MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ, MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY

Ústřední komise
Chemické olympiády

VŠCHT PRAHA

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

56. ročník

2019/2020

ŠKOLNÍ KOLO

Kategorie A

Praktická část – Zadání

40 bodů

Soutěžní číslo

PRAKTICKÁ ČÁST 40 BODŮ

Autor **Doc. Ing. Petr Exnar, CSc.**

Technická univerzita v Liberci

Recenze **RNDr. Jakub Hraníček, Ph.D.**

PřF UK, Praha

RNDr. Václav Soukup

Masarykovo gymnázium, Plzeň

Praktická část letošního ročníku kategorie A bude věnována analytické problematice anorganického znečištění přírodních i odpadových vod. Vyzkoušíte si nejen kvalitativní analýzu významných kovových kationtů a anorganických aniontů, ale také využití argentometrických, acidobazických a komplexometrických titrací pro jejich kvantitativní stanovení. Ve školním kole bude kvalitativní analýza kovových kationtů a v krajském kole kvalitativní analýza aniontů. V celostátním kole pak bude kvalitativní stanovení jak vybraných kationtů, tak aniontů. Věnujte samozřejmě pozornost i správné laboratorní praxi, jako je například zacházení s odměrným sklem a provedení titračního stanovení.

V doporučené literatuře se zaměřte na pojmy „kvalitativní stanovení anorganických látek“, „acidobazické titrace“, “komplexometrie” a „argentometrie“, s důrazem na pochopení jednotlivých stanovení, správného provedení a vyhodnocení experimentu ve spojení s výpočty týkajících se výsledků analýzy.

Doporučená literatura:

1) Z. Holzbecher, J. Jeník, L. Šůcha, F. Vláčil, J. Vrbský: Analytická chemie, SNTL/Alfa 1968, str. 289–312.

2) A. Okáč: Analytická chemie kvalitativní, Academia 1966, str. 214–219, 249–257, 316–331, 345–356, 407–412, 467–481.

3) M. Bartoš, J. Šrámková, V. Staněk, F. Renger, J. Kalous: Analytická chemie I, Univerzita Pardubice 2004, dostupné na: http://meloun.upce.cz/docs/analchem1/skripta.pdf, str. 23–56, 102–105, 107–123, 144–150.

4) M. Bartoš, I. Švancara, J. Šrámková: Laboratorní cvičení z analytické chemie I., Univerzita Pardubice 2004, dostupné na: http://www.chemici.borec.cz/txt/anal_lab.pdf, str. 7–58, 69–80.

Úloha 1 Stanovení obsahu stříbra argentometrickou metodou (titrací podle Volharda) 20 bodů

Roztok thiokyanatanu amonného tvoří v prostředí kyseliny dusičné s kationtem stříbrným nerozpustnou bílou sraženinu thiokyanatanu stříbrného. Jako indikátor slouží kationt železitý. Po dosažení ekvivalence se začne tvořit s přebytečným aniontem thiokyanatanovým intenzivně červeně zbarvený rozpustný komplex $Fe[Fe(SCN)_6]$. Uvedené stanovení může sloužit i pro nepřímé stanovení obsahu halogenidových aniontů v roztoku po přidání přebytku roztoku dusičnanu stříbrného a zpětnou titrací nezreagovaného kationtu stříbrného roztokem thiokyanatanu amonného.

Úkol:

Odměrným roztokem NH_4SCN stanovte obsah stříbra v předloženém vzorku na indikátor roztok síranu železitoamonného. V ekvivalenci vzniká červenohnědé zbarvení komplexu $Fe[Fe(SCN)_6]$. Vyjádřete obsah stříbra (jako Ag) v předloženém roztoku ve formě g dm^{-3}.

Pomůcky:

- byreta 25 ml
- laboratorní stojan s držákem byrety
- titrační baňky 250 ml 2 kusy
- pipeta 10 ml
- pipetík nebo pipetovací balonek
- odměrný váleček 5 ml
- odměrný váleček 50 ml
- skleněná hnědá lahvička 100 ml na roztok $AgNO_3$
- skleněná lahvička 250 ml na odměrný roztok NH_4SCN
- skleněná lahvička 250 ml na roztok HNO_3
- malá plastová nebo skleněná lahvička 25 ml (např. Bralen) na roztok $(NH_4)Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$
- kádinka 25 ml 2 kusy
- malá nálevka
- střička s dest. vodou
- Mendělejevova periodická tabulka prvků s relativními atomovými hmotnostmi

Chemikálie:

- roztok s obsahem kationtu stříbrného
- NH_4SCN; c = 0,05 mol dm^{-3}
- $(NH_4)Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$; cca 40% roztok
- HNO_3; c = 1 mol dm^{-3}

Pracovní postup:

1) Do titrační baňky napipetujte 10,0 ml předloženého roztoku s obsahem kationtu stříbrného a pipetu ihned opláchněte destilovanou vodou.

2) Dále do titrační baňky přidejte odměrným válečkem 1 ml indikátoru (40% roztoku síranu železitoamonného) a 30 ml zředěné HNO_3 (c = 1 mol dm^{-3}).

3) Připravenou směs titrujte roztokem thiokyanatanu amonného (c = 0,05 mol dm^{-3}) za stálého míchání do prvního trvalého červenohnědého zbarvení.

4) Stanovení proveďte opakovaně (1x orientačně, 3x přesně) a z přesných stanovení vypočítejte průměr (na dvě desetinná místa).

5) Ze získaných výsledků vypočítejte hmotnostní koncentraci stříbra v předloženém roztoku (jako Ag) ve formě g dm^{-3}.

6) Napište a vyčíslete rovnice reakcí uvedených v pracovním listu.

Úloha 2 Kvalitativní stanovení kovových kationtů 20 bodů

V průmyslově znečištěných vodách se vyskytuje řada kationtů kovů. Před jejich případným kvantitativním stanovením je nutné určit kvalitativně další přítomné kationty, které by mohly zkreslit výsledky stanovení.

Úkol:

V předložených vzorcích roztoků kvalitativně určete přítomnost významných koncentrací kationtů vybraných kovů (Fe^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Ag^{+}, Cu^{2+}, Co^{2+}, Pb^{2+} a Ba^{2+}).

Pomůcky:

- zkumavky (cca 20 kusů)
- stojan na zkumavky (1 kus)
- kádinka 400 nebo 600 ml na zásobní zkumavky (1 kus)
- nádobky na vzorky a roztoky 50 až 60 ml 6 kusů, nejlépe plastové s kapátkem Bralen 60 ml
- nádobky na roztoky 25 ml 8 kusů, nejlépe plastové s kapátkem Bralen 25 ml
- pH papírky

Chemikálie:

- vzorky s obsahem vybraných kovů: Fe^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Ag^{+}, Cu^{2+}, Co^{2+}, Pb^{2+} a Ba^{2+}
- činidla:
    - roztok hexakyanoželezitanu draselného; *cca 0,5% roztok*
    - roztok dimethylglyoximu; *1% roztok dimethylglyoximu v ethanolu*
    - roztok kyseliny dusičné; *c = 2 mol dm*$^{-3}$
    - roztok amoniaku; *c = 2 mol dm*$^{-3}$
    - roztok thiokyanatanu draselného; *cca 0,5% roztok*
    - roztok kyseliny chlorovodíkové; *c = 2 mol dm*$^{-3}$
    - roztok hexakyanoželeznatanu draselného; *cca 0,5% roztok*
    - roztok KI; *cca 0,5% roztok*
    - roztok kyseliny sírové; *c = 2 mol dm*$^{-3}$
    - roztok vínanu amonného

Pracovní postup:

1) Do zkumavky odlejte vždy po cca 1 ml roztoku (cca 1 cm ve zkumavce) a pomocí specifických reakcí určete přítomné kationty vybraných prvků. V každé zkumavce jsou přítomny vždy dva sledované kovové kationty ve významném množství.

2) Napište a vyčíslete rovnice reakcí uvedených v pracovním listu.

SPECIFICKÉ REAKCE:

Kation železnatý Fe^{2+}

a) Roztok hexakyanoželezitanu draselného reaguje v neutrálním nebo slabě kyselém prostředí s Fe^{2+} za vzniku intenzivně modrého zbarvení až sraženiny (berlínská modř).

b) K roztoku s Fe^{2+} se přidá stejný objem činidla dimethylglyoximu a dále roztok amoniaku ($c = 2$ mol dm^{-3}) do alkalické reakce. Důkazem je vznik intenzivně červeného zbarvení (ne sraženiny).

Kation železitý Fe^{3+}

a) Roztok hexakyanoželeznatanu draselného reaguje ve slabě kyselém prostředí s Fe^{3+} za vzniku intenzivně modrého zbarvení až sraženiny (berlínská modř).

b) Ke slabě kyselému roztoku s Fe^{3+} se přidá několik kapek roztoku thiokyanatanu draselného. Důkazem je vznik intenzivně červeného zbarvení.

Kation nikelnatý Ni^{2+}

a) K roztoku s Ni^{2+} se přidá stejný objem činidla dimethylglyoximu a dále roztok amoniaku ($c = 2$ mol dm^{-3}) do alkalické reakce. Důkazem je vznik červené sraženiny.

Kation stříbrný Ag^{+}

a) Roztok HCl sráží v kyselém prostředí bílou sraženinu AgCl, rozpustnou v přebytku NH_4OH ($c = 2$ mol dm^{-3}). Po okyselení roztoku se sraženina opět vylučuje.

b) Roztok KI sráží ve slabě kyselém nebo neutrálním prostředí slabě žlutou sraženinu AgI, která není rozpustná v amoniaku (tam pouze bělá) ani v roztoku vínanu amonného.

Kation měďnatý Cu^{2+}

a) K roztoku s Cu^{2+} se přidá přebytek roztoku amoniaku ($c = 2$ mol dm^{-3}) do alkalické reakce. Důkazem je vznik intenzivně modrofialového zbarvení.

b) Roztok hexakyanoželeznatanu draselného reaguje v neutrálním nebo slabě kyselém prostředí s Cu^{2+} za vzniku hnědé sraženiny nebo hnědého zbarvení. Stanovení ruší přítomnost Fe^{3+} vznikem modrého zbarvení nebo sraženiny (berlínská modř).

Kation kobaltnatý Co^{2+}

a) K neutrálnímu roztoku s Co^{2+} se přidá stejný objem činidla dimethylglyoximu a dále roztok kyseliny chlorovodíkové ($c = 2$ mol dm^{-3}) do kyselé reakce. Důkazem je vznik intenzivně hnědého zbarvení stálého v kyselém prostředí.

Kation olovnatý Pb^{2+}

a) Roztok KI sráží ve slabě kyselém nebo neutrálním prostředí sytě žlutou sraženinu PbI_2.

b) Roztok kyseliny sírové sráží málo rozpustný $PbSO_4$, který je však rozpustný v amoniakálním roztoku vínanu amonného (rozdíl proti $BaSO_4$). Je však nutné přidat amoniak do alkalické reakce a dále přebytek roztoku vínanu.

Kation barnatý Ba^{2+}

a) Roztok kyseliny sírové sráží velmi málo rozpustný $BaSO_4$, který je nerozpustný v silně alkalickém prostředí vínanu (rozdíl proti $PbSO_4$).

Soutěžní číslo

PRACOVNÍ LIST

Úloha 1 Stanovení obsahu stříbra argentometrickou metodou (titrací podle Volharda) 30 bodů

1) Spotřeby roztoku thiokyanatanu amonného

Předběžné stanovení [ml]	1. stanovení [ml]	2. stanovení [ml]	3. stanovení [ml]	Průměrná spotřeba [ml]

body:

2) Výpočet hmotnostní koncentrace stříbra ve vzorku:

body:

3) Napište a vyčíslete následující rovnice.

a) reakce thiokyanatanu amonného s dusičnanem stříbrným

b) reakce thiokyanatanu amonného se síranem železitoamonným

body:

Soutěžní číslo

Úloha 2 Kvalitativní stanovení kovových kationtů

20 bodů

1) Kvalitativní stanovení kovových iontů

Vzorek 1 přítomné kationty	Vzorek 2 přítomné kationty	Vzorek 3 přítomné kationty	Vzorek 4 přítomné kationty

body:

2) Napište a vyčíslete následující rovnice.

a) reakce roztoků chloridu amonného a dusičnanu stříbrného (iontově)

b) reakce roztoků dusičnanu olovnatého a síranu amonného (iontově)

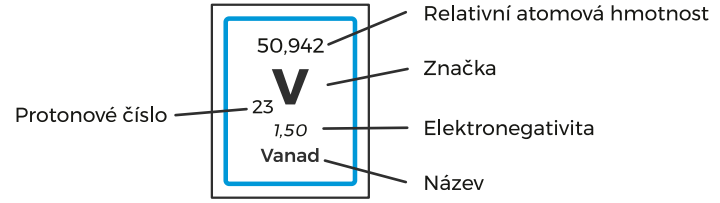
c) reakce roztoku hydroxidu amonného s chloridem stříbrným

d) reakce roztoku síranu měďnatého s hydroxidem amonným

body:

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

PERIODICKÁ SOUSTAVA PRVKŮ



	1 I. A	2 II. A	3 III. B	4 IV. B	5 V. B	6 VI. B	7 VII. B	8 VIII. B	9 VIII. B	10 VIII. B	11 I. B	12 II. B	13 III. A	14 IV. A	15 V. A	16 VI. A	17 VII. A	18 VIII. A
1	1,00794 1 **H** *2,20* Vodík																	4,0026 2 **He** Helium
2	6,941 3 **Li** *0,97* Lithium	9,0122 4 **Be** *1,50* Beryllium											10,811 5 **B** *2,00* Bor	12,011 6 **C** *2,50* Uhlík	14,007 7 **N** *3,10* Dusík	15,999 8 **O** *3,50* Kyslík	18,998 9 **F** *4,10* Fluor	20,179 10 **Ne** Neon
3	22,990 11 **Na** *1,00* Sodík	24,305 12 **Mg** *1,20* Hořčík											26,982 13 **Al** *1,50* Hliník	28,085 14 **Si** *1,70* Křemík	30,974 15 **P** *2,10* Fosfor	32,06 16 **S** *2,40* Síra	35,453 17 **Cl** *2,80* Chlor	39,948 18 **Ar** Argon
4	39,098 19 **K** *0,91* Draslík	40,078 20 **Ca** *1,00* Vápník	44,956 21 **Sc** *1,30* Skandium	47,867 22 **Ti** *1,30* Titan	50,942 23 **V** *1,50* Vanad	51,996 24 **Cr** *1,60* Chrom	54,938 25 **Mn** *1,60* Mangan	55,845 26 **Fe** *1,60* Železo	58,933 27 **Co** *1,70* Kobalt	58,693 28 **Ni** *1,70* Nikl	63,546 29 **Cu** *1,70* Měď	65,38 30 **Zn** *1,70* Zinek	69,723 31 **Ga** *1,80* Gallium	72,61 32 **Ge** *2,00* Germanium	74,922 33 **As** *2,20* Arzen	78,971 34 **Se** *2,50* Selen	79,904 35 **Br** *2,70* Brom	83,798 36 **Kr** Krypton
5	85,468 37 **Rb** *0,89* Rubidium	87,62 38 **Sr** *0,99* Stroncium	88,906 39 **Y** *1,10* Yttrium	91,224 40 **Zr** *1,20* Zirkonium	92,906 41 **Nb** *1,20* Niob	95,95 42 **Mo** *1,30* Molybden	~98 43 **Tc** *1,40* Technecium	101,07 44 **Ru** *1,40* Ruthenium	102,91 45 **Rh** *1,40* Rhodium	106,42 46 **Pd** *1,30* Palladium	107,87 47 **Ag** *1,40* Stříbro	112,41 48 **Cd** *1,50* Kadmium	114,82 49 **In** *1,50* Indium	118,71 50 **Sn** *1,70* Cín	121,75 51 **Sb** *1,80* Antimon	127,60 52 **Te** *2,00* Tellur	126,90 53 **I** *2,20* Jod	131,29 54 **Xe** Xenon
6	132,91 55 **Cs** *0,86* Cesium	137,33 56 **Ba** *0,97* Baryum		178,49 72 **Hf** *1,20* Hafnium	180,95 73 **Ta** *1,30* Tantal	183,84 74 **W** *1,30* Wolfram	186,21 75 **Re** *1,50* Rhenium	190,23 76 **Os** *1,50* Osmium	192,22 77 **Ir** *1,50* Iridium	195,08 78 **Pt** *1,40* Platina	196,97 79 **Au** *1,40* Zlato	200,59 80 **Hg** *1,40* Rtuť	204,38 81 **Tl** *1,40* Thallium	207,20 82 **Pb** *1,50* Olovo	208,98 83 **Bi** *1,70* Bismut	~209 84 **Po** *1,80* Polonium	~210 85 **At** *1,90* Astat	~222 86 **Rn** Radon
7	~223 87 **Fr** *0,86* Francium	226,03 88 **Ra** *0,97* Radium		261,11 104 **Rf** Rutherfordium	262,11 105 **Db** Dubnium	263,12 106 **Sg** Seaborgium	262,12 107 **Bh** Bohrium	270 108 **Hs** Hassium	268 109 **Mt** Meitnerium	281 110 **Ds** Darmstadtium	280 111 **Rg** Roentgenium	277 112 **Cn** Kopernicium	~287 113 **Nh** Nihonium	289 114 **Fl** Flerovium	~288 115 **Mc** Moskovium	~289 116 **Lv** Livermorium	~291 117 **Ts** Tennessin	293 118 **Og** Oganesson

6	**LANTHANOIDY**	138,91 57 **La** *1,10* Lanthan	140,12 58 **Ce** *1,10* Cer	140,91 59 **Pr** *1,10* Praseodym	144,24 60 **Nd** *1,10* Neodym	~145 61 **Pm** *1,10* Promethium	150,36 62 **Sm** *1,10* Samarium	151,96 63 **Eu** *1,00* Europium	157,25 64 **Gd** *1,10* Gadolinium	158,93 65 **Tb** *1,10* Terbium	162,50 66 **Dy** *1,10* Dysprosium	164,93 67 **Ho** *1,10* Holmium	167,26 68 **Er** *1,10* Erbium	168,93 69 **Tm** *1,10* Thulium	173,04 70 **Yb** *1,10* Ytterbium	174,97 71 **Lu** *1,10* Lutecium
7	**AKTINOIDY**	227,03 89 **Ac** *1,00* Aktinium	232,04 90 **Th** *1,10* Thorium	231,04 91 **Pa** *1,10* Proaktinium	238,03 92 **U** *1,20* Uran	237,05 93 **Np** *1,20* Neptunium	{244} 94 **Pu** *1,20* Plutonium	~243 95 **Am** *1,20* Americium	~247 96 **Cm** *1,20* Curium	~247 97 **Bk** *1,20* Berkelium	~251 98 **Cf** *1,20* Kalifornium	~252 99 **Es** *1,20* Einsteinium	~257 100 **Fm** *1,20* Fermium	~258 101 **Md** *1,20* Mendělevium	~259 102 **No** *1,20* Nobelium	~260 103 **Lr** *1,20* Lawrencium