



58. ročník

2021/2022

ŠKOLNÍ KOLO

Kategorie E

Praktická část – Zadání

40 bodů



PRAKTICKÁ ČÁST

40 BODŮ

Autor	Radek Matuška <i>Střední průmyslová škola chemická Brno, Vranovská, p. o.</i>
Recenze	Mgr. Eva Vrzáčková <i>Masarykova střední škola chemická, Praha</i>

Milé soutěžící, milí soutěžící,

praktická část letošního 58. ročníku Chemické olympiády kategorie E je první, která je, vzhledem k budoucí účasti studentů na mezinárodním klání Grand Prix Chimique, obohacena bodově oproti teorii. Bude s tím samozřejmě souviset i rozsah praktických úloh. Nemusíte se ale obávat, stále se bude jednat o úlohy hravé a s praktickým přesahem.

Tematicky bude praktická část pokrývat prakticky celou teoretickou část, ve které jste se setkali s chemií hliníku a křemíku, sirnými deriváty uhlovodíků a tématy iontových rovnováh, iontoměničů apod. Praktické úlohy budou mít vždy (snad kromě krajského kola) svou preparativní a analyticko-instrumentální část.

Při přípravě na letošní praktické úlohy byste měli v laboratoři věnovat pozornost zejména následujícím oblastem:

- Správná laboratorní technika provádění běžných operací (vážení, měření objemů, zahřívání, filtrace, destilace, příprava a ředění vzorků, sušení apod.).
- Běžné laboratorní výpočty (ředění roztoků, výpočty výtěžků reakcí, vyhodnocení titrací a další stechiometrické výpočty).
- Techniky přípravy a charakterizace produktů chemických syntéz (stanovení indexu lomu, bodu tání a chromatografii na tenké vrstvě).
- Správné techniky provedení titrací s vizuálním i instrumentálním způsobem indikace bodu ekvivalence (u instrumentálního se zaměřte zejména na elektrochemické způsoby indikace bodu ekvivalence).

Ze specifických tematických celků doporučujeme prostudovat zejména následující kapitoly:

- zeolity a jejich použití jako „zelené“ katalyzátory chemických syntéz, využití zeolitů jako iontoměničů
- syntéza vybraných sirných derivátů uhlovodíků
- chelatometrické stanovení hliníku a těžkých kovů
- principy argentometrických stanovení aniontů

Hodně štěstí při řešení a příjemné chvíle strávené v místech chemikům nejmilejším (tedy v laboratořích) vám přejí autoři i recenzenti.

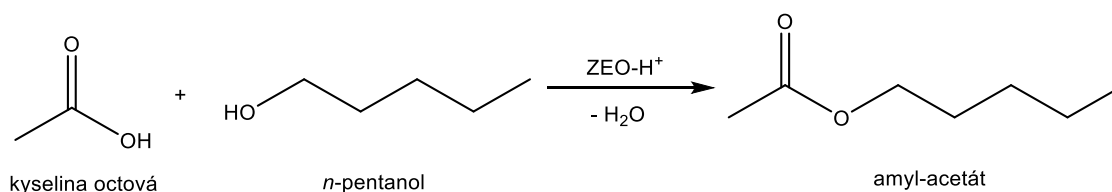


Doporučená literatura:

- 1) Příhoda J., Černík M., Janků S., Literák J.: Laboratorní technika. PřF MU, 2012. Zejména kapitoly týkající se základní laboratorní techniky. Dostupné online: https://is.muni.cz/el/sci/jaro2012/C1100k/um/Laboratorni_technika-ucebni_text.pdf
- 2) Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Crouch S. R.: Analytická chemie. VŠCHT Praha, 2019. Kapitoly 1, 2, 13, 17, 18.4.1, 21.8 a 34.2.
- 3) Holzbecher Z. a kol.: Analytická chemie. SNTL/Alfa, 1974. Str. 311–314, 316–319.
- 4) Čůta F.: Analytická chemie odměrná. Nakladatelství ČSAV, 1956. Str. 206–220, 224–231.
- 5) Klouda P.: Moderní analytické metody. Nakl. Pavel Klouda, 2003. Str. 30–31, 56–58, 97–106, 120–125.
- 6) Bartoš M., Šrámková J.: Analytická chemie I. Univerzita Pardubice, 2004. Dostupné online: <https://meloun.upce.cz/docs/analchem1/skripta.pdf>
- 7) Kapitoly v jiných středoškolských učebnicích, odpovídající tématům ročníku.
- 8) Vhodným pomocníkem při přípravě mohou být i některé důvěryhodné webové stránky (např. materiály z vysokých škol).

**Úloha 1 „Zelená“ syntéza amyl-acetátu za využití zeolitu****20 bodů**

Amyl-acetát (*n*-pentyl-acetát, $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$, $M = 130,19 \text{ g mol}^{-1}$) je bezbarvá kapalina charakteristické banánové, jablečné až hruškové vůně. Přípravuje se klasicky kyselé katalyzovanou Fischerovou esterifikací mezi kyselinou octovou a pentanolem. Běžně používaným kyselým katalyzátorem je kyselina sírová. Její využití jako katalyzátoru je však spojeno s ekologickými dopady (jak při výrobě, tak při likvidaci). Jako alternativní „zelený“ katalyzátor lze využít libovolný zeolit v H^+ -cyklu:



V následující úloze provedete:

- Přípravu aktivovaného zeolitu v H^+ -cyklu.
- Syntézu a purifikaci amyl-acetátu s využitím aktivovaného zeolitu jako katalyzátoru.
- Charakterizaci produktu esterifikace pomocí refraktometrie (měření indexu lomu).

Pomůcky:

- varná baňka s kulatým dnem 250 ml s NZ 29/32
- Liebigův chladič s NZ 29/32
- hadice k chladiči
- stojan (2×)
- klema (2×)
- svorka (2×)
- filtrační kruh
- varné kamínky
- topné hnízdo
- Erlenmeyerova baňka 250 ml se zátkou
- kádinka 400 ml
- kádinka 250 ml
- kádinka 150 ml
- odměrný válec 100 ml (2×)
- odměrný válec 50 ml
- dělicí nálevka 250 ml se zátkou
- lžička
- kapátko
- filtrační papír
- nálevka hladká pro filtraci
- větší hodinové sklo
- tyčinka
- nůžky
- lihový fix
- lahvička na produkt
- předvážky



- sušárna
- refraktometr
- papírové utěrky
- stříčka s destilovanou vodou

Chemikálie

- kyselina octová CH_3COOH , konc. ($M = 60,05 \text{ g mol}^{-1}$, hustota $1,055 \text{ g mol}^{-1}$)
- amylalkohol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{OH}$ ($M = 88,15 \text{ g mol}^{-1}$, hustota $0,811 \text{ g mol}^{-1}$)
- zeolit akvaristický, zrnitost 0,5–2,0 cm
- octan amonný $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, pevný
- amoniak NH_3 , konc. vodný roztok
- hydrogenuhličitan sodný NaHCO_3 , nasycený vodný roztok
- chlorid sodný NaCl , nasycený vodný roztok
- síran hořečnatý MgSO_4 , bezvodý
- destilovaná voda

Pracovní postup

Příprava aktivovaného zeolitu

- Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 250 ml si odvažte přibližně 10 g akvaristického zeolitu.
- V kádince si připravte roztok 10,0 g octanu amonného ve 100 ml vody a do tohoto roztoku přilijte 50 ml koncentrovaného roztoku amoniaku.
- Směsný roztok amoniaku a octanu amonného přelijte z kádinky do Erlenmeyerovy baňky se zeolitem, uzátkujte a mírně protřepejte. Následně ponechte stát asi 30 minut za občasného protřepání. Tím převedete zeolit z Na^+ -cyklu do NH_4^+ -cyklu.
- Zeolit následně oddělte od roztoku a propláchněte asi 50 ml destilované vody a vodu slijte.
- Propláchnutý zeolit dejte na hodinovém skle vysušit do sušárny vyhřáté na $300 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu aspoň 2 hodin. Tím aktivujete zeolit.
- Aktivovaný zeolit můžete uchovávat v suché, dobře utěsněné zásobní láhvi.

Syntéza a purifikace amyl-acetátu

- Do baňky s kulatým dnem opatřené varnými kamínky předložte přibližně 5 g aktivovaného zeolitu, 30,0 ml koncentrované kyseliny octové a 30,0 ml amylalkoholu. Obsah baňky dobře promíchejte.
- Sestavte aparaturu pro zahřívání pod zpětným chladičem a vařte obsah po dobu 1 hodiny.
- Po dokončení zahřívání ponechte surový produkt ochladit na laboratorní teplotu. Následně rozeberte aparaturu a surový produkt přelijte do dělicí nálevky.
- Surový produkt protřepte nejprve 2× se 40 ml destilované vody, následně pak 3× (nebo dokud se zřetelně uvolňuje CO_2) s 20 ml roztoku NaHCO_3 (pozor na vystřelení zátky!) a nakonec jednou s 20 ml nasyceného roztoku NaCl .
- Fázi obsahující produkt následně vypusťte do kádinky a vysušte pomocí přídavku bezvodého síranu hořečnatého. Sušidlo zfiltrujte na skládaném filtru a suchý produkt jímejte do zásobní lahvičky.
- Produkt zvažte.

Charakterizace produktu

- Na refraktometru změřte index lomu vašeho produktu.



Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu):

- 1) Pomocí chemických rovnic popište přípravu zeolitu v H^+ cyklu ze zeolitu v Na^+ cyklu, jak byl proveden v úloze. Pro zeolit použijte zkratku ZEO.
- 2) Vypočítejte látková množství reaktantů předložených do reakční baňky.
- 3) Vypočítejte teoretický výtěžek produktu.
- 4) Zapište praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek vašeho produktu.
- 5) Popište vlastnosti produktu (barva, skupenství, zápach).
- 6) Zapište naměřený index lomu.
- 7) Z jakého důvodu je nutné zeolit uchovávat v suché a dobře těsnicí nádobě?
- 8) Jakým způsobem by bylo možné „recyklovat“ zeolit pro další syntézu? Navrhněte vhodný postup.
- 9) Jaký význam má protřepávání surového produktu s
 - a) vodou?
 - b) roztokem hydrogenuhličitanu sodného?
 - c) nasyceným roztokem chloridu sodného?
- 10) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

**Úloha 2 Stanovení tloušťky Al-vrstvy v nápojovém obalu****20 bodů**

Jak sami víte, obaly od nápojů nebo od různých jiných balených potravin (chipsy, perníky, tyčinky atd.) obsahují tenkou vrstvu hliníku, která je vložena většinou mezi dvě polyethylenové fólie. Takto upravená (vložená) hliníková fólie je schopná mnohonásobně prodloužit životnost potravin.

Vrstvička hliníku se vytváří buď metodou napařování (tuto metodu nelze použít pro papír a lepenku) nebo laminování. Pro sílu hliníkové vrstvy jsou samozřejmě stanovené jisté limity, které udávají platné normy (např. pro tloušťku v nápojovém kartonu je to 6,5 μm , pro sáček od chipsů se jedná o 0,05 μm).

Množství hliníku v obalovém materiálu se dá stanovit chelatometricky po převedení hliníku do roztoku jako hlinité soli (Al^{3+}). Hliník se následně ponechá reagovat se známým nadbytkem Chelatonu 3 a nezreagovaný Chelaton 3 se stanoví retitrací zinečnatou solí.

V následující úloze:

- Připravíte vzorek obalového materiálu pro analýzu.
- Stanovíte množství hliníku v připraveném obalovém materiálu zpětnou chelatometrickou titrací.

Pomůcky

- pravítko
- tužka
- nůžky
- kádinka 400 ml vysoká (3×)
- kádinka 250 ml
- kádinka 150 ml (3×)
- skleněná tyčinka
- odměrná baňka 250 ml se zátkou
- plotýnka
- nálevka hladká pro filtraci
- filtrační papír
- odměrný válec 50 ml
- pipeta nedělená 20 ml
- pipetovací balonek
- Pasteurova pipeta plastová (3×)
- lžička
- špachtle
- indikátorové papírky
- titrační baňka (3×)
- byreta 25 ml s teflonovým kohoutem
- nálevka na doplňování byrety
- hodinové sklíčko na přikrytí kádinky (3×)
- lihový fix
- papírové utěrky
- stříčka s destilovanou vodou
- stojan, držáky a svorky



Chemikálie

- kyselina chlorovodíková HCl, zředěná 1:1
- kyselina chlorovodíková HCl, 2M roztok
- hydroxid sodný NaOH, 50% roztok
- octan sodný trihydrát $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, pevný
- Chelaton 3 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 0,05M odměrný roztok
- síran zinečnatý $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0,05M odměrný roztok
- xylenolová oranž, 0,5% vodný roztok
- destilovaná voda

Pracovní postup

Příprava vzorku

- Pomocí pravítka a tužky si vystříhnete co nejpřesněji 80–100 cm² (u tenkých vrstev až 200 cm²) materiálu, který v sobě obsahuje hliníkovou fólii.
- Arch rozstříhejte na co nejužší pruhy o šířce maximálně 2 mm. Ty vložte do vysoké kádinky o objemu 400 ml a v kádince ještě rozstříhejte na co nejužší kousky.
- Přidejte do kádinky 80 ml kyseliny chlorovodíkové zředěné v poměru 1:1 s vodou. Kádinku přikryjte hodinovým sklem a ponechte reagovat.
- Do druhého dne by se měl hliník rozpustit za současného vývoje bublinek vodíku. Pokud nedojde k rozpuštění hliníku, kádinku krátce zahřejte na plotýnce (přikryjte ji hodinovým sklem).
- Obsah kádinky, ve které jste si připravili vzorek, přefiltrujte přes skládaný filtr do odměrné baňky o objemu 250 ml. Nádobu ještě 2× vypláchněte 15 ml destilované vody a filtr následně promyjte 2× 10 ml destilované vody, aby bylo zajištěno kvantitativní převedení všech hlinitých iontů do baňky.
- Baňku doplňte destilovanou vodou po rysku a vzorek zhomogenizujte.

Analýza vzorku

- Z připraveného vzorku si odpipetujte 20,00 ml do titrační baňky a pomocí pipety přidejte 20,00 ml 0,05M odměrného roztoku Chelatonu 3 (přesná koncentrace je uvedena na láhvi nebo na tabuli). Dále přidejte asi 1 ml (pomocí kapátka) 2,0M roztoku kyseliny chlorovodíkové a roztok zahřejte na plotýnce k varu a následně jej ponechte po dobu 10 minut stát.
- Po 10 minutách upravte pH *přesně* podle následujícího postupu. Přidejte asi 5 kapek (pomocí kapátka) 50% roztoku NaOH a dále několikrát na špičku lžičky octanu sodného, dokud roztok nebude mít pH mezi 5 a 6 (kontrola na pH indikátorových papírcích). Pozor, roztok nesmí mít pH nižší než 5! V případě, že se vám nebude dařit upravit pH vzorku, použijte k úpravě dále 2M HCl, 50% NaOH a k doladění octan sodný.
- Dále přidejte do titrační baňky 5-8 kapek indikátoru xylenolová oranž (0,5% roztok ve vodě) a titrujte 0,05M odměrným roztokem síranu zinečnatého (přesná koncentrace je uvedena na zásobní láhvi nebo na tabuli) z citronově žlutého do granátově oranžového zbarvení.
- Titraci proveďte 3× a spotřeby si zaznamenejte.



Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu)

- 1) Do pracovního listu uveďte přesné koncentrace odměrných roztoků a plochu a druh použitého obalu.
- 2) Do tabulky v pracovním listu uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku síranu zinečnatého a vypočítejte jejich aritmetický průměr.
- 3) Chemickými rovnicemi popište princip zpětného stanovení Al^{3+} . Pro označení Chelatonu 3 použijte standardní zápis aniontu H_2Y^{2-} .
- 4) Vypočítejte látkové množství hliníku, které bylo přítomno v odměrné baňce.
- 5) Z naměřených hodnot určete tloušťku hliníkové vrstvy v obalu v μm (hustota hliníku činí $\rho_{\text{Al}} = 2700 \text{ kg m}^{-3}$).
- 6) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

PRAKTICKÁ ČÁST**40 BODŮ****Úloha 1 „Zelená“ syntéza amyl-acetátu za využití zeolitu****20 bodů**

- 1) Pomocí chemických rovnic popište přípravu zeolitu v H^+ cyklu ze zeolitu z Na^+ cyklu, jak byl proveden v úloze. Pro zeolit použijte zkratku ZEO.

Rovnice:

body:

- 2) Vypočítejte látková množství reaktantů předložených do reakční baňky.

Výpočty:

 $n_{\text{kys. octová}} =$ $n_{\text{amylalkohol}} =$ **body:**

- 3) Vypočítejte teoretický výtěžek produktu.

Výpočty:

 $m_{\text{amyl-acetát, teor.}} =$ **body:**

--

4) Zapište praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek vašeho produktu.

Praktický výtěžek:

$m_{\text{amyl-acetát, prakt.}} =$

Procentuální výtěžek:

body:

5) Popište vlastnosti produktu (barva, skupenství, zápach).

Vlastnosti produktu:

body:

6) Zapište naměřený index lomu.

Naměřený index lomu:

body:

7) Z jakého důvodu je nutné zeolit uchovávat v suché a dobře těsnící nádobě?

Zdůvodnění:

body:

8) Jakým způsobem by bylo možné „recyklovat“ zeolit pro další syntézu? Navrhněte vhodný postup.

Návrh postupu recyklace:

body:

9) Jaký význam má protřepávání surového produktu s

- a) vodou?
- b) roztokem hydrogenuhličitanu sodného?
- c) nasyceným roztokem chloridu sodného?

Význam protřepání:

- a)
- b)
- c)

body:

10) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

Seznam prohřešků proti správné laboratorní praxi (vyplní organizátor/dozor v laboratoři) včetně příslušné bodové ztráty.

body:

--

Úloha 2 Stanovení tloušťky Al-vrstvy v nápojovém obalu

20 bodů

1) Uveďte přesné koncentrace odměrných roztoků a plochu a druh použitého obalu.

Koncentrace odměrného roztoku Chelatonu 3:

Koncentrace odměrného roztoku ZnSO₄:

Plocha použitého materiálu:

Druh použitého obalu:

2) Uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku síranu zinečnatého a vypočítejte jejich aritmetický průměr.

Spotřeby odměrného roztoku síranu zinečnatého:

$V_1 (\text{Zn}^{2+})$	$V_2 (\text{Zn}^{2+})$	$V_3 (\text{Zn}^{2+})$	$(V_4 (\text{Zn}^{2+}))$	$V_{\text{přijata}} (\text{Zn}^{2+})$

body:

3) Chemickými rovnicemi popište princip zpětného stanovení Al³⁺. Pro označení Chelatonu 3 použijte standardní zápis aniontu H₂Y²⁻.

Chemické rovnice:

body:

4) Vypočítejte látkové množství hliníku, které bylo přítomno v titrační baňce.

Výpočet:

$n_{\text{Al}} =$

body:

- 5) Z naměřených hodnot určete tloušťku hliníkové vrstvy v obalu v μm (hustota hliníku činí 2700 kg m^{-3}).

Výpočet:

Tloušťka vrstvy:

body:

- 6) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

Seznam prohřešků proti správné laboratorní praxi (vyplní organizátor/dozor v laboratoři) včetně příslušné bodové ztráty.

body: