

ÚLOHY Z PRAXE

Chemická olympiáda – kategória E,F – 59. ročník – šk. rok 2022/2023

Celoštátne kolo

Martina Gánovská

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov

Doba riešenia: 300 minút

POKYNY K RIEŠENIU

Pozorne si prečítajte zadanie časti A aj B a rozhodnite sa, ktorú časť začnete ako prvú riešiť.

Úvod

Acidobázické indikátory sú organické látky, ktorých sfarbenie sa mení v závislosti od pH prostredia.

Hodnotu pH neznámej vzorky možno určiť pridaním acidobázického indikátora so známou hodnotou K_a a spektrofotometrickým meraním relatívnych koncentrácií kyslej a zásaditej formy tohto indikátora v neznámom roztoku.

$$pH = pK_a + \log \frac{[In^-]}{[HIn]}$$

Pre výpočet podielu koncentrácií $\frac{[In^-]}{[HIn]}$ sa používajú sústavy rovníc, ktoré vyjadrujú závislosť absorbancií

$$A_{\lambda 1} = \varepsilon_{1a} \times l \times [HIn] + \varepsilon_{1b} \times l \times [In^-]$$

$$A_{\lambda 2} = \varepsilon_{2a} \times l \times [HIn] + \varepsilon_{2b} \times l \times [In^-]$$

Náplňou úloh celoštátneho kola je:

A - stanovenie kyseliny acetylsalicylovej nepriamou titráciou

B - spektrofotometrické stanovenie hodnoty pH v neznámej vzorke

Máte k dispozícii nasledujúce tuhé látky a pripravené nasledujúce roztoky:

- roztok bromkrezolovej zelenej,
- roztok HCl s $c = 3 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$,
- roztok HCl s $c = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$,
- roztok NaOH s $c = 1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$,
- roztok NaOH s $c = 0,5 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$,
- uhličitan sodný p.a, tuhá látka,
- dihydrát kyseliny šťaveľovej p.a., tuhá látka,
- chlorid vápenatý, roztok $w = 0,1$
- metyloranž, roztok indikátora
- fenolftaleín, roztok indikátora
- Tashiro indikátor, roztok indikátora

Úloha A: Stanovenie kyseliny acetylsalicylovej v liečive nepriamou titráciou.

Farebné prechody indikátorov sa v praxi najčastejšie využívajú pri acidobázickej titrácii, ktorá slúži na určenie obsahu kyseliny alebo hydroxidu v analyzovanej vzorke.

Kyselina acetylsalicylová je organická kyselina. Nižšie dávky majú analgeticko – antipyretické účinky, vyššie antireumatické účinky. Existuje viac ako 50 názvov – ochranných známk liekov, ktorých hlavnou účinnou látkou je kyselina acetylsalicylová.

Na stanovenie kyseliny acetylsalicylovej je možné použiť viaceré postupy. Jedným z nich je rozpúšťanie liečiva v etanole a následné priame stanovenie hydroxidom sodným. Keďže reakcia hydroxidu je pomalá je vhodnejšie stanoviť koncentráciu kyseliny acetylsalicylovej nepriamou titráciou po hydrolýze v alkalickom prostredí. Nadbytok pridaného hydroxidu sa stanoví spätnou titráciou odmerným roztokom kyseliny chlorovodíkovej.

Úloha A1: Príprava roztokov

- A1.1 Vypočítajte objem kyseliny chlorovodíkovej s koncentráciou 3 mol dm^{-3} potrebný na prípravu 100 cm^3 roztoku s koncentráciou $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok máte pripravený.
- A1.2 Vypočítajte hmotnosť bezvodého uhličitanu sodného potrebného na prípravu 100 cm^3 roztoku s koncentráciou blízku $c = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok pripravte a vypočítajte jeho presnú koncentráciu.
- A1.3 Pripravte 100 cm^3 zriedeného roztoku hydroxidu sodného s približnou koncentráciou $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ odpipetovaním potrebného množstva roztoku NaOH s $c = 1 \text{ mol dm}^{-3}$.
- A1.4 Vypočítajte hmotnosť dihydrátu kyseliny šťaveľovej potrebnú na prípravu 100 cm^3 roztoku s koncentráciou blízku $c = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok z vypočítaných hodnôt pripravte a vypočítajte jeho presnú koncentráciu.

Úloha A2: Určenie presnej koncentrácie roztokov

- A2.1 Do titračnej banky odpipetujte $20,0 \text{ cm}^3$ štandardného roztoku uhličitanu sodného s presne známou koncentráciou blízku $0,05 \text{ mol. dm}^{-3}$, ktorý ste si pripravili v úlohe A1.2, pridajte 3 kvapky indikátora Tashiro (metylčerveň + metylénová modrá) a titrujte roztokom kyseliny chlorovodíkovej s približnou koncentráciou $0,1 \text{ mol. dm}^{-3}$ do farebnej zmeny (zelená – ružovofialová). Pri titrácii sa uvoľňuje oxid uhličitý, ktorý ovplyvňuje farebný prechod indikátora, preto titrovaný roztok zahrejte do varu, následne ochladte a dotitujte. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení, určte akceptovanú hodnotu spotreby a vypočítajte presnú koncentráciu roztoku kyseliny chlorovodíkovej.
- A2.2 Do titračnej banky odpipetujte $20,0 \text{ cm}^3$ roztoku dihydrátu kyseliny šťaveľovej s presne známou koncentráciou blízku $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$, ktorý ste si pripravili v úlohe A1.4, pridajte 1-2 kvapky indikátora metyloranže. Zmes titrujte odmerným roztokom hydroxidu sodného, ktorý ste si pripravili v úlohe A1.3. Pri zmene sfarbenia pridajte 10 cm^3 chloridu vápenatého, premiešajte a dotitujte. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení, určte akceptovanú hodnotu a vypočítajte presnú koncentráciu roztoku hydroxidu sodného. Následne vypočítajte koncentráciu zásobného roztoku NaOH, ktorý použijete na hydrolýzu pri stanovení kyseliny acetylsalicylovej.

Úloha A3: Stanovenie kyseliny acetylsalicylovej

- A3.1 Na analytických váhach presne odvážite hmotnosť dvoch tabliet acylpyrínu, navážok rozpustíte vo vysokej, úzkej kadičke s objemom 250 cm^3 pridaním 25 cm^3 demineralizovanej vody.
- A3.2 Realizujte alkalickú hydrolýzu kyseliny acetylsalicylovej: K rozpusteným tabletkám pridajte $25,0 \text{ cm}^3$ roztoku NaOH s približnou koncentráciou 1 mol dm^{-3} a opatrne zahrejte do mierneho varu cca 2-3 minúty. Kadičku počas zahrievania prikryte lievikom, aby ste zabránili odpareniu rozpúšťadla. V prípade, že roztok bude peniť, prudko vriieť, zahrievanie prerušte. Tableta acylpyrínu obsahuje pojivá, ktoré sa nerozpustia.
- A3.3 Suspenziu nechajte vychladnúť na laboratórnu teplotu, preneste kvantitatívne do odmernej banky s objemom 100 cm^3 a pripravte zásobný roztok doplnením demineralizovanou vodou.
- A3.4 Zo zásobného roztoku pripraveného v úlohe A3.3 odpipetujte $10,0 \text{ cm}^3$ do titračnej banky, pridajte 40 cm^3 demineralizovanej vody a dve kvapky indikátora fenolftaleín. Titrujte roztokom kyseliny chlorovodíkovej, ktorej presnú koncentráciu ste stanovili v úlohe A2.1 do odfarbenia. Vypočítajte hodnotnosť kyseliny acetylsalicylovej v jednej tabletku.

Úloha B: Stanovenie pH neznámej vzorky

Úloha B1: Príprava roztokov

- B1.1 Vypočítajte koncentráciu zásobného roztoku brómkrezolovej zelene, ktorý bol pripravený odvážením približne 40 mg tuhej látky a rozpustením do objemu 500 cm^3 . Roztok máte pripravený a presná hmotnosť tuhej látky je uvedená na zásobnej fľaši.
- B1.2 Vypočítajte objem roztoku HCl s $c=3 \text{ mol dm}^{-3}$ potrebný na prípravu 100 cm^3 roztoku s koncentráciou $0,25 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok pripravte.
- B1.3 Vypočítajte hmotnosť hydroxidu sodného potrebnú na prípravu 100 cm^3 s koncentráciou $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok máte pripravený.

Úloha B2 : Meranie absorbancii kyslej a zásaditej formy indikátora

- B2.1 Pripravte roztok potrebný na zmeranie absorbancie kyslej formy indikátora podľa postupu: Do odmernej banky s objemom 50 cm^3 dávajte pomocou byrety $10,0 \text{ cm}^3$ pripraveného zásobného roztoku brómkrezolovej zelenej. Pridajte $25,0 \text{ cm}^3$ roztoku kyseliny chlorovodíkovej s koncentráciou $0,25 \text{ mol dm}^{-3}$, doplňte demineralizovanou vodou a premiešajte.
- B2.2 Zmerajte absorbanciu pripraveného roztoku pri vlnových dĺžkach 440 nm a 620 nm . voči porovnávaciemu roztoku – demineralizovanej vode.
- B2.3 Pripravte roztok potrebný na zmeranie absorbancie zásaditej formy indikátora podľa postupu: Do odmernej banky s objemom 50 cm^3 dávajte pomocou byrety $10,0 \text{ cm}^3$ pripraveného zásobného roztoku brómkrezolovej zelenej. Pridajte $10,0 \text{ cm}^3$ roztoku hydroxidu sodného s koncentráciou $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$, doplňte demineralizovanou vodou a premiešajte.

- B2.4 Zmerajte absorbančiu pripraveného roztoku pri vlnových dĺžkach 440 nm a 620 nm voči porovnávaciemu roztoku – demineralizovanej vode.
- B2.5 Vypočítajte hodnoty molárnych absorpčných koeficientov kyslej formy indikátora (ϵ_{1a} a ϵ_{2a}) a zásaditej formy indikátora (ϵ_{1b} a ϵ_{2b}).

Poznámka:

1. Na meranie absorbancie použite stále rovnakú kyvetu s presne známou hrúbkou blízkou 1 cm.

Úloha B3 : Príprava roztoku vzorky a meranie absorbancie vzorky

- A3.1 K roztoku vzorky, ktorý máte pripravený v 100 cm³ odmernej banke pridajte 20,0 cm³ brómkrezolovej zelene, doplňte po rysku demineralizovanou vodou a zhomogenizujte.
- A3.2 Zmerajte absorbancie roztoku pri 440 nm a 620 nm.
- A3.3 Z rovníc uvedených v úvode a nameraných absorbancií vzorky vypočítajte podiel $\frac{[In^-]}{[HIn]}$ a pH neznámej vzorky, ak $pK_a = 4,76$.

Pri výpočtoch použite nasledujúce hodnoty mólových hmotností:

$$M(\text{NaOH}) = 40 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 126,07 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{HCl}) = 36,46 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4) = 180,16 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 105,99 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{brómkrezolová zeleň}) = 698,02 \text{ g mol}^{-1}$$

Odpoveďový hárok z analytickej PRAXE

Súťažné číslo:			
Celkový počet pridelených bodov:	Podpis hodnotiteľov:		
Úloha A			
Úloha A1.1	Výpočet objemu kyseliny chlorovodíkovej:		
Úloha A1.2	Výpočet hmotnosti bezvodého uhličitanu: <table border="1" style="width: 100%;"><tr><td>Navážená hmotnosť Na₂CO₃</td><td>$m(\text{ŠT1})=$</td></tr></table> Výpočet presnej koncentrácie zásobného roztoku:	Navážená hmotnosť Na ₂ CO ₃	$m(\text{ŠT1})=$
Navážená hmotnosť Na ₂ CO ₃	$m(\text{ŠT1})=$		
Úloha A1.3	Výpočet objemu NaOH:		
Úloha A1.4	Výpočet hmotnosti dihydrátu kyseliny šťaveľovej:		

	Navážená hmotnosť $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$m(\text{ŠT2})=$
	Výpočet presnej koncentrácie zásobného roztoku:	
Úloha A2.1	Spotreba odmerného roztoku HCl:	
	Akceptovaná hodnota: $V_1(\text{HCl})$	
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri štandardizácii:	
	Výpočet presnej koncentrácie roztoku HCl:	
Úloha A2.2	Spotreba odmerného roztoku NaOH:	
	Akceptovaná hodnota: $V_2(\text{NaOH})$	
	Zápis chemických reakcií, ktoré prebehli pri štandardizácii:	
	Výpočet presnej koncentrácie zriedeného roztoku NaOH:	
Výpočet presnej koncentrácie roztoku NaOH použitého na hydrolýzu:		

Úloha A3	Navážená hmotnosť dvoch tabliet	m=
	Spotreba odmerného roztoku HCl:	
	Akceptovaná hodnota : V(ODM)	
	Reakcie prebiehajúce pri stanovení:	
	Výpočet hmotnosti kyseliny acetylsalicylovej v jednej tablete:	
Úloha B		
Úloha B1.1	Použitá hmotnosť BKZ	m1 (BKZ)=
	Výpočet molárnej koncentrácie roztoku brómkrezolovej zelene:	
Úloha B1.2	Výpočet objemu kyseliny chlorovodíkovej:	
Úloha B1.3	Výpočet hmotnosti hydroxidu sodného :	

Úloha B2.2	Meranie absorbancie kyslej formy indikátora				
		A1	A2		akceptovaná hodnota A
	440 nm				
	620 nm				
Úloha B2.4	Meranie absorbancie zásaditej formy indikátora				
		A1	A2		akceptovaná hodnota A
	440 nm				
	620 nm				
Úloha B2.5	Výpočet molárneho absorpčného koeficientu kyslej formy indikátora				
	$\varepsilon_{\lambda a} = \frac{A}{l \times c}$				
	ε1a		ε 2a		
	Výpočet		Výpočet		
	Výpočet molárneho absorpčného koeficientu zásaditej formy indikátora				
	$\varepsilon_{\lambda b} = \frac{A}{l \times c}$				
ε1b		ε 2 b			
Výpočet		Výpočet			

Úloha B3	Namerané hodnoty absorbancie na stanovenie pH vzorky			
		A1	A2	akceptovaná hodnota A
	440 nm			
	620 nm			
	Riešenie sústavy dvoch rovníc			
	[In ⁻] =		[HIn] =	
	Výpočet podielu $\frac{[In^-]}{[HIn]}$			
	Hodnota disociačnej konštanty		pKa= 4,76	
	Výpočet pH vzorky			