

**SLOVENSKÁ KOMISIA CHEMICKEJ OLYMPIÁDY**

---

# **CHEMICKÁ OLYMPIÁDA**

**60. ročník, školský rok 2023/2024**

**Kategória EF**

**Školské kolo**

**ÚLOHY Z PRAXE**

## ÚLOHY Z PRAXE

Chemická olympiáda – kategória E,F – 60. ročník – šk. rok 2023/2024

Školské kolo

**Ing. Martina Gánovská**

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov  
Doba riešenia: 270 minút

### Úvod

Najbežnejšou aplikáciou využitia ionexov je demineralizácia tvrdej vody, teda odstraňovanie vápenatých a horečnatých kationov z vody. Tá sa využíva vo všetkých priemyselných odvetviach. Ionexy sa používajú vo forme malých guľčiek s veľkosťou 0,3 - 1,5 mm a umožňujú odstraňovať z vody nežiaduce ióny výmenou za tie, ktorými boli funkčné skupiny ionexu predbežne nasýtené a ktoré sú pre daný účel vhodné. Odstraňovanie iónov



prebieha kvantitatívne. Ionexy sú nerozpustné vo vode a v bežných anorganických a organických rozpúšťadlách, avšak vo vode sa základný skelet rozpína - napučí, ionex sa stáva aktívnym, funkčné skupiny disociujú a sú prístupné upravovanému roztoku.

*Poznámka:*

*Pred samotnou prácou je potrebné prečítať si celé zadanie práce a rozvrhnúť si čas na prácu. Nie je nutné začať úlohou A.*

*Náplňou úloh školského kola je:*

- *stanovenie kapacity silne kyslého katexu komplexometricky pomocou krivky*
- *stanovenie koncentrácie viacerých kationov vedľa seba na príklade roztoku vápenatých, horečnatých a sodných iónov*
  - o *úprava vzorky na ionexe*
  - o *stanovenie uvoľnenej kyseliny*
  - o *stanovenie kationov komplexometricky*

Máte k dispozícii nasledujúce tuhé látky a pripravené nasledujúce roztoky:

- napučaný silný katex v  $H^+$  cykle
- tuhý chelatón 3,

- tuhý heptahydrát síranu horečnatého,
- roztok síranu meďnatého s približnou koncentráciou  $0,08 \text{ mol dm}^{-3}$ ,
- roztok HCl ( $c=3 \text{ mol dm}^{-3}$ ),
- tuhý indikátor murexid,
- tuhý indikátor eriochromová čerň T
- tuhý hydrogenftalan draselný,
- roztok hydroxidu sodného s približnou koncentráciou  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ ,
- amoniakálny tlmivý roztok  $\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$ ,
- roztok NaOH s  $c= 2 \text{ mol dm}^{-3}$
- indikátor tymolftaleín,

Názov chemikálie	H vety	P vety
Napučený silne kyslý katex		
Pentahydrát síranu meďnatého	H302, H318, H410	P273, P301+P312, P305+P351+P338, P208
Chelatón 3 ( $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )	H332, H373, H412	P260, P271, P273, P304+P340+P312, P314, P501
Heptahydrát síranu horečnatého	Táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 272/2008/ES.	
Kyselina chlorovodíková	H315, H335	P260, P280, P305+P351+PP338, P310
Hydroxid sodný	H290, H314	P303+P361+P353 P305+P351+P338 P310, P 390
Hydrogenftalan draselný	Táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	
amoniakálny tlmivý roztok ( $\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$ )	H302, H314, H400	P273, P280, P310
Murexid	Táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	
Tymolftaleín	Táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	
Erichromová čerň T	Táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	

## Úloha A: Príprava roztokov a určenie ich presnej koncentrácie

### Úloha A1: Príprava roztokov

- A1.1 Vypočítajte hmotnosť pentahydrátu síranu meďnatého, potrebnú na prípravu 250 cm<sup>3</sup> zásobného roztoku s koncentráciou blízkou  $c = 0,08 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok máte pripravený.
- A1.2 Vypočítajte hmotnosť chelátónu 3 (Na<sub>2</sub>EDTA) potrebného na prípravu 500 cm<sup>3</sup> roztoku s koncentráciou blízkou 0,05 mol dm<sup>-3</sup>. Roztok pripravte.
- A1.3 Vypočítajte hmotnosť heptahydrátu síranu horečnatého potrebného na prípravu 50 cm<sup>3</sup> štandardného roztoku s koncentráciou blízkou 0,05 mol dm<sup>-3</sup>. Roztok pripravte a vypočítajte presnú koncentráciu roztoku MgSO<sub>4</sub>.
- A1.4 Vypočítajte hmotnosť hydroxidu sodného potrebnú na prípravu 200 cm<sup>3</sup> odmerného roztoku s koncentráciou blízkou  $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok hydroxidu sodného máte pripravený.
- A1.5 Vypočítajte hmotnosť hydrogenftalanu draselného potrebného na prípravu 50 cm<sup>3</sup> roztoku s koncentráciou 0,1 mol dm<sup>-3</sup>. Roztok pripravte a vypočítajte jeho presnú koncentráciu.

### Úloha A2: Určenie presnej koncentrácie roztokov

- A2.1 Zo štandardného roztoku síranu horečnatého, ktorý ste si pripravili v úlohe A1.3 odpipetujte 10,0 cm<sup>3</sup>. Pridajte 25 cm<sup>3</sup> demineralizovanej vody a pomocou amoniakálneho tlmivého roztoku NH<sub>4</sub>OH/NH<sub>4</sub>Cl upravte pH na 10 (kontrolujte si pH pomocou pH papierika), pridajte malé množstvo indikátora eriochromová čerň T a titrujte roztokom chelátónu 3 (Na<sub>2</sub>EDTA) z vínovočervena do modra. Vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku chelátónu 3.
- A2.2 Určenie presnej koncentrácie roztoku síranu meďnatého:  
Do titračnej banky odpipetujte 5,0 cm<sup>3</sup> roztoku síranu meďnatého, ktorý máte pripravený s približnou koncentráciou 0,08 mol dm<sup>-3</sup>. Pridajte 25 cm<sup>3</sup> demineralizovanej vody a po kvapkách amoniakálny tlmivý roztok NH<sub>4</sub>OH/NH<sub>4</sub>Cl do číreho modrého sfarbenia. Pridajte malé množstvo indikátora murexid do šedo – zeleného sfarbenia roztoku v titračnej banke. Titrujte roztokom chelátónu 3 do fialova. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte koncentráciu CuSO<sub>4</sub>.
- A2.3 Do titračnej banky odpipetujte 10 cm<sup>3</sup> roztoku hydrogenftalanu sodného, ktorý ste si pripravili v úlohe A1.5. Pridajte 25 cm<sup>3</sup> demineralizovanej vody a pár kvapiek indikátora pridajte tymolftalein, titrujte odmerným roztokom NaOH. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu roztoku hydroxidu sodného.

## Úloha B: Stanovenie kapacity silne kyslého katexu

Pri posudzovaní kvality a funkčných vlastností ionexov sa berú do úvahy nasledovné kritéria:

- Veľkosť a forma guličky ionexu
- Porozita a napučavosť
- Miera zosieťovania
- Výmenná kapacita
- Funkčná kapacita
- Stabilita
- Čistota a toxicita

V technických aplikáciách sa ako vlastnosť ionexu v kolónach určuje prieniková (úžitková) kapacita ionexovej kolóny, ktorá udáva množstvo iónov, ktoré kolóna prijme bez toho, aby došlo k ich prechodu pri dávkovaní vzorky.

Z praktického hľadiska sa používa častejšie objemová kapacita ionexu  $Q_v$ .

$$Q_v = \frac{z \times V_{\text{roztoku}} \times c_{\text{roztoku}}}{V_{\text{ionexu}}} \times 1000 \text{ [mmol} \cdot \text{cm}^{-3}\text{]}$$

$z$  – nábojové číslo

$V_{\text{roztoku}}$  – objem roztoku (spotreba)

### Úloha B1: Stanovenie výmennej kapacity silne kyslého katexu komplexometricky pomocou krivky

B1.1 Pripravte kolónu naplnením silne kyslého katexu podľa nasledujúceho postupu: V odmernom valci odmerajte 10 cm<sup>3</sup> napučaného silne kyslého katexu a pomocou demineralizovanej vody preneste kvantitatívne do kolóny (môžete použiť aj byretu, na spodok vložte vatú). Hladinu vody upravte tak, aby bola na úrovni katexu. Kolónu prevedzte do H<sup>+</sup> cyklu postupným naliatím cca 25 cm<sup>3</sup> kyseliny chlorovodíkovej s  $c = 3 \text{ mol dm}^{-3}$ , tak aby sa ionex zvířil čo najmenej. Kyselina by mala kolónou pretekať rýchlosťou 3 cm<sup>3</sup>/min. Rovnakým spôsobom premývajte kolónou demineralizovanou vodou. Po ukončení premývania eluát vytekajúci z ionexu musí byť neutrálny (pH kontrolujte priebežne pH papierikom). Opäť upravte hladinu vody nad ionexom tak, aby bola na úrovni katexu.

B1.2 Do kolóny pridajte 5,0 cm<sup>3</sup> roztoku CuSO<sub>4</sub>, ktorý máte pripravený o približnej koncentrácii 0,08 mol.dm<sup>-3</sup>. Eluát vypúšťajte do titračnej banky dovtedy, kým hladina roztoku opäť dosiahne úroveň hladiny ionexu. Na konci vypúšťania eluátu skontrolujte výšku hladiny stĺpca ionexu a roztoku. Do titračnej banky pridajte najmenej približne 50

cm<sup>3</sup> demineralizovanej vody a amoniakálny tlmivý roztok NH<sub>4</sub>OH/NH<sub>4</sub>Cl po kvapkách do číreho modrého sfarbenia. Pridajte malé množstvo indikátora murexid do šedo – zeleného sfarbenia roztoku a titrujte roztokom chelatónu 3 do fialova.

- B1.3 Postup opísaný v bode B1.2 opakujte až do pridania 200 cm<sup>3</sup> roztoku CuSO<sub>4</sub> (v prípade, ak budete mať približne rovnakých po sebe nasledujúcich päť spotrieb môžete pridávanie roztoku ukončiť skôr). Vypočítajte z nameraných spotrieb koncentráciu Cu<sup>2+</sup> v jednotlivých objemoch eluátu.
- B1.4 Zostrojte prienikovú krivku katexu ako grafickú závislosť koncentrácie Cu<sup>2+</sup> od objemu pretečeného eluátu. Určte inflexný bod a odčítajte objem eluátu zodpovedajúci inflexnému bodu.
- B1.5 Zapište rovnicu iónovej výmeny a vypočítajte objemovú kapacitu ionexu.

*Poznámka:*

*Použitý ionex zbierajte do na to určenej nádoby.*

*Ak po pridaní indikátora v bode B1.2. nevzniká požadované sfarbenie, spotreba je nulová.*

### **Úloha C: Stanovenie koncentrácie vápenatých, horečnatých a sodných katiónov vedľa seba v neznámej vzorke**

#### **Úloha C1: Úprava vzorky na ionexe, stanovenie uvoľnenej kyseliny**

- C1.1 Kolónu naplňte silne kyslým katexom, tak aby výška katexu v kolóne bola cca 8 - 10 cm. Kolónu prevedte do H<sup>+</sup> cyklu postupným naliatím cca 25 cm<sup>3</sup> kyseliny chlorovodíkovej s c= 3 mol dm<sup>-3</sup>. Kyselina by mala kolónou pretekať rýchlosťou 3 cm<sup>3</sup>/min. Rovnakým spôsobom premývajte kolónu demineralizovanou vodou. Po ukončení premývania eluát vytekajúci z ionexu musí byť neutrálny (pH kontrolujte priebežne pH papierikom).
- C1.2 Vzorku máte pripravenú v odmernej banke s objemom 250 cm<sup>3</sup>, doplňte banku po rysku a roztok zhomogenizujte.
- C1.3 Pod chromatografickú kolónu si pripravte odmernú banku s objemom 250 cm<sup>3</sup> na zachytávanie eluátu. Na ionex v kolóne prenesť kvantitatívne 25,0 cm<sup>3</sup> vzorky pripravenej v úlohe C1.2, tak aby ste ionex v kolóne nezvírili. Vzorku nechajte ionexom pretekať rýchlosťou 3 cm<sup>3</sup>/min. Následne kolónu premývajte demineralizovanou vodou a eluát zachytávajte do odmernej banky. Ak objem eluátu v odmernej banke dosiahne asi polovicu, skontrolujte pH, ktoré musí byť neutrálné. Ak nie, pokračujte v premývaní

kolóny a priebežne kontrolujte pH eluátu. Z eluátu pripravte zásobný roztok uvoľnenej kyseliny, ktorý použijete na titráciu.

- C1.4 Do titračnej banky pipetujte  $50,0 \text{ cm}^3$  zásobného roztoku eluátu, ktorý ste si pripravili v úlohe C1.3, pridajte 2 kvapky indikátora tymolftaleinu a titrujte do modra. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.
- C1.5 Vypočítajte látkové množstvo  $\text{H}^+$  iónov, ktoré sa z katexu uvoľnili. Prepočítajte uvoľnené množstvo na celú vzorku  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  a  $\text{Na}^+$  iónov.
- C1.6 Pripravte si pH meter na meranie. Podľa návodu na prácu s prístrojom odmerajte pH eluátu, ktorý ste získali delením na ionexe. Meranie opakujte aspoň trikrát. Zo získanej hodnoty pH vypočítajte koncentráciu  $\text{H}^+$  iónov v eluáte. Prepočítajte uvoľnené množstvo na celú vzorku  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  a  $\text{Na}^+$  iónov. Výsledky získané titračne a pH metricky porovnajte.

*Poznámka:*

*Použitý ionex zbierajte do na to určenej nádoby.*

## **Úloha C2: Stanovenie vápenatých a horečnatých katiónov vedľa seba v pôvodnej vzorke**

- C2.1 Do titračnej banky odpipetujte  $10,0 \text{ cm}^3$  roztoku vzorky pripravenej v úlohe C1.2. Upravte pH roztoku pomocou amoniakálneho tlmivého roztoku  $\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$  na 10 (kontrolujte si pH pomocou pH papierika), pridajte malé množstvo indikátora eriochromová čerň T a titrujte roztokom chelatónu 3 ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) z vínovočervena do modra. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.
- C2.2 Vypočítajte látkové množstvo vápenatých a horečnatých iónov spolu v pôvodnej vzorke.

## **Úloha C3: Stanovenie vápenatých katiónov v pôvodnej vzorke**

- C3.1 Do titračnej banky odpipetujte  $10,0 \text{ cm}^3$  roztoku vzorky pripravenej v úlohe C1.2. Upravte pH roztoku pomocou roztoku  $\text{NaOH}$  s  $c = 2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  na 12 (kontrolujte si pH pomocou pH papierika), pridajte malé množstvo indikátora murexid a titrujte roztokom chelatónu 3 ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) z ružova do fialova. Urobte potrebný počet paralelných stanovení.
- C3.2 Vypočítajte látkové množstvo vápenatých iónov v zásobnom roztoku vzorky a tiež látkové množstvo a hmotnosť vápenatých iónov v pôvodnej vzorke.

#### Úloha C4: Výpočet horečnatých a sodných katiónov v pôvodnej vzorke

C4.1 Z výsledkov komplexometrického stanovenia z úlohy C2 a C3 vypočítajte látkové množstvo horečnatých iónov v zásobnom roztoku vzorky a tiež látkové množstvo a hmotnosť horečnatých iónov v pôvodnej vzorke.

C4.2 Z výsledkov alkalimetrického stanovenia z úlohy C1.5, komplexometrického stanovenia vápenatých a horečnatých iónov z úlohy C3 a C4.1 vypočítajte látkové množstvo a hmotnosť sodných iónov v pôvodnej vzorke.

**Pri výpočtoch použite nasledujúce hodnoty mólových hmotností:**

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

$$M(\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4) = 204,22 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 246,48 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{chelátón 3}) = 372,24 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249,7 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{Ca}) = 40,0 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{Mg}) = 24,3 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{Na}) = 23 \text{ g mol}^{-1}$$



Odpoved'ový hárok z analytickej PRAXE

Škola:	
Meno súťažiaceho:	
Celkový počet pridelených bodov:	Podpis hodnotiteľa:
<b>Úloha A</b>	
<b>Úloha A1.1</b>	Výpočet hmotnosti pentahydrátu síranu mednatého:
<b>Úloha A1.2</b>	Výpočet hmotnosti chelatónu 3 ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ):
	Navážená hmotnosť $\text{Na}_2\text{EDTA}$   $m(\text{CH}_3) =$
<b>Úloha A1.3</b>	Výpočet hmotnosti heptahydrátu síranu horečnatého:
	Navážená hmotnosť $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$   $m(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) =$
	Výpočet presnej koncentrácie zásobného roztoku:
<b>Úloha A1.4</b>	Výpočet hmotnosti $\text{NaOH}$ :
<b>Úloha A1.5</b>	Výpočet hmotnosti hydrogenftalanu draselného:

	Navážená hmotnosť $C_8H_5O_4K$	$m(C_8H_5O_4K)=$	
	Výpočet presnej koncentrácie zásobného roztoku:		
<b>Úloha A2.1</b>	Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3 :		
	Akceptovaná hodnota: $V1(Na_2H_2Y)$ :		
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri štandardizácii:		
	Výpočet presnej koncentrácie odmerného roztoku CH3:		
<b>Úloha A2.2</b>	Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3:		
	Akceptovaná hodnota: $V2(Na_2H_2Y)$		
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:		
	Výpočet koncentrácie $CuSO_4$ :		
<b>Úloha A2.3</b>	Spotreba odmerného roztoku NaOH:		
	Akceptovaná hodnota: $V3(NaOH)$		
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri štandardizácii:		

	Výpočet koncentrácie NaOH:

### Úloha B

<b>Úloha B1.3</b>	Tabuľka nameraných hodnôt objemu eluátu ( $V_e$ ), objemu roztoku chelatónu 3 ( $V_{sp}$ ) a vypočítanej koncentrácie $Cu^{2+}$ :								
	$V_e$ [cm <sup>3</sup> ]	5	10	15	20	25	30	35	40
	$V_{sp}$ [cm <sup>3</sup> ]								
	$c(CuSO_4)$ [mol dm <sup>-3</sup> ]								
	$V_e$	45	50	55	60	65	70	75	80
	$V_{sp}$								
	$c(CuSO_4)$ [mol dm <sup>-3</sup> ]								
	$V_e$ [cm <sup>3</sup> ]	85	90	95	100	105	110	115	120
	$V_{sp}$ [cm <sup>3</sup> ]								
	$c(CuSO_4)$ [mol dm <sup>-3</sup> ]								
	$V_e$ [cm <sup>3</sup> ]	125	130	135	140	145	150	155	160
	$V_{sp}$ [cm <sup>3</sup> ]								
	$c(CuSO_4)$ [mol dm <sup>-3</sup> ]								
	$V_e$ [cm <sup>3</sup> ]	165	170	175	180	185	190	195	200

Vzorový výpočet koncentrácie  $c(CuSO_4)$  pre zvolený objem a spotrebu:

<b>Úloha B1.4</b>	Graf (príloha v exceli alebo na mm papieri) Z grafu odčítaný ekvivalentný objem $V_4$ :
-------------------	--

<b>Úloha B1.5</b>	Zápis rovnice iónovej výmeny
	Výpočet objemovej kapacity ionexu:

<b>Úloha C</b>					
<b>Úloha C1.4</b>	Zápis rovnice reakcie titrácie				
	Spotreba odmerného roztoku NaOH:				
	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%; height: 20px;"></td> <td style="width: 25%;"></td> <td style="width: 25%;"></td> <td style="width: 25%;"></td> </tr> </table>				
Akceptovaná hodnota: $V_5(\text{NaOH})$					
<b>Úloha C1.5</b>	Výpočet látkového množstva $\text{H}^+$ iónov v pipetovanom objeme:				
	Výpočet látkového množstva $\text{H}^+$ iónov v celom objeme vzorky:				
<b>Úloha C1.6</b>	Nameraná hodnota pH eluátu:				
	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%; height: 20px;"></td> <td style="width: 25%;"></td> <td style="width: 25%;"></td> <td style="width: 25%;"></td> </tr> </table>				
	Akceptovaná hodnota pH:				
Výpočet koncentrácie a látkového množstva $\text{H}^+$ iónov v eluáte a celom objeme vzorky:					

	Porovnanie výsledkov
<b>Úloha C2</b>	Zápis rovníc reakcie titrácie
	Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3:
	Akceptovaná hodnota: $V_6(\text{CH}_3)$
	Výpočet látkového množstva $\text{Ca}^{2+}$ a $\text{Mg}^{2+}$ v titrovanom podiele vzorky:
	Výpočet látkového množstva $\text{Ca}^{2+}$ a $\text{Mg}^{2+}$ vo vzorke:
<b>Úloha C3</b>	Zápis rovnice reakcie titrácie
	Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3:
	Akceptovaná hodnota: $V_7(\text{CH}_3)$
	Výpočet látkového množstva $\text{Ca}^{2+}$ v titrovanom podiele vzorky:
	Výpočet látkového množstva $\text{Ca}^{2+}$ vo vzorke:

	Výpočet hmotnosti $\text{Ca}^{2+}$ vo vzorke:
<b>Úloha C4.1</b>	Výpočet látkového množstva a hmotnosti $\text{Mg}^{2+}$ vo vzorke:
<b>Úloha C4.2</b>	Výpočet látkového množstva a hmotnosti $\text{Na}^+$ :

Školské kolo

**Ing. Martina Gánovská**

Maximálne 20 pb =10 b Doba riešenia: 50 minút
--

### Úloha D: Doplnkové úlohy z analytickej praxe

#### Úloha D1: Stanovenie vápnika spätnou titráciou

Šťaveľan vápenatý sa nachádza v prírode v rastlinách, napríklad v listoch rebarbory spolu s kyselinou šťaveľovou, rôznych druhoch šťaveľu, v árónovitých rastlinách a v malých množstvách v špenáte a červenej repe. Šťaveľan vápenatý je vylučovaný hubami, nachádza sa v plodniciach a v hýfach. Približne 75% všetkých obličkových kameňov je primárne zložené zo šťaveľanu vápenatého a zvýšená koncentrácia šťaveľanov v moči indikuje možnosť tvorby obličkových kameňov. Močové kamene vznikajú jednak zo šťaveľanov prijímaných z potravy, ale zároveň syntézou šťaveľanu v organizme.

Šťaveľan vápenatý je hlavnou zložkou takzvaného pivného kameňa – čo je nahromadená zrazenina v nádržiacich a sudoch a iných častiach zariadení pri varení piva. Pivný kameň sa skladá zo šťaveľanov vápenatého a horečnatého a iných organických solí, ktoré vznikajú pri procese varenia piva. Podporujú rast nechcených mikroorganizmov, ktoré môžu nepriaznivo ovplyvniť chuť celej várky piva. Stanoviť šťaveľan vápenatý je možné viacerými spôsobmi. Prvé analýzy boli založené na gravimetrickom stanovení, čo je ale dosť zdĺhavé. My sme sa rozhodli stanoviť šťaveľan vápenatý komplexometricky.  $\text{Ca}^{2+}$  katióny v roztokoch je veľmi jednoduché stanoviť priamou titráciou chelatónom 3. V prípade nerozpustného šťaveľanu je možné použiť spätnú titráciu. Pri nej sa pridá k vzorke s obsahom šťaveľanu vápenatého nadbytočné presne známe množstvo chelátónu 3. Rozpustené  $\text{Ca}^{2+}$  reagujú okamžite za vzniku rozpustného chelátu a tým dochádza k ďalšiemu rozpúšťaniu šťaveľanu, až kým sa nerozpustí všetok šťaveľan a nezreagujú všetky  $\text{Ca}^{2+}$  katióny s  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  (chelatónom 3). V roztoku ostane nezreagovaný chelátón, ktorý po úprave podmienok stanovíme spätnou titráciou  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

D1.1 Vypočítajte presnú koncentráciu roztoku chelátónu 3, ktorý sme štandardizovali na zásobný roztok  $\text{PbNO}_3$ . Zásobný roztok štandardu sme si pripravili navážením 0,6721 g  $\text{PbNO}_3$  a roztok sme pripravili do 100  $\text{cm}^3$  odmernej banky. Na jednu titráciu sme použili 10,0  $\text{cm}^3$  zásobného roztoku štandardu, upravili sme pH pomocou urotropínu a pridali sme pár kvapiek xylenolovej oranže. Spotreba bola 8,7  $\text{cm}^3$ . Zapište rovnicu štandardizácie.

D1.2 Zapište rovnice reakcií, ktoré prebiehajú pri stanovení

D1.3 Vypočítajte presnú koncentráciu a hmotnosť  $\text{Ca}^{2+}$  v pipetovanom objeme vzorky stanovenú nepriamo, tak, že k 20  $\text{cm}^3$  vzorky sme pridali 50  $\text{cm}^3$  chelatónu 3 s koncentráciou, ktorú sme stanovili v úlohe D1.1. Nezreagované množstvo chelatónu 3 sme stanovili  $\text{ZnSO}_4$  s presnou koncentráciou  $0,0212 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$  na indikátor xylenolovú oranž pri pH 5 – 6. Spotreba tohto roztoku bola 17,6  $\text{cm}^3$ .

D1.4 Ako dopĺňujúce odmerné roztoky sa používajú okrem zinočnatých solí aj soli iných kovov. Vysvetlite voľbu použitého dopĺňujúceho odmerného roztoku. Na základe konštant stability vyberte, ktoré z nasledujúcich roztokov kovových kationov môžeme použiť na spätnú titráciu: horečnatý alebo olovnatý.

$$M(\text{Ca}) = 40 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}; \beta(\text{ZnY}^{2-}) = 1,9 \cdot 10^{10}; \beta(\text{PbY}^{2-}) = 1,09 \cdot 10^{10}; \beta(\text{MgY}^{2-}) = 4,9 \cdot 10^8; \beta(\text{CaY}^{2-}) = 5,0 \cdot 10^{10}; M(\text{PbNO}_3) = 331,2 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$$

## Úloha D2: Konštanta stability komplexu

Ak chceme stanoviť kation kovu komplexometricky, je dôležité vedieť konštantu stability komplexu, ktorá charakterizuje rovnováhu komplexotvornej reakcie. Pri hlavnej komplexotvornej reakcii napríklad pri stanovení  $\text{Co}^{2+}$  chelatónom 3 ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) sa uvoľňujú vodíkové kationy, ktoré spôsobujú znižovanie pH reakčnej zmesi. Dochádza tak k vedľajším reakciám, kedy centrálny atóm vytvára hydroxykomplexy a ligand protonizuje.

$$\beta = K_1 \times K_2 \times K_3 \dots K_n$$

$$\beta_2 = K_1 \times K_2$$

$$\beta_3 = K_1 \times K_2 \times K_3$$

D2.1 Zapište rovnicu tvorby komplexu  $\text{CoCl}_2$  s chelatónom 3

D2.2 Vypočítajte podmienenú konštantu stability komplexu vzniknutého reakciou 100 ml 0,1  $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$   $\text{CoCl}_2$  so 100 ml 0,1  $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$  chelatónu 3 pri pH 6.

$$\beta_{(\text{CoY})} = 5,01 \cdot 10^{10}, \beta_1^{\text{H}} = 2,19 \cdot 10^{10}, \beta_2^{\text{H}} = 3,80 \cdot 10^{16}, \beta_3^{\text{H}} = 2,19 \cdot 10^{19}, \beta_4^{\text{H}} = 2,51 \cdot 10^{21},$$

$$\beta_1^{\text{OH}} = 1,26 \cdot 10^4, \beta_2^{\text{OH}} = 1,58 \cdot 10^9$$

D2.3 Vypočítajte aká musí byť minimálna konštanta stability komplexu  $\text{ML}_2$ , aby v bode ekvivalencie bolo 99,9 % koncentrácie kovového iónu viazané v komplexe. Koncentrácie ligandu  $\text{L} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$  a koncentrácia kovu  $\text{M} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-1}$  na začiatku titrácie.



### Úloha D3: Stanovenie kapacity ionexu

Ionexy na úpravu vody sa používajú nielen v domácnostiach ale aj v priemysle. V prípade domáceho použitia ide najčastejšie o odstránenie tvrdosti vody, teda  $\text{Ca}^{2+}$  a  $\text{Mg}^{2+}$ . V prípade priemyselného použitia môžeme odstraňovať napríklad nikelnaté katióny z odpadových vôd vznikajúcich pri povrchovej úprave kovov. V prípade čistenia odpadových vôd a následného vypúšťania do recipienta je odporúčaná hodnota na základe nariadenia vlády  $20 \mu\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$  Ni.  $\text{Ni}^{2+}$  katióny je možné odstraňovať pomocou silne kyslého katexu. Celková kapacita sa obvykle vyjadruje v  $\text{eq}\cdot\text{l}^{-1}$  ionexu alebo v  $\text{eq}\cdot\text{kg}^{-1}$  ionexu v suchom stave. Napriek tomu, že jednotka mol chemických ekvivalentov eq nepatrí do sústavy SI v technickej praxi sa používa často. Mol chemických ekvivalentov je definovaný ako súčin počtu molov a absolútnej hodnoty náboja iónov. Napr. jednému molu  $\text{Ni}^{2+}$  iónov odpovedajú 2 eq. Rozhodli sme sa napriek tomu, že dodávateľ udáva takúto hodnotu celkovej kapacity ionexu stanoviť kapacitu dvoma metódami a výsledky porovnať.

Prvá metóda:

Pripravili sme si kolónu  $10 \text{ cm}^3$  ionexu a previedli sme ho do  $\text{H}^+$  cyklu kyselinou chlorovodíkovou  $c = 3 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ . Následne sme na ionex pridávali pripravený roztok síranu nikelnatého v rovnakom objeme  $10 \text{ cm}^3$ . V eluáte sme stanovili koncentráciu  $\text{Ni}^{2+}$  katiónov komplexometricky. Postup sme opakovali až dovtedy, kým v roztoku eluátu bola koncentrácia blízka  $25 \mu\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$ . V tom čase bol objem eluátu  $1700 \text{ cm}^3$ .

- D3.1 Vypočítajte návažok hexahydrátu síranu nikelnatého potrebného na prípravu  $2000 \text{ cm}^3$  s hmotnosťou  $0,19 \text{ g Ni}^{2+}$  v  $\text{dm}^{-3}$ .
- D3.2 Určte presnú koncentráciu  $\text{Ni}^{2+}$  v roztoku síranu nikelnatého v pripravenom roztoku, ak sme navážili  $1,7257 \text{ g}$  hexahydrátu síranu nikelnatého.
- D3.3 Zapíšte reakciu iónovej výmeny, ktorá prebieha na ionexe
- D3.4 Vypočítajte objemovú kapacitu ionexu.

$$M(\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 262,85 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}; \text{Ar}(\text{Ni}) = 58,69 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$$

Druhá metóda bola alkalimetrická. Do titračnej banky sme si odmerali  $2 \text{ cm}^3$  silne kyslého katexu v  $\text{H}^+$  cykle. Pridali sme  $2 \text{ g}$  chloridu sodného a nechali sme päť minút stáť, pridali indikátor bromtymolovú modrú a titrovali NaOH s  $c = 0,1023 \text{ mol dm}^{-3}$ . Spotreba bola  $24,3 \text{ cm}^3$ .

- D3.5 Zapíšte reakciu iónovej výmeny, ktorá prebieha na ionexe
- D3.6 Vypočítajte kapacitu ionexu
- D3.7 Výsledky porovnajte s udávanou hodnotou výrobcom.

Škola:		
Meno súťažiaceho:		
Celkový počet pridelených bodov:		Podpis hodnotiteľa:
<b>Úloha D</b>		
<b>Úloha D1.1</b>	<b>0,5pb</b>	Rovnica
	<b>1pb</b>	Výpočet koncentrácie štandardu:
	<b>1pb</b>	Výpočet koncentrácia odmerného roztoku:
<b>Úloha D1.2</b>	<b>1pb</b>	
<b>Úloha D1.3</b>	<b>1 pb</b>	Vypočítajte hmotnosť vápnika vo vzorke:
<b>Úloha D1.4</b>	<b>2pb</b>	
<b>Úloha D2.1</b>	<b>1pb</b>	Rovnica
<b>Úloha D2.2</b>	<b>3pb</b>	Vypočítajte podmienenú konštantu stability

<b>Úloha D2.3</b>	<b>2,5pb</b>	
<b>Úloha D3.1</b>	<b>1,5pb</b>	Výpočet hmotnosti hexahydrátu síranu nikelnatého:
<b>Úloha D3.2</b>	<b>1pb</b>	Výpočet koncentrácie
<b>Úloha D3.3</b>	<b>1pb</b>	Rovnica iónovej výmeny
<b>Úloha D3.4</b>	<b>1pb</b>	Výpočet objemovej kapacity ionexu:
<b>Úloha D3.5</b>	<b>0,5pb</b>	Rovnica iónovej výmeny
<b>Úloha D3.6</b>	<b>1pb</b>	Výpočet objemovej kapacity ionexu:

<b>Úloha D3.7</b>	<b>1pb</b>	
-----------------------	------------	--

---

Autor: Ing. Martina Gánovská,

Recenzenti: Ing. Elena Kulichová, Matúš Tomášik

Redakčná úprava: Ing. Anna Ďuricová, PhD.(vedúca autorského kolektívu)

Slovenská komisia Chemickej olympiády

Vydal: NIVAM, Bratislava 2024