



**59. ročník**

2022/2023

**ŠKOLNÍ KOLO**

**Kategorie B**

---

**Praktická část – Zadání**

20 bodů

## PRAKTICKÁ ČÁST

20 BODŮ

<b>Autor</b>	<b>Ing. Stanislav Chvíla</b> <i>VŠCHT Praha, Fakulta chemicko-inženýrská, Ústav chemického inženýrství</i>
<b>Recenze</b>	<b>Mgr. Filip Koucký</b> <i>Přírodovědecká fakulta Univerzity Karlovy, Katedra anorganické chemie</i>
<b>Pedagogická recenze</b>	<b>Ing. Ondřej Šimůnek, Ph.D.</b> <i>VŠCHT Praha, Ústav učitelství a humanitních věd</i> <i>Gymnázium, Praha 2, Botičská 1</i>

Vážení řešitelé, vážení pedagogové,

námětem pro praktickou část letošního ročníku kategorie B chemické olympiády jsou jodometrická stanovení. Autorovou snahou bylo vyhnout se těm úplně nejběžnějším titracím, které se při představení jodometrie studentům ukazují (anebo je alespoň ukázat v zajímavějším světle), a snad i maličko rozšířit a obohatit repertoár vašich praktických dovedností.

Při přípravě na úlohy, které vás ve školním (nebo později v krajském) kole čekají, si především upevněte své znalosti v oblastech vyčíslování chemických rovnic a výpočtů z nich. Jasno byste měli mít taktéž stran toho, jak principiálně a prakticky probíhají jodometrická stanovení, ať už jsou to titrace přímé, nepřímé nebo zpětné. Samozřejmě se můžete zběžně orientovat podle seznamu doporučené literatury. Kromě toho se též maličko zamyslete nad tím, jak byste vylepšili či byli schopni posoudit svoji techniku titrování, koneckonců je tato schopnost v rámci praktické části vyžadována a také dobře bodově ohodnocena.

Mnoho zdaru, čistou mysl a jistou ruku vám přeje autor.

### Doporučená literatura:

- 1) K. Záruba a kol.: Analytická chemie, 1. díl, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze 2016, str. 94–96, 122–125.
- 2) Z. Holzbecher, J. Churáček a kol.: Analytická chemie, SNTL/Alfa 1987, str. 118–121.
- 3) K. Volka a kol.: Analytická chemie II, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze 1995, str. 85, 144–148.
- 4) J. McMurry: Organická chemie, český překlad 8. vydání, VUTIUM 2015, str. 319–323, 327–330, 357–359, 824–834.

**Úloha 1 Stanovení obsahu mědi ve vzorku mosazi****20 bodů**

Mosaz je velmi běžně používanou slitinou mědi a zinku, a to v mnoha oblastech – ve šperkařství a sochařství kvůli svému lesklému vzhledu a příjemné tvárnosti, v zámečnictví a nástrojařství pro svoji mechanickou, chemickou odolnost a nízké tření, nebo ve strojírenství, není-li žádoucí, aby docházelo k jiskření pohyblivých součástí strojů. Těmto vlastnostem často dopomáhá až už příměs legujících prvků, kterými jsou cín, mangan, nikl, olovo, či hliník. Stejně tak lze dosáhnout úpravy vlastností změnou poměru Cu:Zn – s vysokým obsahem zinku ztrácí slitina na tažnosti i pevnosti a začíná se lámat, kdežto nižší obsah zinku dává vzniknout slitině známé jako tombak, která je hojně používána především šperkaři a výrobci bižuterie.

Před vámi je vzorek mosazi, v němž máte jodometricky stanovit obsah mědi. Až budete mít dosoutěženo, můžete například svůj výsledek srovnat s normami, které se pro mosaz používají, zdali jste skutečně titrovali dostatečně správně.

**Pomůcky:**

- 2 kádinky o objemu 250 ml a 100 ml
- odměrný válec o objemu 25 ml
- odměrná baňka o objemu 100 ml
- nedělená pipeta o objemu 10 ml
- 2 titrační baňky
- lžička nebo velká kopistka
- byreta o objemu 25 nebo 50 ml se stupnicí alespoň po 0,1 ml
- stojan s držákem na byretu
- kahan nebo plotýnka
- váhy s přesností alespoň 0,1 mg
- stříčka s destilovanou vodou
- rukavice a ochranné brýle
- kapátko na ředěnou kyselinu sírovou
- lodička nebo hodinové sklo na navážky + papírové kapesníky/utěrky
- kleště (na manipulaci s horkým sklem)
- skleněná tyčinka

**Chemikálie:**

- koncentrovaná kyselina dusičná (67%), cca 20–25 ml
- roztok kyseliny sírové zředěný 1:4, cca 50 ml
- pevný dichroman draselný, p. a.
- pevný jodid draselný
- roztok thiosíranu sodného o koncentraci cca 0,1 mol l<sup>-1</sup>, 250 ml
- 1% roztok škrobu, cca 50 ml
- destilovaná voda
- ethanol na očištění vzorku

**Úkoly:**

- 1) Stanovte přesnou koncentraci předloženého odměrného roztoku thiosíranu sodného standardizací, a to na vlastní navážky dichromanu draselného.
- 2) Stanovte procentuální obsah mědi v předloženém vzorku mosazi titrací roztokem thiosíranu sodného.
- 3) Své odpovědi zaznamenejte do Pracovního listu a odpovězte také na otázky v něm uvedené.

**Pracovní postup:**

**Důležité! Úkoly 2, 3 a 4 provádějte bezpodmínečně pod dohledem v digestoři, jelikož při rozkladu vzorku se uvolňují zplodiny oxidů dusíku, které je potřeba odvětrávat.**

Pokud budou kroky 2–5 trvat dlouho, lze paralelně přejít k bodům 6–8, pamatujte však i na svůj rozpouštěný vzorek.

- 1) Předložený vzorek mosazi odmastěte malým množstvím ethanolu (otřete jej namočeným hadrem nebo papírovou utěrkou) a po osušení jej zvažte.
- 2) Vzorek převedte do kádinky o objemu 250 ml, kádinku přesuňte do digestoře a rozpusťte jej v dostatečném objemu koncentrované kyseliny dusičné (na 1,5 g vzorku postačí 20 ml koncentrované kyseliny).
- 3) Vyčkejte, než se vzorek v kyselině rozpustí. Rozpouštění lze urychlit mícháním skleněnou tyčinkou (jelikož je limitováno především velikostí povrchu rozpouštěného vzorku), případně mírným zahřátím či přidáním ještě 2–3 ml koncentrované kyseliny dusičné.
- 4) Po rozpouštění vzorku kádinku zahřívejte, aby tmavě zelený roztok prošel alespoň po 3 minuty mírným varem. Tím docílíte odstranění všech zbylých oxidů dusíku. Po dokončení varu ještě kádinkou míchejte, dokud se budou uvolňovat další oxidy dusíku. Roztok po jejich vyvaření zmodrá.
- 5) Kádinku s rozpouštěným vzorkem zchladte pod tekoucí vodou a poté ji nechte ještě 2–3 minuty stát. Následně svůj vzorek převedte do 100ml odměrné baňky, doplňte po rysku destilovanou vodou a promíchejte.
- 6) Do titrační baňky si přesně odvažte přibližně 100 mg dichromanu draselného (navážku si zaznamenejte do Pracovního listu), rozpusťte jej v 10 ml zředěné kyseliny sírové a přilijte 20 ml destilované vody.
- 7) Do titrační baňky následně přisypte cca 2 g pevného jodidu draselného, obsah baňky zlehka promíchejte, aby se veškerý jodid rozpustil, a titrujte roztokem thiosíranu sodného o koncentraci cca  $0,1 \text{ mol l}^{-1}$ , dokud se roztok nezbarví světle žlutě/žlutozeleně. Přidejte k němu pak 2 ml roztoku škrobového mazu a dále titrujte, dokud tmavé zbarvení nepřejde do čirého modrozeleného roztoku. Odečtenou spotřebu titračního činidla zaznamenejte do Pracovního listu.
- 8) Kroky 6 a 7 vykonajte celkem alespoň třikrát.
- 9) Ze svého vzorku odpipetujte 10 ml roztoku do titrační baňky a přidejte postupně 20 ml destilované vody, 3 ml zředěné kyseliny sírové a poté 2 g pevného jodidu draselného. Titrační baňkou míchejte, aby se veškerý jodid rozpustil.
- 10) Kávově hnědý obsah titrační baňky následně titrujte odměrným roztokem thiosíranu sodného, dokud se nezačne žlutohnědé zbarvení ztrácet z hladiny ve prospěch mléčně růžové sraženiny jodidu měďného. Poté přidejte 2 ml škrobového mazu a titrujte, dokud zcela nevymizí tmavé zbarvení po dobu alespoň 20 sekund. Odečtenou spotřebu titračního činidla zaznamenejte do Pracovního listu.
- 11) Kroky 9 a 10 opakujte celkem alespoň třikrát.
- 12) Do Pracovního listu zaznamenejte spotřeby odměrného roztoku při obou stanoveních, spočítejte jak přesnou koncentraci titračního činidla, tak procentuální obsah mědi ve svém předloženém vzorku. Odpovězte i na ostatní otázky v Pracovním listu, který pak s uvedeným soutěžním číslem odevzdejte.

**PRACOVNÍ LIST****20 BODŮ****Úloha 1 Stanovení obsahu mědi ve vzorku mosazi****20 bodů**

OZNAČENÍ VZORKU:

**1) Standardizace odměrného roztoku thiosíranu sodného na dichroman draselný:**

Navážka $K_2Cr_2O_7$ [mg]	Spotřeba roztoku $Na_2S_2O_3$ [ml]	Spočtená koncentrace $Na_2S_2O_3$ [mol l <sup>-1</sup> ]
	<b>Průměrná koncentrace <math>Na_2S_2O_3</math> [mol l<sup>-1</sup>]</b>	

body:

**2) Stanovení obsahu mědi v předloženém vzorku:**

Předběžné stanovení [ml]	1. stanovení [ml]	2. stanovení [ml]	3. stanovení [ml]	PŘIJATÁ SPOTŘEBA [ml]

Výpočty:

Výsledek: .....

**body:**

**3) Doplnující otázky:**

- a) Mosaz je slitinou poměrně odolnou, která se rozpouští ve zředěných oxidujících kyselinách jen neochotně. Rozdíl v ušlechtilosti kovů, které tuto slitinu tvoří, je ale patrný na produktech reakce – měď redukuje kyselinu dusičnou na oxid dusnatý, zinek však dokáže redukovat dusík ještě dále, až za vzniku soli, která v kationtu i v aniontu obsahuje stejný prvek. **Obě tyto reakce popište vyčíslenou chemickou rovnicí.**

Rovnice:

**body:**

- b) Ačkoliv jste měď rozpouštěli v kyselině dusičné, před samotným stanovením jste do titrační baňky přidali kyselinu sírovou. Při jodometrických stanoveních je totiž důležité udržet stabilní pH – v kyselém prostředí vzniká známý tetrathionanový anion, avšak v alkalickém roztoku je jod schopen thiosíran oxidovat kvantitativně až na síran. **Uvedte obě zmíněné reakce, vyčíslené a v iontovém tvaru.**

Rovnice:

**body:**

- c) Už jen délka samotného návodu k této úloze skýtá mnoho nástrah, které dovolují mnoho prostoru pro chyby a nepřesnosti. Zkuste se nyní zamyslet, jaký vliv by měly následující nepřesnosti, kterých byste se mohli při stanovování dopustit, a jak by pozměnily váš finální výsledek stanoveného podílu mědi ve slitině. **Toto za každou možnost dopište slovy (vyšší výsledek – nižší výsledek – žádný vliv).**

- Při standardizaci roztoku thiosíranu bychom odvážili „asi přesně“ 70 mg, a ne 100 mg dichromanu draselného.

**body:**

- Odměrnou baňku s rozpuštěným vzorkem bychom doplnili destilovanou vodou po rysku ještě za tepla a nechali zchladnout až pak.

**body:**

- Vzorek bychom pipetovali nedělenou pipetou, která je zevnitř ještě mokrá po včerejším úklidu.

**body:**

- Vzorek bychom celou dobu titrovali velmi pomalu, „kapku po kapce“.

**body:**