o pojemności 50 cm^3 , dodać $10 \text{ cm}^3 H_2SO_4$ i dopełnić wodą do kreski.	6																		
Ad d. Wyznaczanie składu kompleksu	Pkt.																		
Metoda serii izomolowych polega na zmieszaniu w różnym stosunku roztworów metalu i wody utlenionej o takim samym stężeniu molowym przy czym w każdym roztworze suma stężeń (liczby milimoli) jonów tytanu i wody utlenionej jest taka sama. Maksymalne zabarwienie roztworu uzyskuje się wtedy, gdy roztwory mieszane są w takim stosunku molowym (objętościowym przy takim samym stężeniu molowym), jak ma to miejsce w kompleksie. Przykładowy rysunek.	6																		
Zależność intensywności barwy od objętości roztworu soli metalu i nadtlaku wodoru <table><thead><tr><th>Objętość roztworu soli metalu, cm³</th><th>Objętość roztworu nadtlaku wodoru, cm³</th><th>Intensywność barwy</th></tr></thead><tbody><tr><td>0</td><td>4</td><td>0</td></tr><tr><td>1</td><td>3</td><td>5</td></tr><tr><td>2</td><td>2</td><td>10</td></tr><tr><td>3</td><td>1</td><td>5</td></tr><tr><td>4</td><td>0</td><td>0</td></tr></tbody></table>		Objętość roztworu soli metalu, cm³	Objętość roztworu nadtlaku wodoru, cm³	Intensywność barwy	0	4	0	1	3	5	2	2	10	3	1	5	4	0	0
Objętość roztworu soli metalu, cm³	Objętość roztworu nadtlaku wodoru, cm³	Intensywność barwy																	
0	4	0																	
1	3	5																	
2	2	10																	
3	1	5																	
4	0	0																	
Maksimum intensywności barwy odpowiada zmieszaniu roztworu jonu metalu i wody utlenionej w stosunku 1:1, tak więc skład kompleksu Ti- H_2O_2 jest jak 1:1.																			

Łącznie zadanie 2 30 pkt

Łącznie zadanie 2 30 pkt

RAZEM ZA ZADANIE 1 i ZADANIE 2

60 pkt