

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

56. ročník, školský rok 2019/2020

Kategória EF

Domáce kolo

ÚLOHY Z PRAXE

ÚLOHY Z PRAXE

Chemická olympiáda – kategória **EF** –56. ročník – šk. rok 2019/2020

Domáce kolo

Ing.Elena Kulichová

Maximálne 150 pb = 50 bodov

Doba riešenia nie je obmedzená

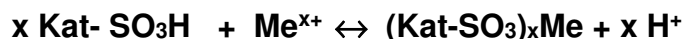
Úvod

Ionexová chromatografia má dnes rozsiahle možnosti využitia najmä v oblasti úpravy vody.

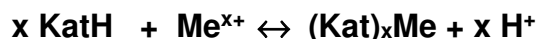
Rozsiahle možnosti uplatnenia našla ionexová chromatografia aj v analytickej chémii. Chromatografia na ionexoch sa už od roku 1947 využívala pri separácii zložiek vzácnych zemín (Spedding a Powell). Na začiatku päťdesiatych rokov Kraus a Nelson demonštrovali použitie ionexovej chromatografie pri oddeľovaní komplexov kovov. Small, Stevens a Bauman uviedli do života automatizované ionexové chromatografy v rokoch 1960 až 1980.

Rozšírenie používania ionexovej chromatografie podporil aj vývoj v oblasti makromolekulovej chémie, kde sa podarilo syntetizovať polymérne živice schopné vymieňať kationy i anióny. Medzi najčastejšie používané patrí sulfonovaný polystyrén.

Výmenu kationov na ionexe obsahujúcom aktívnu sulfo-skupinu viazanú v organickej molekule možno zapísať zjednodušene nasledujúcou rovnicou:



všeobecne



Reakcia je vratná, jej smer ovplyvňuje koncentrácia kovových iónov $c(\text{Me}^{x+})$ aj koncentrácia iónov H^+ . Ak sa katex v H^+ cykle premýva roztokom, ktorý obsahuje ióny Me^{x+} , aktívne sulfo-skupiny sa postupne obsadzujú iónmi príslušného kovu a z katexu sú vytesňované ióny H^+ . Látkové množstvo iónov H^+ , ktoré sa takto uvoľní z určitej hmotnosti (objemu) katexu sa nazýva **hmotnostná, resp. objemová kapacita**

katexu. Pri regenerácii katexu sa potom využíva spätná reakcia: ionex sa premýva koncentrovanou kyselinou (napr. HCl s $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$) a aktívne centrál sa znova vráti do H^+ formy.

Témou tohtoročných praktických úloh chemickej olympiády bude využitie ionomeničov pri analytickom stanovení vzoriek, ktoré obsahujú viacero zložiek.

Súčasťou ionexovej chromatografie sú zvyčajne aj acidobázické odmerné stanovenia, či už alkalimetrické titrácie alebo stanovenie pH .

Tohtoročné úlohy praktickej časti budú zamerané na nasledujúce témy:

- V prvom rade pôjde o prácu s ionexami, ktoré využijeme ako stacionárnu fázu stĺpcovej chromatografie a tiež ako reaktant v acidobázickej reakcii. Sústredíme sa na opis chemických premien na ionexoch, stanovenie kapacity katexu a súvisiace výpočty.
- Druhým tematickým okruhom budú odmerné stanovenia založené na protolytických a oxidačno-redukčných reakciách.
- Z prístrojovej analýzy to bude pH - metria, ktorú využijeme na stanovenie pH
- Pre úspešné riešenie súťažných úloh treba okrem techniky vlastného merania zvládnuť aj výpočty súvisiace s prípravou a riedením roztokov a výpočtom pH .

Odporúčaná literatúra:

Základné pojmy a terminológiu metód odporúčame naštudovať si zo základnej literatúry. Vhodným zdrojom poznatkov sú príslušné kapitoly aj zo starších učebníc. Tieto poznatky je potrebné doplniť aktuálnejšími informáciami z elektronických zdrojov:

Čermáková, L. a kol.: Analytická chémia 1, 2. vydanie, Bratislava ALFA 1990, s. 211 - 284

Hohoš, J., Hrabovec, M.: Analytická chémia pre 4. ročník SPŠ chemických Bratislava ALFA 1987 s.118 - 143

Hercegová, A. a kol.: Praktikum z analytickej chémie. Bratislava, STU 2011 s. 134 – 140

Ústav analytickej chémie STU: e-Analytická chemia 2006, dostupné na www.chtf.stuba.sk/kalch/education/Ulohy-separacne_metody.pdf

Dokoupilová, S: separačné metódy v analytickej chémii, dostupné na: https://www.fpharm.uniba.sk > KFANF > dokumenty > Prednaska_5_2016

Študijné kolo je rozsiahlejšie, čas na jeho riešenie nie je obmedzený. Jednotlivé úlohy odporúčame riešiť postupne (napríklad na krúžku). Úlohy tohto kola by riešiteľom mali poskytnúť námety, ktoré sa budú opakovať aj v ďalších kolách súťaže.

Cieľ práce:

Stanoviť presnú hmotnosť železitých a zinočnatých iónov vo vzorke

Úloha 1 Príprava roztokov

- 1.1 Vypočítajte objem roztoku hydroxidu sodného ($w = 0,4$), ktorý potrebujete na prípravu 100 cm^3 roztoku s koncentráciou blízkou $c = 0,5 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok pripravte a starostlivo zhomogenizujte. Roztok použijeme na stanovenie približnej kapacity ionexu (kapacitný roztok KAP)
- 1.2 Vypočítajte objem kapacitného roztoku hydroxidu sodného ($V(K)$), ktorý potrebujete pipetovať do odmernej banky, aby ste po doplnení na objem 500 cm^3 získali **odmerný** roztok s koncentráciou $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok pripravte a starostlivo zhomogenizujte.
- 1.3 Vypočítajte hmotnosť hydrogénftalanu draselného, ktorá je potrebná na prípravu 200 cm^3 štandardného roztoku s koncentráciou blízkou $c = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok pripravte a starostlivo zhomogenizujte. Vypočítajte presnú koncentráciu štandardného roztoku 1.
- 1.4 Vypočítajte hmotnosť kyseliny askorbovej, ktorá je potrebná na prípravu 250 cm^3 odmerného roztoku s koncentráciou blízkou $c = 0,02 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok pripravte a starostlivo zhomogenizujte.
- 1.5 Tesne pred stanovením presnej koncentrácie kyseliny askorbovej si pripravte štandardný roztok jódu podľa nasledujúceho postupu: v kadičke s objemom 150 cm^3 rozpustíte $2,5 \text{ g KI}$ a $0,167 \text{ g}$ jodičnanu draselného v 50 cm^3 destilovanej vody. Pridajte 12 cm^3 kyseliny sírovej ($c = 3 \text{ mol dm}^{-3}$), prelejte do odmernej banky a doplňte na celkový objem 250 cm^3 .

Zapíšte rovnice vystihujúce chemické premeny pri vzniku jódu v štandardnom roztoku.

Vypočítajte koncentráciu jódu v štandardnom roztoku.

Úloha 2 Stanovenie presnej koncentrácie odmerných roztokov

2.1 Stanovte presnú koncentráciu odmerného roztoku NaOH:

Do titračnej banky pipetujte $20,0 \text{ cm}^3$ štandardného roztoku hydrogénftalanu draselného, ktorý ste pripravili v úlohe 1.3. Titrujte **odmerným** roztokom hydroxidu sodného (pripraveného v úlohe 1.2) na indikátor tymolftaleín do modrého sfarbenia stáleho aspoň 30 s. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

Zapíšte rovnicu vystihujúcu chemické premeny, ku ktorým došlo v priebehu stanovenia.

Vypočítajte presnú koncentráciu hydroxidu sodného v **odmernom** roztoku (pripraveného v úlohe 1.2)

Vypočítajte koncentráciu roztoku NaOH, ktorý ste pripravili v úlohe 1.1 (cK)

2.2 Stanovte presnú koncentráciu odmerného roztoku kyseliny askorbovej:

Do titračnej banky pipetujte $20,0 \text{ cm}^3$ štandardného roztoku jódu, ktorý ste pripravili v úlohe 1.5. Titrujte odmerným roztokom kyseliny askorbovej do žltého sfarbenia. Pridajte škrobový indikátor a dotitrujte do vymiznutia modrofialovej farby. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

Zapíšte rovnice vystihujúce chemickú premenu pri reakcii kyseliny askorbovej so štandardným roztokom jódu.

Vypočítajte presnú koncentráciu kyseliny askorbovej v odmernom roztoku.

Úloha 3 Príprava ionexu a kolóny

3.1 Silne kyslý katex nechajte napučať v demineralizovanej vode minimálne 24 hodín.

Objem vody má byť minimálne dvadsaťnásobkom objemu katexu.

3.2 Kolónu (použite byretu s objemom 25 cm^3) upravte nasledujúcim spôsobom: na spodok byrety vložte vatú a nalejte na ňu asi 10 cm^3 demineralizovanej vody. Vodu vypustíte. Pomocou odmerného valca odmerajte presne známy objem ($7-8 \text{ cm}^3$) napučaného katexu. Katex preneste pomocou demineralizovanej vody

kvantitatívne do byrety. Hladinu vody upravte tak, aby bola na úrovni hladiny katexu.

3.3 Kolónu preveďte do H^+ cyklu: do kolóny postupne nalejte 25 cm^3 kyseliny chlorovodíkovej s koncentráciou $c = 2\text{ mol dm}^{-3}$. Kyselina má kolónou pretekať rýchlosťou 2 kvapky za sekundu. Potom kolónu rovnako rýchlo premývajte demineralizovanou vodou až do neutrálnej reakcie eluátu (pH eluátu kontrolujte pomocou indikátorového prúžku).

Úloha 4 Stanovenie približnej hodnoty kapacity ionexu

4.1 Hladinu demineralizovanej vody zarovnajete na úroveň katexu.

4.2. Byretu doplňte roztokom hydroxidu sodného s presne známou koncentráciou blízkou $c(KAP)$, ktorý ste pripravili v úlohe 1.1.

4.3 Do titračnej banky nalejte asi 20 cm^3 demineralizovanej vody a pridajte 3-4 kvapky indikátora tymolftaleín.

4.4 Z byrety postupne vypúšťajte do titračnej banky roztok NaOH, kým nepozorujete trvalé modré sfarbenie roztoku. Zaznamenajte si spotrebovaný objem. V prípade, že farebnú zmenu nedosiahnete, kým hladina roztoku v byrete klesne na úroveň katexu, poznačte si už spotrebovaný objem a doplňte byretu opäť roztokom hydroxidu sodného.

4.5 Zregenerujte katex (postup je opísaný v úlohe 3.3) a vykonajte paralelné stanovenie.

4.6 Zapište rovnice vystihujúce chemické premeny na katexe.

4.7 Vypočítajte kapacitu katexu a uveďte ju v $\text{mmol } H^+/\text{cm}^3$.

4.8 Opäť zregenerujte katex.

Úloha 5 Úprava vzorky a delenie na ionexe

5.1 Vzorka obsahujúca železitú a zinočnatú soľ je pripravená v liekovke. Vzorku kvantitatívne preneste do odmernej banky a pripravte z nej 100 cm^3 zásobného roztoku.

- 5.2 Pod chromatografickú kolónu si pripravte odmernú banku s objemom 250 cm³ na zachytávanie eulátu. Do kolóny dávajte 10,0 cm³ zásobného roztoku vzorky. Vzorka má kolónou pretekať rýchlosťou 2 kvapky za sekundu. Po pretečení vzorky premývajte kolónu demineralizovanou vodou.
- 5.3 Po naplnení odmernej banky približne do polovice objemu skontrolujte pH eluátu. V prípade, že je neutrálny, považujte výmenu Fe³⁺ a Zn²⁺ iónov za ukončenú. V prípade, že eluát je ešte kyslý, pokračujte v premývaní kolóny.
- 5.4 Po dosiahnutí neutrálnej reakcie eluátu doplňte jeho objem po rysku a pripravte homogénny zásobný roztok eluátu na titračné stanovenie.
- 5.5 Do vhodnej titračnej banky pipetujte 50,0 cm³ zásobného roztoku eluátu.
- 5.6 Titrujte **odmerným** roztokom hydroxidu sodného (z úlohy 1.2) s presne známou koncentráciou na metylčerveň ako indikátor.
- 5.7 Zapište rovnice vystihujúce chemické premeny na katexe po pridaní vzorky. Vypočítajte látkové množstvo H⁺ iónov, ktoré sa z katexu uvoľnili. Vypočítajte, aké látkové množstvo H⁺ iónov by sa uvoľnilo, ak by ste použili celú vzorku z liekovky.

Úloha 6 pH-metrické stanovenie koncentrácie H⁺ iónov v eluáte

- 6.1 Pripravte si *pH* meter na meranie.
- 6.2 Podľa návodu na prácu s prístrojom odmerajte *pH* eluátu, ktorý ste získali delením na ionexe. Meranie opakujte aspoň trikrát.
- 6.3 Zo získanej hodnoty *pH* vypočítajte koncentráciu H⁺ iónov v eluáte.
- 6.4 Porovnajte hodnoty (napríklad látkové množstvo H⁺ iónov v eluáte) stanovené titračným a *pH*-metrickým stanovením.

Úloha 7 Askorbimetrické stanovenie železitej soli

- 7.1 Byretu si naplňte odmerným roztokom kyseliny askorbovej s presne známou koncentráciou.
- 7.2 Do titračnej banky pipetujte 10,0 cm³ zásobného roztoku vzorky. Pridajte asi 25 cm³ demineralizovanej vody a zmes zahrejte na teplotu asi 80 - 90 °C. Do

horúcej zmesi pridajte 4-5 kvapiek 25 %-ného roztoku kyseliny sulfosalicylovej (indikátor).

7.3 Roztok titrujte za horúca odmerným roztokom do úplného vymiznutia fialového sfarbenia. V blízkosti ekvivalentného bodu titrujte pomaly a udržiajte teplotu reakčnej zmesi na predpísanej hodnote.

Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

7.4 Zapíšte rovnice vystihujúce chemické premeny počas stanovenia.

Vypočítajte látkové množstvo železitých iónov v zásobnom roztoku vzorky a tiež látkové množstvo a hmotnosť železitých iónov v pôvodnej vzorke.

Úloha 8 Výpočet látkového množstva a hmotnosti zinočnatej soli

8.1 Z výsledkov alkalimetrického stanovenia (úloha 5) a askorbimetrického stanovenia vypočítajte látkové množstvo a hmotnosť zinočnatých iónov v pôvodnej vzorke.

8.2 Namerané a vypočítané hodnoty zapíšte do odpovedového hárka.

Poznámka:

Hodnoty molových hmotností, hustôt roztokov, prípadne informácie o príprave tlmivých roztokov vyhľadajte v tabuľkách.

Odpoveďový hárok z analytickej PRAXE

Škola:		
Meno súťažiaceho:		
Celkový počet pomocných bodov:	Podpis hodnotiteľa:	
Celkový počet bodov:		
Úloha 1.1	Výpočet objemu 40 %-ného NaOH ($V(40\text{NaOH})$) na prípravu roztoku (c blízka $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$)	
Úloha 1.2	Výpočet objemu roztoku NaOH ($V(K)$ z úlohy 1.1) na prípravu odmerného roztoku (c blízka $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$)	
Úloha 1.3	Výpočet hmotnosti hydrogénftalanu draselného:	
	Hmotnosť hydrogénftalanu draselného použitá na prípravu štandardného roztoku	$M(\text{ST}_1) =$
	Výpočet presnej koncentrácie štandardného roztoku 1:	
Úloha 1.4	Výpočet hmotnosti kyseliny askorbovej:	

Úloha 1.5	Hmotnosť jodičnanu draselného	$M(ST_3) =$		
	Rovnica, ktorá vystihuje chemické premeny pri príprave štandardného roztoku 3:			
	Výpočet presnej koncentrácie štandardného roztoku jódu:			
Úloha 2.1	Spotreba odmerného roztoku NaOH na štandardizáciu:			
	Akceptovaná hodnota:			
	Rovnica, ktorá vystihuje chemické premeny pri štandardizácii roztoku NaOH:			
	Výpočet presnej koncentrácie odmerného roztoku NaOH (z úlohy 1.2)			
Výpočet koncentrácie $c(K)$ roztoku NaOH (z úlohy 1.1)				
Úloha 2.2	Spotreba odmerného roztoku kyseliny askorbovej na štandardizáciu:			

	Akceptovaná hodnota:		
	Rovnica vystihujúca chemické premeny pri štandardizácii roztoku kyseliny askorbovej:		
	Výpočet presnej koncentrácie odmerného roztoku kyseliny askorbovej:		
Úloha 3	Presný objem katexu, ktorý sa použil ako náplň kolóny:	V(KAT) =	
Úloha 4.4	Objem roztoku NaOH zistený pri stanovení kapacity ionexu		
Úloha 4.5	Zápis rovnice, ktorá vystihuje chemické premeny na katexe		
Úloha 4.6	Výpočet kapacity katexu:		
Úloha 5.6	Spotreba odmerného roztoku NaOH na stanovenie eluátu		

	Akceptovaná hodnota:			
Úloha 5.7	Rovnica, ktorá vystihuje chemické premeny na katexe po pridaní vzorky:			
	Výpočet látkového množstva H ⁺ iónov v titrovanom podiele eluátu:			
	Výpočet látkového množstva H ⁺ iónov, ktoré by sa uvoľnili, ak by sa použil celý objem vzorky.			
Úloha 6.2	Nameraná hodnota <i>pH</i> eluátu:			
	Akceptovaná hodnota			
	Výpočet koncentrácie H ⁺ iónov v eluáte a celkového látkového množstva H ⁺ iónov:			

	Porovnanie látkového množstva H ⁺ iónov v eluáte (titračné vs.pH-metrické stanovenie)		
Úloha 7.3	Spotreba odmerného roztoku kyseliny askorbovej na stanovenie:		
	Akceptovaná hodnota:		
Úloha 7.4	Rovnica, ktorá vystihuje chemické premeny pri stanovení Fe ³⁺ :		
	Výpočet látkového množstva Fe ³⁺ v titrovanom podiele vzorky:		
	Výpočet látkového množstva Fe ³⁺ v celej vzorke:		
	Výpočet hmotnosti Fe ³⁺ v celej vzorke		

Úloha 8.1	Výpočet hmotnosti zinočnatých iónov v pôvodnej vzorke:
---------------------	--

Autori: Ing.Daniel Vašš, Ing. Alena Dolanská, Mgr.Ladislav Blaško,
Ing.Elena Kulichová, Ing.Martina Gánovská

Recenzenti: Ing.Daniel Vašš, Ing.Alena Olexová, Ing.Juraj Malinčík
Mgr.Pavλίna Gregorová., Ing. Martina Gánovská,
Ing.Anna Ďuricová, PhD.

Redakčná úprava: Ing.Ludmila Glosová (vedúca autorského kolektívu)

Slovenská komisia Chemickej olympiády

Vydal: IUVENTA – Slovenský inštitút mládeže, Bratislava 2019