

RIEŠENIE PRAKTICKEJ ÚLOHY Z ANALYTICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 56. ročník – školský rok 2019/2020
Krajské kolo

Pavol Tarapčík, Jozef Sochr, Martin Němeček

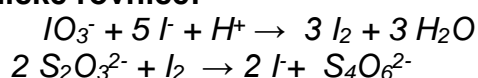
Maximálne 25 bodov (63 pb, 1 pb = 0,39683 b)

Vzor riešenia: **Stanovenie acetónu jodometricky**

Štandardizácia roztoku tiosíranu

Chemické rovnice:

1 pb



Výpočet „vhodného“ pipetovaného objemu štandardu:

2 pb

Roztok tiosíranu má mať koncentráciu asi $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ a pri použití 25 cm^3 byrety je vhodné mať spotreby okolo 20 cm^3 .

$$n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3} \cdot 0,02 \text{ dm}^3 = 10^{-3} \text{ mol}$$

roztok jodičnanu má približnú koncentráciu $0,02 \text{ mol dm}^{-3}$ a stechiometria reakcií dáva pomer

$$n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) : n(\text{IO}_3^-) = 6 : 1$$

$$\text{teda } n(\text{IO}_3^-) = n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / 6$$

$$V(\text{IO}_3^-) = n(\text{IO}_3^-) / c(\text{IO}_3^-) = 10^{-3} \text{ mol} / 6 / 0,02 \text{ mol dm}^{-3} = 8,33 \text{ cm}^3,$$

čo je blízko 10 cm^3

Pipetovaný objem štandardného roztoku : $V_1 = 10 \text{ cm}^3$

Spotreby pri jednotlivých relevantných titráciách:

$22,00 \text{ cm}^3$ $22,10 \text{ cm}^3$ $21,90 \text{ cm}^3$

max 3+10 pb

Prijatá spotreba: $V_2 = 22,00 \text{ cm}^3$

1 pb

Výpočet:

2 pb

$$n(\text{KIO}_3) = c(\text{KIO}_3) \cdot V_1 = 0,01776 \text{ mol dm}^{-3} \cdot 10,00 \text{ cm}^3 = 1,776 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$n(\text{I}_2) = 3 \cdot n(\text{KIO}_3) = 5,327 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 2 \cdot n(\text{I}_2) = 1,0654 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) / V_2 = 1,0654 \cdot 10^{-3} \text{ mol} / 22,00 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,04828 \text{ mol dm}^{-3}$$

Štandardizácia roztoku jódu tiosíranom

Pipetovaný objem roztoku jódu : $V_3 = 10,00 \text{ cm}^3$

Spotreby pri relevantných titráciách:

$20,00 \text{ cm}^3$ $20,00 \text{ cm}^3$ $20,00 \text{ cm}^3$ **max 3+10 pb**

Prijatá spotreba: $V_4 = 20,00 \text{ cm}^3$ **1 pb**

Výpočet: **2 pb**

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V_4 = 0,04828 \text{ mol dm}^{-3} \cdot 20,00 \text{ cm}^3 = 9,686 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$n(\text{I}_2) = 0,5 \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 4,828 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$c(\text{I}_2) = n(\text{I}_2) / V_3 = 4,828 \cdot 10^{-4} \text{ mol} / 10,00 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{I}_2) = 4,828 \cdot 10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$$

Stanovenie acetónu

Pipetovaný objem vzorky: $V(\text{acetón}) = 10,00 \text{ cm}^3$

Celkový objem vzorky: $V_0(\text{acetón}) = 100,00 \text{ cm}^3$

Pipetovaný objem roztoku jódu: $V(\text{I}_2) = 25,00 \text{ cm}^3$

Spotreby pri relevantných titráciách:

$20,00 \text{ cm}^3$ $20,00 \text{ cm}^3$ $20,00 \text{ cm}^3$ **max 3+10 pb**

Prijatá spotreba: $V_5 = 20,00 \text{ cm}^3$ **1 pb**

Výpočet: **3 pb**

Pridané množstvo jódu:

$$n_0(\text{I}_2) = c(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) = 0,04828 \text{ mol dm}^{-3} \cdot 0,025 \text{ dm}^3 = 0,001207 \text{ mol}$$

Množstvo tiosíranu:

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V_5 = 0,04828 \text{ mol dm}^{-3} \cdot 0,02000 \text{ dm}^3 = 0,0009656 \text{ mol}$$

ekvivalentné množstvo zreagovaného jódu s tiosíranom

$$n_1(\text{I}_2) = n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) / 2 = 0,0004828 \text{ mol}$$

množstvo jódu zreagované s acetónom

$$n_2(\text{I}_2) = n_0(\text{I}_2) - n_1(\text{I}_2) = 0,001207 - 0,0004828 = 0,0007242 \text{ mol}$$

Množstvo acetónu pri titrácii:

$$n(\text{acetón}) = n_2(\text{I}_2) / 3 = 0,0002414 \text{ mol}$$

$$m(\text{acetón}) = n(\text{acetón}) \cdot M \cdot V_0(\text{acetón}) / V(\text{acetón})$$

$$= 0,0002414 \text{ mol} \cdot 58,07 \text{ g/mol} \cdot 100,00 \text{ cm}^3 / 10,00 \text{ cm}^3$$

$$m(\text{acetón}) = 0,1402 \text{ g}$$

<p>Napište v časticovom tvare reakcie, ktoré sú základom stanovenia: 3 pb</p> $I_2 + 2 OH^- \rightleftharpoons IO^- + I^- + H_2O$ $CH_3COCH_3 + 3 IO^- \rightleftharpoons CHI_3 + CH_3COO^- + 2 OH^-$ $I_2 + 2 S_2O_3^{2-} \rightleftharpoons 2 I^- + S_4O_6^{2-}$
<p>Vypočítajte, akej hmotnosti acetónu zodpovedá 1,00 cm³ roztoku jódu s koncentráciou 0,100 mol dm⁻³ 3 pb</p> <p>0,967 g</p>
<p>Aká látka sa vylúči ako žlté kryštáliky a prečo? 1 pb</p> <p><i>CHI₃ – vzhľadom na jeho nízku rozpustnosť vo vode.</i></p>
<p>Pri reakcii acetónu s jódom môže vznikáť súčasne malé množstvo mravčanu, čím sa o cca 2% zvýši výsledok. Napište túto vedľajšiu reakciu 2 pb</p> $CH_3COCH_3 + 5 IO^- + I^- + H_2O \rightleftharpoons 2 CHI_3 + HCOO^- + 5 OH^-$
<p>Koľko kyseliny chlorovodíkovej treba pridať do alkalického reakčnej zmesi po reakcii pred titrovaním nadbytku jódu tiosíranom. 2 pb</p> <p><i>Pri jodometrických stanoveniach prebieha oxidácia jodidov na jód kyslíkom zo vzduchu, ak je acidita príliš vysoká. Acidita 0,3 - 0,4 mol dm⁻³ (vypočítaná z dávkovaných množstiev kyseliny a uhličitanu) je vyhovujúca pri štandardizácii, teda aj tu použijeme takúto aciditu pridáme teda 10 ml 4 mol dm⁻³ roztoku kyseliny chlorovodíkovej.</i></p>

Pokyny pre organizátorov:

Potrebné chemikálie:

látka	forma	množstvo	H-vety	P-vety
roztok I ₂ , približne 0,05 mol dm ⁻³ asi 3,2 g I ₂ + asi 3,3 g KI	roztok	250 cm ³	312, 332, 400	273, 280
roztok Na ₂ S ₂ O ₃ , 0,05 mol dm ⁻³ asi 3,2 g Na ₂ S ₂ O ₃	roztok	250 cm ³	315, 319, 335	261 305+351+338
roztok KIO ₃ , asi 0,018XX mol dm ⁻³ , asi 0,38 g KIO ₃ presne známa koncentrácia	roztok	100 cm ³	272, 315, 319, 335	220, 261 305+351+338
NaOH, 4 mol dm ⁻³ roztok asi 16 g NaOH	roztok	100 cm ³	314	280, 301+330+331 305+351+338 303+361+353
HCl, (1:2) t.j. 4 mol dm ⁻³ roztok asi 33 cm ³ koncentrovanej HCl	roztok	100 cm ³	290, 315, 319, 335	261, 305+351+338
škrobový indikátor	roztok	50 cm ³	-	-
KI, M _r (KI) = 166,0	tuhý	5 g	372	314
NaHCO ₃ M _r (NaHCO ₃) = 84,01	tuhý	5 g	319	305+351+338
acetón (vodný roztok v uzavretej skúmavke), M _r (CH ₃ COCH ₃) = 58,08	roztok		225, 319, 336	210, 261, 305+351+338
deionizovaná/destilovaná voda				

Vzorka: do skúmavky sa presne pipetuje asi $V_x = 1,7 \text{ cm}^3$ acetónu a pridá sa asi 5 cm^3 deionizovanej vody, skúmavka sa tesne uzavrie zátkou ($\rho(\text{acetón}) = 0,784 \text{ g cm}^{-3}$)

Roztok tiosíranu: presnú (master) koncentráciu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ treba určiť rovnakým postupom ako súťažiaci

Roztok jódu: presnú (master) koncentráciu $c(\text{I}_2)$ treba určiť rovnakým postupom ako súťažiaci

Poznámka: pripravený roztok jódu odporúčame prefiltrovať cez sklenený filtračný lievnik, aby neobsahoval nerozpustené kryštálky jódu.

Pokyny pre hodnotenie

Hodnotenie správnosti a presnosti platí pre úlohu štandardizácia roztoku tiosíranu štandardizácia roztoku jódu a stanovenie acetónu

Správnosť: max. 30 pb podľa zhody s „master“ hodnotami

Relatívna odchýlka od správnej hodnoty	do 2%	10 pb
	do 4%	8 pb
	do 6%	6 pb
	do 8%	4 pb
	do 10%	2 pb

Presnosť: max. 9 pb

*Opakovateľnosť relevantných spotrieb	0,1 ml	3 pb
	0,2 ml	2 pb
	0,3 ml	1 pb

Výpočet master hodnoty **V2** pre hodnotenie štandardizácie roztoku tiosíranu

$$V2 = 6 \cdot V1 \cdot c(I O_3^-) / c(Na_2S_2O_3)$$

Výpočet master hodnoty **V4** pre hodnotenie štandardizácie roztoku jódu

$$V4 = 2 \cdot V3 \cdot c(I_2) / c(Na_2S_2O_3)$$

Výpočet master hodnoty **V5** pre hodnotenie titrácie roztoku vzorky acetónu

$$V5 = (2 \cdot c(I_2) \cdot V(I_2) - 6 \cdot V(\text{acetón}) \cdot Vx \cdot \rho(\text{acetón}) / (V_0(\text{acetón}) \cdot M)) / c(Na_2S_2O_3)$$

Pomôcky:

byreta 25 cm³, pipeta nedelená 5, 10, 20, 25 cm³

odmerný valec 5, 50 cm³, odmerná banka 2x 250 cm³, 2x 10 cm³

kadička 250 cm³, 2x 50 až 100 cm³ Erlenmayerova banka so zátkou 3x 250 cm³

byretový lievik, hodinové sklo 2x, sklená tyčinka

kvapkadlá, lapák, stojan, špachtľa, balónik

pH papierik, filtračný papier, strička s deionizovanou vodou

Bezpečnostné informácie:

Rizikové vety

H225 Veľmi horľavá kvapalina a pary.

H272 Môže prispieť k rozvoju požiaru; oxidačné činidlo.

H312 Škodlivý pri kontakte s pokožkou.

H314 Spôsobuje vážne poleptanie kože a poškodenie očí.

H315 Dráždi kožu.

H319 Spôsobuje vážne podráždenie očí.

H332 Škodlivý pri vdýchnutí.

H335 - Môže spôsobiť podráždenie dýchacích ciest.

H336Môže spôsobiť ospalosť alebo závraty

H372 Spôsobuje poškodenie orgánov (Štítna žľaza) pri dlhšej alebo opakovanej expozícii požitím.

H400 Veľmi toxický pre vodné organizmy.

Bezpečnostné oznámenie

P210 Uchovávejte mimo dosahu tepla/iskier/otvoreného ohňa/horúcich povrchov. Nefajčite.

P220 Uchovávejte/skladujte mimo odevov/horľavých materiálov

P261 Zabráňte vdychovaniu prachu/ dymu/ plynu/ hmly/ pár/ aerosólov.

P273 Zabráňte uvoľneniu do životného prostredia.

P280 Noste ochranné rukavice/ ochranný odev.

P314 Ak pociťujete zdravotné problémy, vyhľadajte lekársku pomoc/ starostlivosť.

P305+351+338 – Po zasiahnutí očí: Niekoľko minút ich opatrne vyplachujte vodou. Ak používate kontaktné šošovky a je to možné, odstráňte ich. Pokračujte vo vyplachovaní.

P301+P330+P331 Po požití: vypláchnite ústa. Nevyvolávajte zvracanie.

P303+P361+P353 Pri kontakte s pokožkou (alebo vlasmi): Všetky kontaminované časti odevu okamžite vyzlečte. pokožku opláchnite vodou/sprchou.

RIEŠENIE A HODNOTENIE PRAKTICKÝCH ÚLOH Z ORGANICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 56. ročník – školský rok 2019/20
Krajské kolo

Samuel Andrejčák

Maximálne 15 bodov

Úloha 1 (10 b)

Hmotnosť rekryštalizovaného produktu, vysušeného státím cez noc (8 b)

$m \leq 0,75$ g	počet bodov = $8 \cdot m / 0,75$ b
$0,75$ g $\leq m \leq 1,0$ g	plný počet bodov (8 b)
$1,0$ g $\leq m \leq 1,3$ g	počet bodov = $8 \cdot [1 - (m - 1,0) / 0,3]$ b
$m \geq 1,3$ g	0 b

Ak súťažiaci produkt neprekryštalizoval, po vysušení cez noc sa pridelia body:

$m \leq 0,95$ g	počet bodov = $4 \cdot m / 0,95$ b
$0,95$ g $\leq m \leq 1,25$ g	počet bodov = $4 \cdot [1 - (m - 0,95) / 0,3]$ b
$m \geq 1,25$ g	0 b

Tenkvrstvá chromatografia (1 b)

Označenie platničky štart, cieľ, VL, P	4 x 0,10 b = 0,4 b
Vyvolanie platničky	na platničke je správna škvrna VL 0,3 b ($R_F \approx 0,1$) na platničke je správna škvrna P 0,3 b ($R_F \approx 0,92$) (v prípade, že sa v produkte nachádza aj VL 0 b)

Kontrola teploty topenia (1 b)

Špičku teplomera potrite jemnou vrstvou silikónovej vazelíny. Následne špičku potrite o vysušený produkt, tak aby na nej ostal zachytený. Teplomer dajte do lapáka nad miešadlo s ohrevom a spustite ho tak, aby sa špička priamo dotýkala výhrevnej časti miešadla. Sledujte a zaznamenajte, kedy sa pozorovaná látka roztaví. (autorský interval hodnoty t.t. je 194,8 – 200,2 °C)

celá látka sa roztopí v rozmedzí 192-202 °C	1 b
celá látka sa začne topiť pod 192 °C a celá sa roztopí do 202 °C	0,5 b
časť látky ostane neroztopená do 202 °C	0 b

Úloha 2 (1,0 b = 2 x 0,5 b)

Odčítanie vzdialeností škvŕn a výpočet R_F hodnoty VL a P po 0,5 b. R_F má byť uvedená na dve desatinné miesta. V opačnom prípade zrážky po 0,05 b.

Úloha 3 (1,0 b = 5 x 0,5 b)

Benzaldehyd = A

$$n_A = m_A/M_A = V_A \cdot \rho_A/M_A = 0,30 \text{ cm}^3 \cdot 1,04 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}/106 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 2,94 \cdot 10^{-3} \text{ mol} = \xi_A$$

(0,2 b)

Dimedón = B

$$n_B = m_B/M_B = 1,0 \text{ g}/140 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 7,1 \cdot 10^{-3} \text{ mol}, \xi_B = n_B/v_B = 7,1 \cdot 10^{-3}/2 = 3,6 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

(0,2 b)

limitujúcou látkou je benzaldehyd (0,2 b)

produkt = C

$$n_C = n_A, m_C = n_A \cdot M_C = 2,94 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot 368 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 1,08 \text{ g} \quad (0,2 \text{ b})$$

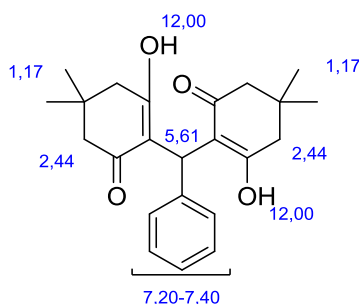
Výtťažok reakcie: (autor = 73%)

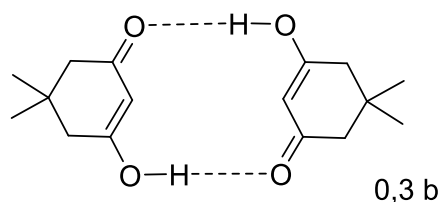
$$\frac{\text{reálna hmotnosť produktu}}{\text{teoretická hmotnosť produktu}} \cdot 100 \% = \text{percentuálny výtťažok reakcie}$$

(0,2 b)

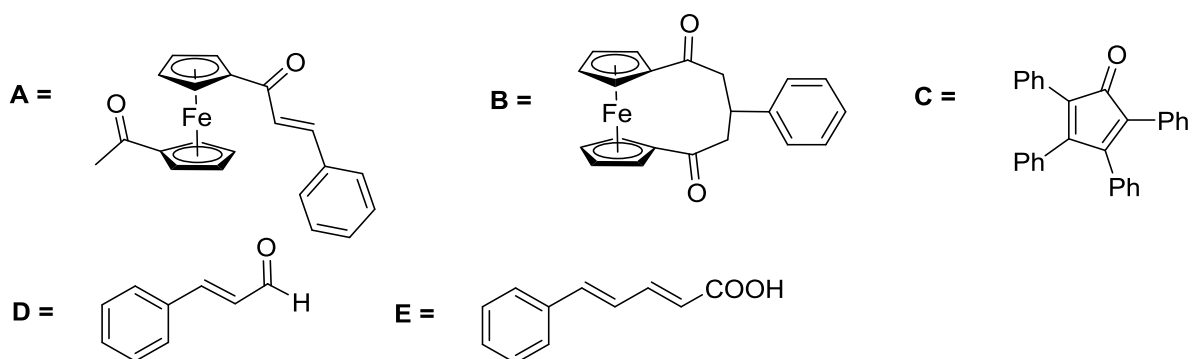
Výtťažok v g má byť zaokrúhlený na dve desatinné miesta, pri uvádzaní väčšieho počtu platných číslíc strhnúť 0,05 b.

Úloha 4 (0,5 b = 5 x 0,1 b)

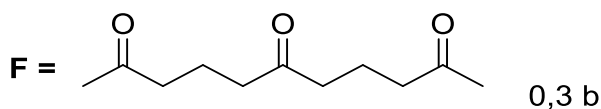


Úloha 5 (0,5 b = 0,3 + 0,2 b)

5,5-dimethylcyclohexán-1,3-dión (názov pre keto formu 0,2 b)

Úloha 6 (1,5 b = 5 x 0,3 b)**Úloha 7 (0,5 b)**

Pomer počtu jednotlivých atómov v molekule vypočítame vydelením percentuálneho zastúpenia relatívnymi atómovými hmotnosťami: $66,64/12 : 9,15/1 : 24,21/16 = 5,553 : 9,15 : 1,576$, čo pri počte 11 uhlíkov (rovnaký počet C vo východiskovej látke) dáva vzorec $C_{11}H_{18}O_3$ (0,2 b). V prípade uvedenia diketónu ako východiskovej látky prideliť za štruktúru 0,2 b.



Autori: RNDr. Pavol Tarapčík, CSc., Ing. Jozef Sochr, PhD., Ing. Martin Němeček, PhD., Samuel Andrejčák

Vedúci autorského kolektívu: doc. Ing. Ján Reguli, CSc.

Recenzenti: Ing. Elena Kulichová, doc. RNDr. Peter Magdolen PhD.

Slovenská komisia chemickej olympiády

Vydal: IUVENTA – Slovenský inštitút mládeže, Bratislava 2020