



56. ročník

2019/2020

ŠKOLNÍ KOLO

Kategorie E

Praktická část – Zadání

50 bodů

PRAKTICKÁ ČÁST

50 BODŮ

Autoři

Jiří Doležel

University College London, Londýn

Radomír Paliga

VŠCHT Praha

Recenze

Mgr. Eva Vrzáčková

Masarykova střední škola chemická, Praha

Milí soutěžící,

v letošním roce se v praktické části chemické olympiády setkáte s úlohami využívajícími různé redoxní reakce, a to jak v analytické části, tak v preparativní části. Hlavními tématy analytické části jsou manganometrická a bromátometrická stanovení včetně jejich indikace, ať už vizuální, či instrumentální. Pro úspěšnou účast v praktické části je nutné rozumět základním laboratorním operacím, např. správnému provedení titrace, a výpočtům s nimi spojenými. Ve vyšších kolech můžete očekávat i výpočty spjaté s redoxními reakcemi. Preparativní část je pak zaměřena na syntézy spojené s redoxními reakcemi sloučenin manganu, ať už jako činidly, či jako reagenty. Obě části vyžadují určitou praktickou zručnost v laboratoři.

Doporučená literatura:

1. L. Čermáková, a kol.: Analytická chemie 1, SNTL 1980, str. 247-253, 263-272, 289-294
2. M. Veselý, O. Bartíková.: Analytická chemie kvantitativní, SNTL 1968, str. 77-80, 82-96, 116-118
3. H. Moravcová, Analytická chemie, Pavko 2011, str. 78-79, 81-85, 86-88
4. P. Klouda, Fyzikální chemie, Pavko 20002, str. 112-116
5. U. Otto, F. Plzák.: Laboratorní cvičení z fyzikální chemie, SNTL 1970, str. 215-220
6. P. Klouda, Moderní analytické metody, Pavko 2003, str. 96-102, 104-105
7. M. Bartoš, J. Šrámková: Analytická chemie I, Univerzita Pardubice 2004, dostupné online z <https://meloun.upce.cz/docs/analchem1/skripta.pdf>
8. V. Jakeš, a kol.: Laboratoř anorganické chemie I, 2. vydání, VŠCHT Praha, 2018, str.: 69-70
9. Kapitoly v jiných středoškolských učebnicích, odpovídající tématům ročníku.
10. Vhodným pomocníkem při přípravě mohou být i některé důvěryhodné webové stránky (např. materiály z vysokých škol).

Úloha 1 Bromátometrie – stanovení oxidačního stavu dusíku**30 bodů**

Drtivá většina metod analytické chemie využívá redoxní reakce ke stanovení obsahu látek ve vzorku. Mohou však být použity i jinak, a to k ověření oxidačního stavu stanovené složky ve vzorku, o čemž je i tato úloha.

Pomůcky:

- kovová špachtle
- navažovací lodička
- 2× kádinka 100 ml
- skleněná tyčinka
- odměrná baňka 100 ml
- odměrná baňka 250 ml
- 3× titrační baňka 250 ml
- nedělená pipeta 10 ml
- odměrný válec 100 ml
- byreta s teflonovým kohoutem nebo kuličkou 50 ml
- malá nálevka na doplnění byrety
- stojan s klemou a držákem
- stříčka s destilovanou vodou
- pipetovací nástavec či balonek
- filtrační papír
- lihový fix

Chemikálie:

- KBrO_3 p. a., $M = 167,000 \text{ g mol}^{-1}$
- vzorek látky obsahující dusík p. a., $M = 130,120 \text{ g mol}^{-1}$
- HCl , $c = 6 \text{ mol dm}^{-3}$
- methylovanž, 0,1% vodný roztok
- destilovaná voda

Pracovní postup:**Příprava odměrného roztoku KBrO_3**

- Na analytických vahách odvažte přibližně takové množství bromičnanu draselného (KBrO_3), které potřebujete k přípravě 250 ml $0,02 \text{ mol dm}^{-3}$ roztoku KBrO_3 . Navážku zapište do pracovního listu.
- Navážku převedte do 100ml kádinky a rozpusťte v destilované vodě. Vzniklý roztok kvantitativně převedte do 250ml odměrné baňky. Odměrnou baňku doplňte destilovanou vodou po rysku a připravený roztok homogenizujte.

Příprava roztoku vzorku (neznámé látky obsahující dusík)

- Na analytických vahách odvažte přesně 0,98 g vzorku a navážku zapište do pracovního listu.
- Navážku převedte do 100ml kádinky a rozpusťte v destilované vodě. Vzniklý roztok kvantitativně převedte do 100ml odměrné baňky. Odměrnou baňku doplňte destilovanou vodou po rysku a připravený roztok homogenizujte.

Bromátometrické stanovení s vizuální indikací

- Ze zásobního roztoku vzorku ve 100ml odměrné baňce odpipetujte do titrační baňky 10 ml, přidejte přibližně 30 ml destilované vody a 15 ml 6M roztoku kyseliny chlorovodíkové (HCl). Následně přidejte 4-5 kapek indikátoru methylovanže. Roztok v titrační baňce promíchejte.
- Titrujte odměrným roztokem KBrO_3 , z červeného zbarvení do bezbarvého. V okolí bodu ekvivalence titrujte velmi pomalu; pokud se roztok zbarví do světle žluté, proveďte titraci od začátku. Spotřebu odměrného roztoku zapište do pracovního listu.
- Titraci proveďte celkem třikrát (při odlišných spotřebách i vícekrát) a ze zapsaných spotřeb vypočítejte oxidační stav dusíku ve vzorku.

Otázky a úkoly (odpovězte do pracovního listu):

- 1) **Vypočítejte navážku KBrO_3 nutnou pro přípravu odměrného roztoku. Uveďte společně s vaší skutečnou navážkou.**
- 2) **Uveďte vaši navážku vzorku a vypočítejte látkové množství v titrační baňce.**
- 3) **Zapište spotřeby titračních stanovení a vypočítejte průměrnou spotřebu.**
- 4) **Uveďte polorovnici redukce bromičnanu na bromid v kyselém prostředí. Určete, zda se atomy bromu při reakci redukují, či oxidují.**
- 5) **Vypočítejte oxidační stav dusíku ve vzorku, za předpokladu, že veškerý dusík redoxně reaguje za tvorby molekulárního dusíku N_2 . Zaokrouhlete výsledek na celá čísla.**
- 6) **Určete sloučeninu, ve které má dusík vámi stanovené oxidační číslo. Uveďte název i vzorec.**
- 7) **Uveďte iontovou rovnici stanovení. Přepokládejte, že veškerý dusík ve vzorku je přeměněn na molekulární dusík N_2 .**
- 8) **Jak funguje vizuální indikace využívající azobarviva při bromátometrii? Uveďte chemickou rovnici reakce bromičnanu při indikaci.**
- 9) **Proč není nutné provádět standardizaci odměrného roztoku bromičnanu draselného?**
- 10) **Hodnocená je i technika práce, sestavení aparatury, používání ochranných pomůcek, pořádek na stole a závěrečný úklid pracovního místa a pomůcek.**

Úloha 2 Příprava jodičnanu draselného**20 bodů**

Milí soutěžící, vaše první preparativní úloha v letošním roce bude příprava jodičnanu draselného pomocí reakce jodidu draselného s manganistanem draselným. Jód je prvek ze 17. skupiny a existuje ve spoustě různých oxidačních čísel. Jodičnan draselný se používá jako základní látka pro různé volumetrické metody. Jedná se o bílou krystalickou látku.

Pomůcky:

- varná baňka 250 ml
- stojan
- klema
- svorka
- varné kamínky
- trojnožka
- sklokeramická síťka
- lžička
- navažovací lodička
- kádinka 400 ml
- odměrný válec 10 ml
- kádinka 100 ml
- odsávací baňka
- Büchnerova nálevka
- filtrační papír
- gumové těsnění pro vakuovou filtraci
- tyčinka
- vodní lázeň
- odpařovací miska
- pH papírek
- kahan
- sirky
- nůžky
- brýle
- špachtle
- lihový fix

Chemikálie:

- KMnO_4 , $M(\text{KMnO}_4) = 158,034 \text{ g mol}^{-1}$
- KI p. a., $M(\text{KI}) = 166,003 \text{ g mol}^{-1}$
- kyselina octová 1:1
- ethanol
- destilovaná voda

Pracovní postup:

- Na předvážkách navažte 9,15 g manganistanu draselného, ten vsypte do varné baňky opatřené varnými kamínky. Do varné baňky nalijte 200 ml horké destilované vody a směs zahřívejte na vodní lázni do úplného rozpuštění manganistanu.
- Na předvážkách navažte 4,00 g jodidu draselného a rozpustte jej v kádince v co nejmenším množství vody, připravený roztok přidejte do varné baňky a směs zahřívejte 40 minut.
- Suspenzi nechte zchladnout a přidávejte po 1 ml ethanolu. Po každém přidavku zkontrolujte, zda je všečen manganistan doreagovaný takto: pomocí tyčinky kápněte reakční směs na filtrační papír, pokud je okraj skvrny fialový, reakční směs stále obsahuje manganistan draselný.
- Suspenzi okyselte kyselinou octovou na pH 6, směs uveďte k varu a přefiltrujte za horka přes Büchnerovu nálevku. Filtrační koláč několikrát promyjte vodou.
- Filtrát zahustěte na vodní lázni ke krystalizaci, pokud se objeví tmavý zákal, roztok znovu přefiltrujte.
- Vyloučené krystaly produktu odfiltrujte a promyjte ethanolem.

Otázky a úkoly (odpovězte do pracovního listu):

- 1) **Napište a vyčíslete rovnici manganistanu draselného s jodidem draselným ve vodném prostředí.**
- 2) **Napište a vyčíslete rovnici manganistanu draselného s ethanolem. Popište, proč do varné baňky přidáváme ethanol.**
- 3) **Vypočtěte teoretický výtěžek jodičnanu draselného i druhého produktu vztaženo na jodid draselný.**
- 4) **Vypočtěte teoretický výtěžek jodičnanu draselného i druhého produktu vztaženo na manganistan draselný.**
- 5) **Jaký je praktický a procentuální výtěžek jodičnanu draselného vztaženo na limitující reaktant?**
- 6) **Jak by probíhala reakce, pokud bychom reakční směs okyselili? Napište a vyčíslete příslušnou chemickou rovnici.**
- 7) **Nakreslete strukturní elektronový vzorec jodičnanového aniontu.**
- 8) **Hodnocená je i technika práce, sestavení aparatury, používání ochranných pomůcek, pořádek na stole a závěrečný úklid pracovního místa a pomůcek.**

PRACOVNÍ LIST

Úloha 1 Bromatometrie – stanovení oxidačního stavu dusíku

30 bodů

- 1) Vypočítejte navážku KBrO_3 nutnou pro přípravu odměrného roztoku. Uveďte společně s vaší reálnou navážkou. $M(\text{KBrO}_3) = 167,000 \text{ g mol}^{-1}$

Výpočet:

Teoretická navážka: $m(\text{KBrO}_3) = \dots\dots\dots \text{ g}$

Reálná navážka: $m(\text{KBrO}_3) = \dots\dots\dots \text{ g}$

body:

- 2) Uveďte navážku vzorku a vypočítejte látkové množství této látky v titrační baňce. $M(\text{vzorek}) = 130,120 \text{ g mol}^{-1}$

Navážka: $m(\text{vzorek}) = \dots\dots\dots \text{ g}$

Výpočet:

$n(\text{vzorek}) = \dots\dots\dots \text{ mol}$

body:

- 3) Zapište spotřeby titračních stanovení a vypočítejte průměrnou spotřebu.

Spotřeba KBrO_3	1	2	3	4	Průměrná spotřeba
$V(\text{KBrO}_3) / \text{ml}$					
body:					

- 4) Uvedte polorovnici redukce bromičnanu na bromid v kyselém prostředí. Určete, zda se atomy bromu při reakci redukují, či oxidují.

Rovnice poloreakce:

Redoxní děj u atomů bromu:

body:

- 5) Vypočítejte oxidační stav dusíku ve vzorku za předpokladu, že veškerý dusík redoxně reaguje za tvorby molekulárního dusíku N₂. Zaokrouhlete výsledek na celá čísla. $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$

Výpočet:

Oxidační číslo atomu dusíku:

body:

- 6) Určete sloučeninu, ve které má dusík vámi stanovené oxidační číslo. Uveďte název i vzorec.

Sloučenina:

body:

- 7) Uveďte iontovou rovnici stanovení. Předpokládejte, že veškerý dusík ve vzorku je přeměněn na molekulární dusík N_2 .

Chemická rovnice v iontovém tvaru:

body:

- 8) Jak funguje vizuální indikace využívající azobarviva v bromátometrii? Uveďte chemickou rovnici reakce bromičnanu při indikaci.

Vysvětlení:

Chemická rovnice:

body:

- 9) Proč není nutné provádět standardizaci odměrného roztoku bromičnanu draselného?

Zdůvodnění:

body:

- 10) Hodnocení laboratorní techniky a bezpečnosti práce v laboratoři.

Maximum bodů, které zde můžete získat, jsou 2. Bodové srážky po 0,5 bodu udělují organizátoři zejména za nepořádek na laboratorním stole, nedodržení bezpečnosti práce, absenci ochranných pomůcek, chybnou techniku práce, nesprávně sestavenou aparaturu a opuštění pracovního místa bez úklidu.

body:

Úloha 2 Příprava jodičnanu draselného

20 bodů

1) Napište a vyčíslete rovnici manganistanu draselného s jodidem draselným ve vodném prostředí.

Chemická rovnice:	
	body:

2) Napište a vyčíslete rovnici manganistanu draselného s ethanolem. Popište, proč do varné baňky přidáváme ethanol.

Chemická rovnice:	
	body:

Zdůvodnění:

3) Vypočtěte teoretický výtěžek jodičnanu draselného i druhého produktu vztaženo na jodid draselný.

Výpočet:	
	body:

Teoretický výtěžek:

$m(\text{KIO}_3) = \dots\dots\dots \text{ g}$

$m(\text{druhý produkt}) = \dots\dots\dots \text{ g}$

- 4) Vypočtěte teoretický výtěžek jodičnanu draselného i druhého produktu vztaženo na manganistan draselný.

Výpočet:

Teoretický výtěžek:

$m(\text{KIO}_3) = \dots\dots\dots \text{g}$

$m(\text{druhý produkt}) = \dots\dots\dots \text{g}$

body:

- 5) Jaký je praktický a procentuální výtěžek jodičnanu draselného vztaženo na limitující reaktant?

Limitující reaktant:

Výpočet:

Praktický výtěžek: $\dots\dots\dots \text{g}$

Procentuální výtěžek: $\dots\dots\dots \%$

body:

- 6) Jak by probíhala reakce, pokud bychom reakční směs okyselili? Napište a vyčíslete příslušnou chemickou rovnici.

Chemická rovnice:
body:

- 7) Nakreslete strukturní elektronový vzorec jodičnanového aniontu

Strukturní elektronový vzorec:
body:

- 8) Hodnocení laboratorní techniky a bezpečnosti práce v laboratoři.

Maximum bodů, které zde můžete získat, jsou 2. Bodové srážky po 0,5 bodu udělují organizátoři zejména za nepořádek na laboratorním stole, nedodržení bezpečnosti práce, absenci ochranných pomůcek, chybnou techniku práce, nesprávně sestavenou aparaturu a opuštění pracovního místa bez úklidu.
body: