



59. ročník

2022/2023

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

2. Praktická část – Zadání

30 bodů, 180 minut (+ 10 min čtení)



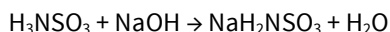
2. PRAKTICKÁ ČÁST

30 BODŮ

Úloha 2 Stanovení obsahu kyseliny amidosírové v komerčním čisticím prostředku **30 bodů**

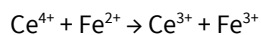
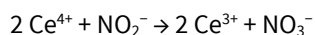
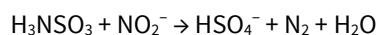
Kyselina amidosírová je běžnou součástí komerčně dostupných čisticích prostředků na odstraňování rzi a vodního kamene. Zjištění obsahu této kyseliny v čisticích preparátech má proto svůj význam pro kontrolu kvality těchto výrobků.

Titraci kyseliny amidosírové lze provést jednoduše jako přímou alkalimetrickou titraci pomocí odměrného roztoku hydroxidu sodného, kdy dochází k reakci:



Indikaci bodu ekvivalence lze spolehlivě provést pomocí sledování pH, případně vodivosti, tedy potenciometricky či konduktometricky. Vizuální indikace při acidobazické titraci není příliš vhodná, protože čisticí prostředky mají poměrně silné charakteristické zbarvení a při koncentracích odměrných roztoků (a tedy i vzorků) za podmínek alkalimetrické titrace by docházelo k rušení barevného přechodu indikátoru vlastním zbarvením vzorku. Do velké míry jsou výsledky alkalimetrického stanovení rovněž ovlivněny přidáním dalších kyselin do těchto čisticích prostředků, které tak mohou ovlivnit výsledky stanovení samotné kyseliny amidosírové.

Jinou možností stanovení je dvojitě zpětná redoxní titrace založená na cerimetrickém stanovení dusitanů. V rámci tohoto stanovení neruší ostatní složky čisticích přípravků. Titrace je založena na faktu, že synproporcionací kyseliny amidosírové s dusitanem se uvolní ekvivalentní množství plynného dusíku. K nezreagovanému dusitanu se přidá nadbytek ceričité soli, která způsobí oxidaci předtím nezreagovaného dusitanu. Nadbytek ceričité soli se následně stanoví retitrací železnatou solí na redoxní indikátor ferroin. Celé stanovení tak lze popsat následujícím sledem reakcí:



V následující úloze provedete:

- Přímé alkalimetrické stanovení s potenciometrickou a konduktometrickou indikací bodu ekvivalence celkové kyselosti komerčního čisticího prostředku za předpokladu, že je tvořena jen kyselinou amidosírovou.
- Dvojitě zpětnou redoxní titraci kyseliny amidosírové s vizuální indikací bodu ekvivalence v komerčním preparátu na odstraňování vodního kamene.



Pomůcky

- lihový fix
- papírové utěrky
- odměrný válec 25 ml
- odměrný válec 100 ml
- kádinka 100 ml (3×)
- kádinka 150 ml (3×)
- kádinka 250 ml (2×)
- kádinka 400 ml (2×)
- pipeta nedělená 10 ml
- pipeta nedělená 20 ml
- pipeta nedělená 50 ml (2×)
- Erlenmeyerova baňka 250 ml se zábrusem NZ 29/32 a zátkou (3×)
- nálevka na doplňování byrety
- nálevka
- byreta 25 ml s teflonovým kohoutem
- stříčka s destilovanou vodou
- magnetická míchačka s ohřevem
- magnetické míchadlo
- skleněná tyčinka
- plastové kapátko (3×)
- pipetovací balonek
- stojan (2×)
- držák na byretu a svorka
- pH-metr s elektrodou
- konduktometr s elektrodou
- držák a svorka na pH-metr a konduktometr
- odměrná baňka 100 ml se zátkou
- odměrná baňka 200 ml se zátkou (2×)
- notebook s tabulkovým editorem
- předvážky

Chemikálie

- vzorek čisticího prostředku na vodní kámen obsahující kyselinu amidosírovou ($M = 97,10 \text{ g mol}^{-1}$)
- hydroxid sodný NaOH, 0,1M odměrný roztok (přesná koncentrace je napsána na zásobní lahvi)
- síran amonno-železnatý hexahydrát (Mohrova sůl) $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ($M = 392,14 \text{ g mol}^{-1}$), přesná navážka přibližně 1,90 g v uzavřené vialce s vyznačenou hmotností
- síran ceričitý tetrahydrát $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 0,02M odměrný roztok (přesná koncentrace je napsána na zásobní lahvi)
- dusitan sodný NaNO_2 , 0,01M odměrný roztok (přesná koncentrace je napsána na zásobní lahvi)
- indikátor ferroin ($c = 0,025 \text{ mol dm}^{-3}$)
- kyselina sírová H_2SO_4 , zředěná 1:1 obj.
- destilovaná voda

Pracovní postup

Alkalimetrické stanovení obsahu kyseliny amidosírové s elektrochemickými indikacemi bodu ekvivalence

- Do odměrné baňky o objemu 100,0 ml si na předvážkách s přesností na 0,01 g odvažte přibližně 20 g vzorku zkoumaného čisticího prostředku a doplňte jej po značku destilovanou vodou. Pozor, vzorek, vzhledem k tomu, že obsahuje i detergenty, může pěnit!
- Z připraveného vzorku si odpipetujte 20,00 ml do kádinky o objemu 400 ml opatřené magnetickým míchadlem a vzorek zřeďte tak, aby po umístění pH-elektrody byla měrná část elektrody zcela ponořená.
- Kádinku umístěte na magnetickou míchačku a zapněte míchání. Rovněž zahajte záznam měření pH.
- Roztok vzorku v kádince titrujte odměrným roztokem NaOH po krocích 0,5 ml až do dosažení bodu ekvivalence. Nezapomeňte naměřit dostatečné množství hodnot po dosažení bodu ekvivalence, aby bylo možné vyhodnotit titrační křivku.
- V průběhu titrace si po každém přidávku odměrného roztoku NaOH zaznamenávejte hodnotu pH roztoku.
- Pro konduktometrické stanovení předchozí postup opakujte, pouze zaměňte pH-metr za konduktometr s měrnou elektrodou.
- Titrační křivky vyhodnoťte za pomoci tabulkového editoru na notebooku.
- Přijměte hodnotu spotřeby odměrného roztoku NaOH v bodu ekvivalence a v případě potřeby titrace opakujte.



- Vyhodnocené titrační křivky uložte do souboru XXE.xlsx (XX = vaše startovní číslo, např. 05E.xlsx) a ponechte na pracovní ploše notebooku.

Redoxní stanovení kyseliny amidosírové s vizuální indikací bodu ekvivalence

- Do odměrné baňky o objemu 200,0 ml si na předvážkách s přesností na 0,01 g odvažte přibližně 8–9 g vzorku zkoumaného čisticího prostředku a doplňte jej po značku destilovanou vodou. Pozor, vzorek, vzhledem k tomu, že obsahuje i detergenty, může pěnit!
- Předloženou navážku Mohrovy soli kvantitativně převedte do kádinky obsahující 50 ml vody a 5 ml kyseliny sírové zředěné 1:1 obj. Mohrovu sůl v okyseleném roztoku rozpusťte, kvantitativně převedte do odměrné baňky o objemu 200,0 ml a doplňte ji po značku destilovanou vodou.
- Do zábrusové Erlenmeyerovy baňky si napipetujte 10,00 ml roztoku zředěného vzorku, přidejte 10 ml kyseliny sírové zředěné 1:1 obj. a následně k této směsi přidejte 50,00 ml odměrného roztoku dusitanu sodného.
- Obsah baňky promíchejte krouživým pohybem a uzátkujte a následně nechte 30 minut stát.
- Po uplynutí této doby baňku odzátkujte, přidejte 50,00 ml odměrného roztoku síranu ceričitého, důkladně promíchejte a přidejte 8 kapek roztoku indikátoru ferroinu a titrujte připraveným odměrným roztokem železnaté soli ze zelené přes tyrkysovou, blankytně modrou až fialovou (před bodem ekvivalence) do prvního vínově-červeného zbarvení bez odstínu fialovomodré.
- Titraci proveďte nejméně 3× a spotřeby si zaznamenejte.

Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu)

- 1) **Do pracovního listu uveďte přesné koncentrace odměrných roztoků, které jste použili a rovněž předloženou navážku Mohrovy soli.**
- 2) **Uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku NaOH při potenciometrickém stanovení bodu ekvivalence alkalimetrického stanovení kyseliny amidosírové v čisticím přípravku. Hodnocena je i kvalita a způsob správného vyhodnocení bodu ekvivalence v přiloženém souboru z tabulkového editoru.**
- 3) **Uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku NaOH při konduktometrickém stanovení bodu ekvivalence alkalimetrického stanovení kyseliny amidosírové v čisticím přípravku. Hodnocena je i kvalita a způsob správného vyhodnocení bodu ekvivalence v přiloženém souboru z tabulkového editoru.**
- 4) **Vypočítejte obsah kyseliny amidosírové v původním vzorku nezředěného čisticího prostředku v gramech kyseliny amidosírové na 100 g čisticího prostředku. Výpočet proveďte pro potenciometrickou i konduktometrickou identifikaci bodu ekvivalence při alkalimetrické titraci.**
- 5) **Vypočítejte přesnou koncentraci vámi připraveného odměrného roztoku Mohrovy soli.**
- 6) **Do tabulky v pracovním listu uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku železnaté soli při redoxní titraci kyseliny amidosírové a запиšte hodnotu přijaté spotřeby pro toto stanovení.**
- 7) **Vypočítejte hmotnostní zlomek kyseliny amidosírové v původním vzorku nezředěného čisticího prostředku.**
- 8) **Jaké další kyseliny najdeme v čisticích prostředcích na vodní kámen? Jmenujte aspoň dvě a napište jejich vzorec i název.**
- 9) **Jak odměrný roztok železnaté soli, tak odměrný roztok ceričité soli se připravují v silně kyselém prostředí. Pokuste se zdůvodnit proč.**
- 10) **Jakou jinou redoxní volumetrickou metodu byste využili pro stanovení nezreagovaných dusitanů?**
- 11) **Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.**

--

PRACOVNÍ LIST

30 BODŮ

Úloha 2 Stanovení obsahu kyseliny amidosírové v komerčním čisticím prostředku **30 bodů**

- 1) Do pracovního listu uveďte přesné koncentrace odměrných roztoků, které jste použili a rovněž předloženou navážku Mohrovy soli.

Koncentrace odměrného roztoku NaOH

Koncentrace odměrného roztoku NaNO₂

Koncentrace odměrného roztoku Ce(SO₄)₂ · 4H₂O

Přesná navážka (NH₄)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O

- 2) Uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku NaOH při potenciometrickém stanovení bodu ekvivalence alkalimetrického stanovení kyseliny amidosírové v čisticím přípravku. Hodnocena je i kvalita a způsob správného vyhodnocení bodu ekvivalence v přiloženém souboru z tabulkového editoru.

Přijátá hodnota spotřeby odměrného roztoku NaOH při stanovení potenciometricky:

$V_{\text{přijátá}}(\text{NaOH}) =$

body:

- 3) Uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku NaOH při konduktometrickém stanovení bodu ekvivalence alkalimetrického stanovení kyseliny amidosírové v čisticím přípravku. Hodnocena je i kvalita a způsob správného vyhodnocení bodu ekvivalence v přiloženém souboru z tabulkového editoru.

Přijátá hodnota spotřeby odměrného roztoku NaOH při stanovení konduktometricky:

$V_{\text{přijátá}}(\text{NaOH}) =$

body:



- 4) Vypočítejte obsah kyseliny amidosírové v původním vzorku nezředěného čisticího prostředku v gramech kyseliny amidosírové na 100 g čisticího prostředku. Výpočet proveďte pro potenciometrickou i konduktometrickou identifikaci bodu ekvivalence při alkalimetrické titraci

Výpočty:

$c_m(\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{potenciometricky}) =$

$c_m(\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{konduktometricky}) =$

body:

- 5) Vypočítejte přesnou koncentraci vámi připraveného odměrného roztoku Mohrovy soli.

Výpočet:

$c(\text{Mohrova sůl}) =$

body:

--

- 6) Uvedte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku železnaté soli při redoxní titraci kyseliny amidosírové a запиšte hodnotu přijaté spotřeby pro toto stanovení.

Spotřeby odměrného roztoku železnaté soli:				
$V_1 (\text{Fe}^{2+}) / \text{ml}$	$V_2 (\text{Fe}^{2+}) / \text{ml}$	$V_3 (\text{Fe}^{2+}) / \text{ml}$	$(V_4 (\text{Fe}^{2+})) / \text{ml}$	$V_{\text{přijata}} (\text{Fe}^{2+}) / \text{ml}$
				body:

- 7) Vypočítejte hmotnostní zlomek kyseliny amidosírové v původním vzorku nezředěného čistícího prostředku.

Výpočet:	
$w (\text{H}_3\text{NSO}_3) =$	body:

--

- 8) Jaké další kyseliny najdeme v čisticích prostředcích na vodní kámen? Jmenujte aspoň dvě a napište jejich vzorec i název.

Vzorce a názvy kyselin:	
	body:

- 9) Jak odměrný roztok železnaté soli, tak odměrný roztok ceričité soli se připravují v silně kyselém prostředí. Pokuste se zdůvodnit proč.

Zdůvodnění:	
	body:

- 10) Jakou jinou redoxní volumetrickou metodu byste využili pro stanovení nezreagovaných dusitanů?

Návrh metody:	
	body:

- 11) 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: