



59. ročník

2022/2023

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

2. Praktická část – Řešení

2. PRAKTICKÁ ČÁST**30 BODŮ****Úloha 2 Stanovení obsahu kyseliny amidosírové v komerčním čisticím prostředku 30 bodů****1) Uvedení přesné koncentrace odměrných roztoků, které jste použili:***Tato úloha není bodově hodnocena.***2) Vyhodnocení titrační křivky a hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku NaOH při potenciometrickém stanovení:**

Hodnocení se provede na základě následujících kritérií:

- naměření dostatečného množství hodnot po dosažení bodu ekvivalence (nejméně 6 hodnot)
- správné a korektní vyhodnocení bodu ekvivalence na základě 2. derivace nebo podobně přesné metody
- identifikace přijaté spotřeby
- popis os grafu včetně jednotek

*Za splnění každého uvedeného kritéria 0,25 bodu.*Přesnost stanovení se hodnotí na základě odchylky ΔV spočtené jako rozdíl mezi spotřebou stanovenou účastníky $V(\text{stud})$ a spotřebou stanovenou organizátory $V(\text{org})$:

$$\Delta V = |V(\text{stud}) - V(\text{org})|$$

$\Delta V \leq 0,2 \text{ ml}$	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,6 \text{ ml}$	$0,6 \text{ ml} \leq \Delta V$
5 bodů	$(7,5 - 12,5 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

*Body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu.**Za přesnost spotřeby odměrného roztoku hydroxidu celkem maximálně 5,00 bodu.**Celkem za potenciometrickou titraci 6,00 bodu.***3) Vyhodnocení titrační křivky a hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku NaOH při konduktometrickém stanovení:**

Hodnocení se provede na základě následujících kritérií:

- naměření dostatečného množství hodnot po dosažení bodu ekvivalence (nejméně 6 hodnot)
- správné proložení lineárních částí titrační křivky
- identifikace přijaté spotřeby na základě řešení soustavy rovnic
- popis os grafu včetně jednotek

Za splnění každého uvedeného kritéria 0,25 bodu.

Přesnost stanovení se hodnotí na základě odchylky ΔV spočtené jako rozdíl mezi spotřebou stanovenou účastníky $V(\text{stud})$ a spotřebou stanovenou organizátory $V(\text{org})$:

$$\Delta V = |V(\text{stud}) - V(\text{org})|$$

$\Delta V \leq 0,2 \text{ ml}$	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,6 \text{ ml}$	$0,6 \text{ ml} \leq \Delta V$
5 bodů	$(7,5 - 12,5 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

*Body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu.
Za přesnost spotřeby odměrného roztoku hydroxidu celkem maximálně 5,00 bodu.*

Celkem za konduktometrickou titraci 6,00 bodu.

4) Výpočet:

Titrační stechiometrie mezi kyselinou amidosírovou a hydroxidem sodným je 1:1. Odtud v kádince:

$$n_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{kádinka}} = n_{\text{NaOH}} = c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}$$

V odměrné baňce (a tedy v navážce m_{vzorek} koncentrovaného komerčního čistícího prostředku) je toto množství $(100,0/20,00) = 5 \times$ vyšší.

$$n_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{odměrná baňka}} = n_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}} = 5 \cdot n_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{kádinka}}$$

A příslušná hmotnost je pak:

$$m_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}} = n_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}} \cdot M_{\text{H}_3\text{NSO}_3}$$

Hmotnostní zlomek je:

$$w_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}} = \frac{m_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}}}{m_{\text{vzorek}}}$$

Za správnou titrační stechiometrii 0,25 bodu.

Za správné zohlednění ředění 0,50 bodu.

Za zohlednění navážky čistícího prostředku 0,50 bodu.

Za přepočet látkového množství na hmotnost 0,25 bodu.

Za každý numericky správný výsledek 0,50 bodu.

V případě alternativního postupu a jeho správnosti udělit za postup plný počet bodů.

Celkem 2,50 bodu.

5) Výpočet:

$$c_{\text{Mohrova sůl}} = \frac{m_{\text{Mohrova sůl}}}{M_{\text{Mohrova sůl}}} \cdot \frac{1}{V_{\text{baňka}}}$$

Za správný postup výpočtu koncentrace 0,25 bodu.

Za numericky správný výsledek 0,25 bodu.

Celkem 0,50 bodu.

6) Hodnocení přesnosti spotřeby odměrného železnaté soli:

Přesnost stanovení se hodnotí na základě odchylky ΔV spočtené jako rozdíl mezi spotřebou stanovenou účastníky $V(\text{stud})$ a referenční spotřebou $V(\text{stud}, \text{ref})$.

Hodnota $V(\text{stud}, \text{ref})$ se určí pomocí spotřeby stanovené organizátory $V(\text{org})$ a hodnot navážek čistícího prostředku $m(\text{vz}, \text{stud})$ a $m(\text{vz}, \text{org})$ a koncentrací železnaté soli. To vše podle následujících vzorců:

$$c_{\text{Fe}^{2+}} = \frac{m_{\text{Mohrova sůl}}}{M_{\text{Mohrova sůl}}} \cdot \frac{1}{V_{\text{baňka}}}$$

$$V(\text{stud, ref}) = \frac{2}{c_{\text{Fe}^{2+}}(\text{stud})} \cdot \left(\frac{m(\text{vz, stud})}{m(\text{vz, org})} \cdot \left(c_{\text{NO}_2^-} \cdot V_{\text{NO}_2^-} - \frac{1}{2} \cdot (c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}} - c_{\text{Fe}^{2+}}(\text{org}) \cdot V(\text{org})) \right) - c_{\text{NO}_2^-} \cdot V_{\text{NO}_2^-} + \frac{1}{2} \cdot c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}} \right)$$

$$\Delta V = |V(\text{stud}) - V(\text{stud, ref})|$$

$\Delta V \leq 0,9 \text{ ml}$	$0,9 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 1,9 \text{ ml}$	$1,9 \text{ ml} \leq \Delta V$
8 bodů	$(15,2 - 8 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

Body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu.
Za přesnost spotřeby odměrného roztoku hydroxidu celkem maximálně 8,00 bodu.

7) Výpočty:

Pro celkovou látkovou bilanci dusitanů v titrační baňce platí:

$$n_{\text{NO}_2^-, \text{total}} = n_{\text{H}_3\text{NSO}_3} + \frac{1}{2} \cdot n_{\text{Ce}^{4+}/\text{NO}_2^-}$$

Pro celkovou látkovou bilanci ceričitých iontů v titrační baňce platí:

$$n_{\text{Ce}^{4+}/\text{total}} = n_{\text{Ce}^{4+}/\text{NO}_2^-} + n_{\text{Ce}^{4+}/\text{Fe}^{2+}}$$

Spojením těchto dvou vztahů obdržíme:

$$n_{\text{NO}_2^-, \text{total}} = n_{\text{H}_3\text{NSO}_3} + \frac{1}{2} \cdot (n_{\text{Ce}^{4+}/\text{total}} - n_{\text{Ce}^{4+}/\text{Fe}^{2+}})$$

Odtud snadno nahlédneme, že v titrační baňce je:

$$n_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{titrační baňka}} = n_{\text{NO}_2^-, \text{total}} - \frac{1}{2} \cdot (n_{\text{Ce}^{4+}/\text{total}} - n_{\text{Fe}^{2+}})$$

$$n_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{titrační baňka}} = c_{\text{NO}_2^-} \cdot V_{\text{NO}_2^-} - \frac{1}{2} \cdot (c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}} - c_{\text{Fe}^{2+}} \cdot V_{\text{Fe}^{2+}})$$

$$m_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{titrační baňka}} = M_{\text{H}_3\text{NSO}_3} \cdot \left(c_{\text{NO}_2^-} \cdot V_{\text{NO}_2^-} - \frac{1}{2} \cdot (c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}} - c_{\text{Fe}^{2+}} \cdot V_{\text{Fe}^{2+}}) \right)$$

V odměrné baňce (a tedy v navážce m_{vzorek} je, vzhledem k ředění, množství kyseliny amidosírové 20× vyšší:

$$m_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{odměrná baňka}} = m_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}} = 20 \cdot m_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{titrační baňka}}$$

Hmotnostní zlomek je tedy:

$$w_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}} = \frac{m_{\text{H}_3\text{NSO}_3, \text{vzorek}}}{m_{\text{vzorek}}}$$

Za správnou titrační stechiometrii dusitanů 0,50 bodu.

Za správnou titrační stechiometrii ceričité soli 0,50 bodu.

Za správné zohlednění ředění 0,50 bodu.

Za zohlednění navážky čistícího prostředku 0,50 bodu.

Za přepočet látkového množství na hmotnost 0,50 bodu.

Za numericky správný výsledek včetně jednotek 0,50 bodu.

V případě alternativního postupu a jeho správnosti udělit za postup plný počet bodů.

Celkem 3,00 bodu.

8) Vzorce a názvy kyselin:

H_3PO_4 = kyselina trihydrogenfosforečná, kyselina fosforečná, kyselina o-fosforečná

HCl = kyselina chlorovodíková

$HOCH(CH_2COOH)_2$ = kyselina citronová

Z každou správnou dvojici vzorce a názvu 0,25 bodu.

Celkem maximálně 0,50 bodu.

9) Zdůvodnění:

Obě soli mají tendenci při sebemenším zvyšování hodnoty pH (třeba i při ředění) hydrolyzovat a tvořit nerozpustné komplexy.

Za zdůvodnění 0,25 bodu.

10) Návrh metody:

Manganometrie.

Za uvedení metody 0,25 bodu.

11) Hodnocení správné laboratorní techniky a bezpečné práce v chemické laboratoři.

Hodnocení laboratorní techniky spočívá v řádném dozoru nad účastníky/icemi. Body se strhávají po částech 0,25 bodu za **prohřešky**, které **nemají vliv na čistotu/výtěžek nebo výsledek stanovení** ale jsou v rozporu se správnou laboratorní technikou a bezpečností práce. Jedná se zejména o:

- nesprávné sestavení aparatury (poloha držáků a svorek, neuchycení aparatur)
- výrazný nepořádek na pracovním místě
- nepoužívání nebo nesprávné používání ochranných pomůcek a prostředků
- nesprávná manipulace s laboratorními přístroji (váhy, magnetické míchačky a další přístroje)
- necitlivá manipulace s odměrným nádobím (zejm. pipety, odměrné baňky a byrety)
- rozbití laboratorního vybavení
- nepřítomnost míchadla nebo varných kamínků v zahřívané aparatuře
- nesprávná technika provedení filtrace

Poskytnutí nového vzorku nebo chemikálie navíc je sankcionováno 0,50 body.

Veškeré prohřešky musí být popsány organizátorem v pracovním listu soutěžících s danou bodovou ztrátou, která danému prohřešku přísluší. Celkový počet bodů za laboratorní techniku a bezpečnost práce nemůže být záporný.

Za správnou laboratorní techniku a bezpečnost práce celkem maximálně 3,00 bodu.