



61. ročník

2024/2025

KRAJSKÉ KOLO

Kategorie E

Praktická část – Řešení

PRAKTICKÁ ČÁST**60 BODŮ****Úloha 1 Stanovení triethyl-citrátu alkalimetricky****30 bodů**

- 1) Uvedení přesných navážek/objemů/koncentrací použitých chemikálií / vzorků / odměrných roztoků.

tato úloha není bodově hodnocena

- 2) Hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku kyseliny sírové:

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

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

Hodnota $V(\text{stud,ref})/\text{ml}$ se určí pomocí spotřeby stanovené organizátory $V(\text{org})/\text{ml}$ a hodnot navážek vzorku, kterou použili soutěžící a organizátoři $m(\text{vz,stud})/\text{g}$ a $m(\text{vz,org})/\text{g}$ dle vztahu:

$$V(\text{stud,ref}) = V(\text{org}) \cdot \frac{c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH,pip}} - 3 \cdot \frac{m(\text{vz,stud})}{M_{\text{triethyl-citrát}}}}{c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH,pip}} - 3 \cdot \frac{m(\text{vz,org})}{M_{\text{triethyl-citrát}}}}$$

Ve výše uvedeném vztahu je c_{NaOH} molární koncentrace v jednotkách mol dm^{-3} , $V_{\text{NaOH,pip}} = 10,00 \cdot 10^{-3} \text{ dm}^3$ a $M_{\text{triethyl-citrát}} = 276,28 \text{ g mol}^{-1}$.

$\Delta V \leq 0,3 \text{ ml}$	$0,3 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 1,5 \text{ ml}$	$1,5 \text{ ml} \leq \Delta V$
20 bodů	$(25 - (150/9) \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

*body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu**za přesnost stanovení maximálně 20,00 bodu***celkem 20,00 bodu**

3) Výpočty:

Úvodem je třeba zapsat bilance pro reakce mezi hydroxidem sodným a triethyl-citrátem, dále mezi hydroxidem sodným a kyselinou sírovou:

$$n_{\text{NaOH}} = 3 \cdot n_{\text{triethyl-citrát}}$$

$$n_{\text{NaOH}} = 2 \cdot n_{\text{H}_2\text{SO}_4}$$

Ve varné baňce probíhá během hydrolyzy reakce mezi nadbytkem přidaného hydroxidu sodného a triethyl-citrátem, přičemž v reakční směsi zůstane jistý reziduální nezreagovaný NaOH ($n_{\text{NaOH, res}}$):

$$n_{\text{NaOH, total}} = 3 \cdot n_{\text{triethyl-citrát}} + n_{\text{NaOH, res}}$$

Tento reziduální NaOH je následně ředěn v odměrné baňce na 200,0 ml a pro titraci je odebrán alikvot 20,00 ml, množství NaOH v titrační baňce je pak:

$$n_{\text{NaOH, tit.b.}} = \frac{1}{10} \cdot n_{\text{NaOH, res}} = 2 \cdot n_{\text{H}_2\text{SO}_4} \rightarrow n_{\text{NaOH, res}} = 10 \cdot 2 \cdot c_{\text{H}_2\text{SO}_4} V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$$

Pro celkovou bilanci NaOH pak platí:

$$c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = 3 \cdot \frac{m_{\text{triethyl-citrát}}}{M_{\text{triethyl-citrát}}} + 10 \cdot 2 \cdot c_{\text{H}_2\text{SO}_4} V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$$

Hmotnost triethyl-citrátu ve vzorku je tedy:

$$m_{\text{triethyl-citrát}} = \frac{1}{3} \cdot M_{\text{triethyl-citrát}} \cdot (c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} - 10 \cdot 2 \cdot c_{\text{H}_2\text{SO}_4} V_{\text{H}_2\text{SO}_4})$$

Hmotnostní zlomek triethyl-citrátu ve vzorku je pak:

$$w_{\text{triethyl-citrát}} = \frac{m_{\text{triethyl-citrát}}}{m_{\text{vzorek}}}$$

za správně provedenou celkovou bilanci látkového množství NaOH 1,00 bodu

za správnou bilanci mezi látkovým množstvím triethyl-citrátu a NaOH 0,50 bodu

za správnou bilanci mezi látkovým množstvím kyseliny sírové a NaOH 0,50 bodu

za jakýkoliv správný postup výpočtu hmotnosti triethyl-citrátu ve vzorku 3,00 bodu (dílčí body se neudělují)

za správný postup výpočtu hmotnostního zlomku 0,50 bodu

za numericky správný výsledek čistoty včetně jednotek 0,50 bodu

jakýkoliv jiný správný postup vedoucí ke správnému numerickému výsledku hodnotit plným počtem bodů

celkem 6,00 bodu

4) Objasnění:

Jako emulgátory se obecně označují látky, které snižují povrchové napětí na mezifázi dvou nemísitelných kapalin a jsou tak schopny usnadnit homogenizaci dvou nemísitelných kapalin na emulzi, již dále stabilizují.

za správnou odpověď 1,00 bodu

5) 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 0,50 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 technika práce v digestoři/nezajištění dostatečného větrání apod.
- 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
- nesprávná nebo nebezpečná technika vytřepávání (zejm. absence uvolňování přetlaku apod.)
- nebezpečná manipulace s injekčními stříkačkami
- nesprávné nakládání s odpady

Doplnění chemikálií či vzorku je sankcionováno ztrátou 1,00 bodu za každou doplněnou chemikálií.

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 techniku se udělí maximálně 3,00 body (celkový počet bodů nemůže být záporný)

celkem 3,00 body

Úloha 2 Stanovení glukonátu železnatého cerimetry**30 bodů**

- 1) Uvedení přesných navážek/objemů/koncentrací použitých chemikálií / vzorků / odměrných roztoků.

tato úloha není bodově hodnocena

- 2) Hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku síranu ceričitého:

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

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

Hodnota $V(\text{stud,ref})$ se určí pomocí spotřeby stanovené organizátory $V(\text{org})$ a hodnot navážek vzorku, kterou použili soutěžící a organizátoři $m(\text{vz,stud})$ a $m(\text{vz,org})$:

$$V(\text{stud,ref}) = \frac{m(\text{vz, stud})}{m(\text{vz, org})} \cdot V(\text{org})$$

$\Delta V \leq 0,15 \text{ ml}$	$0,15 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,9 \text{ ml}$	$0,9 \text{ ml} \leq \Delta V$
20 bodů	$(24 - (80/3) \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

*body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu**za přesnost stanovení maximálně 20,00 bodů***celkem 20,00 bodů**

- 3) Výpočty:

Z látkové bilance je stechiometrický poměr mezi glukonátem železnatým ($\text{Fe}(\text{Glu})_2$) a ceričitou solí:

$$n_{\text{Fe}(\text{Glu})_2} = n_{\text{Ce}^{4+}}$$

Hmotnost glukonátu železnatého v titrační baňce je pak:

$$\frac{m_{\text{Fe}(\text{Glu})_2, \text{tit.b.}}}{M_{\text{Fe}(\text{Glu})_2}} = c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}} \rightarrow m_{\text{Fe}(\text{Glu})_2, \text{tit.b.}} = M_{\text{Fe}(\text{Glu})_2} \cdot c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}}$$

Vzhledem k odebíranému alikvotnímu podílu je hmotnost glukonátu železnatého ve vzorku 10× vyšší, tedy:

$$m_{\text{Fe}(\text{Glu})_2, \text{vzorek}} = 10 \cdot m_{\text{Fe}(\text{Glu})_2, \text{tit.b.}} = 10 \cdot M_{\text{Fe}(\text{Glu})_2} \cdot c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}}$$

Hmotnostní zlomek glukonátu železnatého v předloženém vzorku hydrátu je:

$$w_{\text{Fe}(\text{Glu})_2} = \frac{m_{\text{Fe}(\text{Glu})_2, \text{vzorek}}}{m_{\text{vzorek}}} = \frac{10 \cdot M_{\text{Fe}(\text{Glu})_2} \cdot c_{\text{Ce}^{4+}} \cdot V_{\text{Ce}^{4+}}}{m_{\text{vzorek}}}$$

*za správnou stechiometrii titrace 1,00 bodu**za přepočítání látkového množství na hmotnost 0,50 bodu**za správné zohlednění ředění 0,50 bodu**za správný výpočet hmotnostního zlomku 1,00 bodu**za numericky správný výsledek včetně jednotek 0,50 bodu**jákykoliv jiný správný postup vedoucí ke správnému numerickému výsledku hodnotit plným počtem bodů***celkem 3,50 bodu**

4) Zdůvodnění:

Vzorek obsahuje železnatou sůl, jejíž množství stanovujeme oxidimetricky. Železnaté soli ale jeví ke skolu se oxidovat vzdušným kyslíkem. Třepání vzorku zapříčiní zvýšení obsahu rozpuštěného kyslíku v roztoku železnaté soli a tím i riziko její oxidace, což pak vede k virtuálně nižšímu obsahu analytu ve vzorku.

za správné zdůvodnění na základě rizika oxidace železnaté soli 0,50 bodu

celkem 0,50 bodu

5) Výpočty:

Nutná hmotnost glukonátu železnatého v uvedeném množství roztoku je:

$$m_{\text{Fe(Glu)}_2} = c_{m,\text{Fe(Glu)}_2} \cdot V = 1,2 \text{ g dm}^{-3} \cdot 500 \text{ dm}^3 = 600 \text{ g}$$

Pokud je hmotnostní zlomek glukonátu železnatého v uvedeném hydrátu $w(\text{Fe(Glu)}_2/\text{Fe(Glu)}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O})$, je požadovaná hmotnost hydrátu daná jako:

$$m_{\text{Fe(Glu)}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{Fe(Glu)}_2}}{w_{\text{Fe(Glu)}_2/\text{Fe(Glu)}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}}}$$

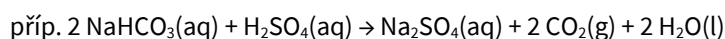
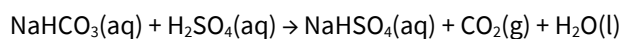
za správný postup výpočtu hmotnosti čistého glukonátu železnatého 0,50 bodu

za správný postup výpočtu hmotnosti hydrátu 1,00 bodu

za numericky správný výsledek včetně jednotek 0,50 bodu

celkem 2,00 bodu

6) Rovnice:



za správně sestavenou rovnici včetně vyčíslení 1,00 bodu (dílčí body se neudělují)

celkem 1,00 bodu

7) 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 0,50 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 technika práce v digestoři/nezajištění dostatečného větrání apod.
- 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
- nesprávná nebo nebezpečná technika vytřepávání (zejm. absence uvolňování přetlaku apod.)
- nebezpečná manipulace s injekčními stříkačkami
- nesprávné nakládání s odpady

Doplnění chemikálií či vzorku je sankcionováno ztrátou 1,00 bodu za každou doplněnou chemikálii.

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 techniku se udělí maximálně 3,00 body (celkový počet bodů nemůže být záporný)

celkem 3,00 body