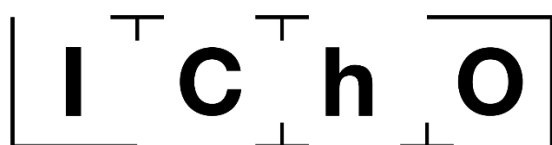


PRAKTICKÁ ČÁST



**51st — International
Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019**

Making science together!

24. 7. 2019



 Liberté • Égalité • Fraternité RÉPUBLIQUE FRANÇAISE	MINISTÈRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE ET DE LA JEUNESSE	MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR, DE LA RECHERCHE ET DE L'INNOVATION
---	---	--

Obecné pokyny

- Zadání praxe má 27 stran.
- Praxe bude zahájena pokynem, **Read**. Máte 15 minut na přečtení zadání praxe. Během této doby **můžete pouze číst, nepišete a nepoužívejte kalkulačku**.
- Začít můžete pracovat po pokynu **Start**. Máte **5 hodin** na dokončení praxe.
- Úlohy můžete dělat v libovolném pořadí, ale **doporučuje se začít s úlohou P1**.
- Všechny výsledky a odpovědi musí být zřetelně napsány **propiskou v odpovídajících rámečcích**. Odpovědi napsané mimo rámečky nebudou hodnoceny.
- Pokud potřebujete šmírák, použijte zadní stranu odpovědních archů. **Nic mimo označené oblasti nebude hodnoceno**.
- Oficiální anglická verze zadání je k dispozici na vyžádání a slouží pouze pro upřesnění pochopení.
- Pokud potřebujete opustit laboratoř (skočit si na záchod, nebo se napít či něco zakousnout), zvedněte příslušnou kartu. Dozorce vás přijde doprovodit.
- Z důvodu rovnosti nepoužívejte poličky nad laboratorním stolem.
- Musíte **dodržovat bezpečnostní pravidla** uvedená v pravidlech IChO. Pokud porušíte bezpečnostní pravidla, budete dozorcem upozorněni pouze jednou. Další porušení bezpečnostních pravidel povede k vyhození z laboratoře a anulování praktické části.
- Pokud není uvedeno jinak, chemikálie a laboratorní vybavení mohou být znovu naplněny nebo vyměněny bez penalizace pouze jednou. Každá další výměna bude penalizována 1 bodem z celkových 40 za praktickou část.
- 30 minut před koncem praxe budete upozorněni dozorcem.
- Ihned po vydání pokynu **Stop** musíte okamžitě ukončit práci. Práce nebo psaní více než minutu po pokynu **Stop** povede k anulování praxe.
- Po vydání pokynu **Stop** přijde dozorce podepsat váš odpovědní arch.
- Když je arch podepsán vámi i dozorcem, vložte ho do obálky a odevzdejte spolu s produktem a TLC destičkami.

Laboratorní pravidla a bezpečnost

- Musíte nosit zapnutý laboratorní plášť. Musíte mít uzavřenou obuv.
- Při práci v laboratoři vždy používejte ochranné nebo dioptrické brýle. Nepoužívejte kontaktní čočky.
- V laboratoři nejezte a nepijte. Je zakázáno žvýkat.
- Pracujte pouze ve vymezeném prostoru. Na pracovním místě udržujte čistotu a pořádek.
- Svévolné experimentování a modifikace pokusů je zakázáno.
- Nepipetujte ústy. Vždy používejte pipetovací balónek.
- Rozlité kapaliny a rozbité sklo uklid'te okamžitě z pracovní plochy i podlahy.
- S odpadem nakládejte podle pokynů. Zředěné vodné roztoky vylévejte do výlevky. Na organický odpad použijte označenou uzavřenou nádobu.

Fyzikální konstanty a vztahy

U následujících úloh předpokládejte, že aktivity všech částic vyskytujících se ve vodných roztocích jsou vhodně nahrazeny jejich příslušnými koncentracemi v mol L⁻¹. Pro zjednodušení následujících vztahů a výrazů není standardní koncentrace $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ uvedena.

Avogadrova konstanta:

$$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Univerzální plynová konstanta:

$$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Standardní tlak:

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Atmosférický tlak:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Nula ve stupních Celsia:

$$273.15 \text{ K}$$

Faradayova konstanta:

$$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

Watt:

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

Kilowatthodina:

$$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Planckova konstanta:

$$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Rychlost světla ve vakuu:

$$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

Elementární náboj:

$$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Elektrický výkon:

$$P = \Delta E \times I$$

Výkonová účinnost:

$$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$$

Planckova-Einsteinova rovnice:

$$E = hc / \lambda$$

Stavová rovnice ideálního plynu:

$$pV = nRT$$

Gibbsova energie:

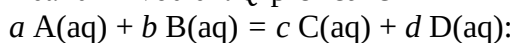
$$G = H - TS$$

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

$$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$$

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$$

Reakční kvocient Q pro reakci



$$Q = \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b}$$

Hendersonova–Hasselbalchova rovnice:

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[A^-]}{[AH]}$$

Nernstova–Petersonova rovnice:

$$E = E^\circ - \frac{RT}{zF} \ln Q$$

kde Q je reakční kvocient pro redukční poloreakci

$$\text{at } T = 298 \text{ K}, \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ V}$$

Beerův–Lambertův zákon:

$$A = \epsilon l c$$

Integrované rychlostní rovnice:

– nultý řád:

$$[A] = [A]_0 - kt$$

– první řád:

$$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$$

– druhý řád:

$$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$$

Poločas pro procesy prvního řádu:

$$t_{1/2} = \ln 2 / k$$

Číselně střední molekulová hmotnost M_n :

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$$

Hmotnostně střední molekulová hmotnost M_w :

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$$

Disperzita I_p :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Poznámka

Jako jednotku molární koncentrace lze uvést “M” nebo “mol L⁻¹”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ } \mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

Periodická tabulka

1																	18	
1 H 1.008	2											13		14	15	16	17	2 He 4.003
3 Li 6.94	4 Be 9.01												5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95	
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80	
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3	
55 Cs 132.9	56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -	
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -	

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



GHS věty

U chemikálií použitých v jednotlivých úlohách jsou uvedeny H-věty (GHS hazard statements), jejichž význam je následující.

Fyzikální nebezpečnost

H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry.
H226 Hořlavá kapalina a páry.
H228 Hořlavá pevná látka
H271 Může způsobit požár nebo výbuch; silný oxidant.
H272 Může zesílit požár; oxidant.
H290 Může být korozivní pro kovy.

Nebezpečnost pro zdraví

H301 Toxický při požití.
H302 Zdraví škodlivý při požití.
H304 Při požití a vniknutí do dýchacích cest může způsobit smrt.
H311 Toxický při styku s kůží.
H312 Zdraví škodlivý při styku s kůží.
H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí.
H315 Dráždí kůži.
H317 Může vyvolat alergickou kožní reakci.
H318 Způsobuje vážné poškození očí.
H319 Způsobuje vážné podráždění očí.
H331 Toxický při vdechování.
H332 Zdraví škodlivý při vdechování.
H333 Může být zdraví škodlivý při vdechování.
H334 Při vdechování může vyvolat příznaky alergie nebo astmatu nebo dýchací potíže.
H335 Může způsobit podráždění dýchacích cest.
H336 Může způsobit ospalost nebo závratě.
H351 Podezření na vyvolání rakoviny.
H361 Podezření na poškození reprodukční schopnosti nebo plodu v těle matky.
H371 Může způsobit poškození orgánů.
H372 Způsobuje poškození orgánů.
H373 Může způsobit poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici.

Nebezpečnost pro životní prostředí

H400 Vysoce toxický pro vodní organismy.
H402 Škodlivý pro vodní organismy.
H410 Vysoce toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
H411 Toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
H412 Škodlivý pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.

Chemikálie

Pro všechny úlohy

Chemikálie	Označení	H-věty
Deionizovaná voda v: - stříčka (stůl) - plastová láhev (stůl) - plastový kanýstr (digestoř)	Deionized Water	—
Ethanol, ve stříčce	Ethanol	H225, H319
Vzorek bílého vína, 300 mL v hnědé plastové láhvi	Wine sample	H225, H319

Pro úlohu P1

Chemikálie	Označení	H-věty
4-nitrobenzaldehyd, 1,51 g v hnědé skleněné vialce	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluent A, 20 mL ve skleněné vialce	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 mL ve skleněné vialce	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (peroxomonosulfát draselný), 7,87 g v plastové lahvičce	Oxone [®]	H314
Vzorek 4-nitrobenzaldehydu pro TLC	TLC standard	H317, H319

Pro úlohu P2

Chemikálie	Označení	H-věty
1M roztok KSCN, 20 mL v plastové láhvi	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200M roztok KSCN, 60 mL v plastové láhvi	KSCN 0.00200 M	—
1M roztok HClO ₄ , 10 mL v plastové láhvi	HClO ₄	H290, H315, H319
0,00200M roztok Fe ³⁺ , 80 mL v plastové láhvi	Fe(III) 0.00200 M	—
0,000200M roztok Fe ³⁺ , 80 mL v plastové láhvi	Fe(III) 0.000200 M	—
0,3% roztok H ₂ O ₂ , 3 mL v hnědé skleněné láhvi	H ₂ O ₂	—

Pro úlohu P3

Chemikálie	Označení	H-věty
0,01M roztok jódu, 200 mL v hnědé plastové láhvi	I_2	H372
0,03M roztok thiosíranu sodného, 200 mL v plastové láhvi	$Na_2S_2O_3$	—
1M roztok NaOH, 55 mL v plastové láhvi	NaOH	H290, H314
2,5M roztok kyseliny sírové, 80 mL v plastové láhvi	H_2SO_4	H290, H315, H319
0,5M roztok jodidu draselného, 25 mL v plastové láhvi	KI	H372
Jodičnan draselný, cca 100 mg (přesná hmotnost napsaná na štítku), ve skleněné vialce	KIO_3	H272, H315, H319, H335
Roztok škrobu, 25 mL v plastové láhvi	Starch	—

Seznam pomůcek pro všechny úlohy

Pomůcky pro jednoho soutěžícího	Množství
Pipetovací balónek	1
Ochranné brýle	1
Plastová láhev o objemu 1 L na organický odpad, označená “ Organic waste ”	1
Papírové utěrky	15 ks
Papírové ústřížky	30 ks
Špachtle (velká)	1
Špachtle (malá)	1
Stopky	1
Tužka	1
Guma	1
Černá propiska	1
Popisovač na sklo	1
Pravítko	1

Společné pomůcky	Množství
UV lampy na vyvolání TLC	2 kusy na laboratoř
Kolorimetr	5 kusů na laboratoř
Rukavice	Všechny velikosti (S, M, L, XL) k dispozici u laboratorního asistenta
Nádoba s ledem	1 kus na laboratoř

Úloha P1

Pomůcky pro jednoho soutěžícího	Množství
Laboratorní stojan:	1
- Klema s malým úchytem	2
- Klema s velkým úchytem	1
Erlenmeyerova baňka se zábrusem, 100 mL	1
Erlenmeyerova baňka se zábrusem, 50 mL	1
Zpětný chladič	1
Magnetická míchačka se zahříváním	1
Krystalizační miska	1
Míchadlo	1
Odsávací baňka	1
Büchnerova nálevka s gumovým adaptérem	1
Sáček se třemi kusy filtračního papíru	1
Petriho misky	1
Nádobka na vyvíjení TLC, označená “ TLC elution chamber ”	1
Sáček se třemi kusy TLC destiček (s fluorescenčním indikátorem), označeno vaším kódem	1
Kapiláry na TLC (uloženy v Petriho misce)	4
Plastová pinzeta	1
Skleněná tyčinka	1
Odměrný válec, 25 mL	1
Kádinka, 150 mL	2
Plastová násypka	1
Plastové pipetky	2

Skleněná vialka s uzávěrem na vzorek TLC, 1,5 mL, označená C a R	2
Skleněná vialka na produkt, 10 mL, označená vaším kódem	1
Vytahovač magnetického míchadla	1

Úloha P2

Pomůcky pro jednoho soutěžícího	Množství
Nedělená pipeta, 10 mL	1
Dělená pipeta, 10 mL	3
Dělená pipeta, 5 mL	3
Stojánek na zkumavky	1
Zkumavky	15
Zátky na zkumavky	7
Spektrofotometrická kyveta, 1,0 cm	2
Kádinka, 100 mL	2
Plastové pipetky	15

Úloha P3

Pomůcky pro jednoho soutěžícího	Množství
Laboratorní stojan s klemou na byretu	1
Byreta, 25 mL	1
Skleněná nálevka	1
Erlenmeyerova baňka, 100 mL	3
Erlenmeyerova baňka, 250 mL	3
Kádinka, 150 mL	1
Kádinka, 100 mL	2
Odměrná baňka se zátkou, 100 mL	1
Nedělená pipeta, 50 mL	1
Nedělená pipeta, 25 mL	1
Nedělená pipeta, 20 mL	1
Odměrný válec, 25 mL	1
Odměrný válec, 10 mL	1
Odměrný válec, 5 mL	1
Plastové pipetky	3
Parafilm	20 ks

Problem P1 13% of total	Question	Yield	Purity	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Points	12	12	8	2	3	37
	Score						

Úloha P1. Zelená oxidace nitrobenzaldehydu

Poslední dobou se chemici snaží nahradit oxidační činidla a eliminovat tak nebezpečné odpady. Pro tuto úlohu byl jako oxidační činidlo vybrán peroxomonosulfát draselný, který poskytuje pouze neškodné sírany. Dostali jste ho pod označením Oxone®.

Navíc se reakce provádí ve směsi „zelených“ rozpouštědel – ve vodě a ethanolu.

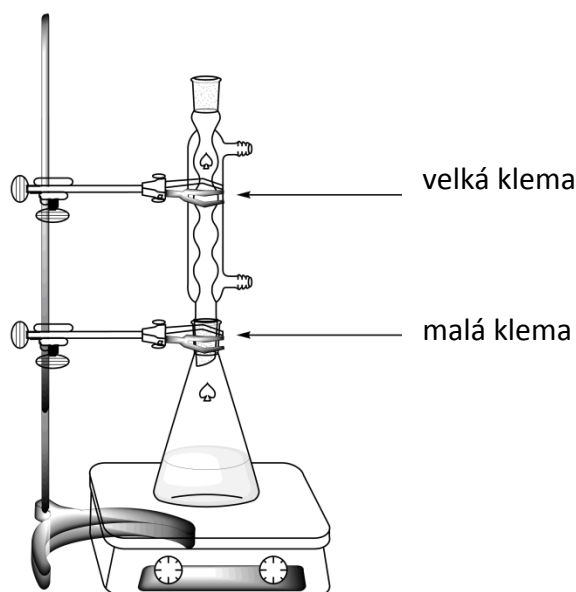
Vaším úkolem je provést oxidaci 4-nitrobenzaldehydu, rekrystalizovat produkt, porovnat TLC-eluenty a ověřit čistotu produktu pomocí TLC.

Poznámka: Odpadní ethanol a eluent vylévejte do nádoby označené “Organic waste”.

Postup

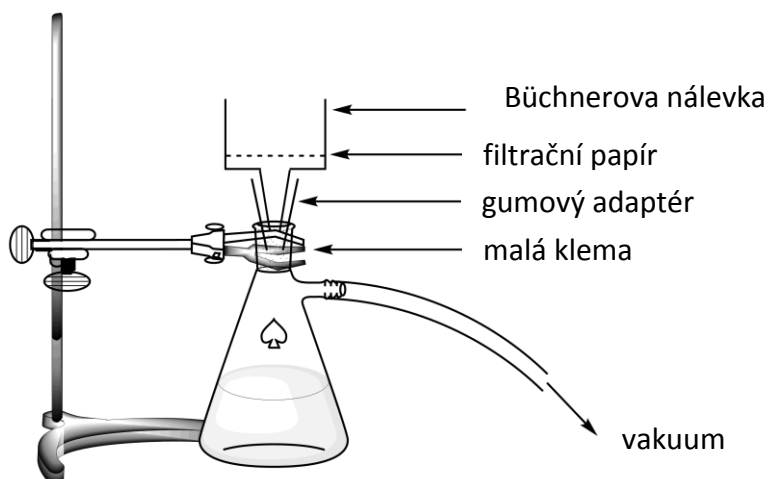
I. Oxidace 4-nitrobenzaldehydu

- Smíchejte 20 mL vody a 5 mL ethanolu.
- Do 100ml Erlenmeyerovy baňky se zábrusem vložte magnetické míchadlo.
- Do Erlenmeyerovy baňky převeďte 1,51 g předváženého 4-nitrobenzaldehydu. Přidejte všechnu připravenou směs voda/ethanol. Baňku uchytěte do stojanu. Směs začněte míchat a přidejte 7,87 g předváženého Oxonu®.
- Nasaděte zpětný chladič uvolněním velké klemy a nasazením na zábrus. (viz Obr. 1). Zvedněte kartu HELP. Asistent vám přijde pustit vodu a nastavit plotýnku.
- Zahřívajte reakční směs do mírného refluxu (asi 1 kapka za sekundu) po dobu 45 minut. Značka na míchačce odpovídá výkonu potřebnému pro mírný reflux.



Obrázek 1. Aparatura pro zahřívání reakční směsi pod refluxem

6. **Vypněte** zahřívání míchačky a **dejte** ji stranou. **Nechte** reakční směs vychladnout po dobu 10 minut. Pak ji **vložte** do krystalizační misky naplněné směsí vody a ledu. Nechte stát dalších 10 minut.
7. **Sestavte** aparaturu pro vakuovou filtraci (viz Obr. 2) s využitím Büchnerovy nálevky, filtračního papíru a odsávací baňky uchycené malou klemou ve stojanu. **Zvedněte** kartu HELP. Asistent vám přijde ukázat jak připojit vakuum.



Obrázek 2. Aparatura pro vakuovou filtraci

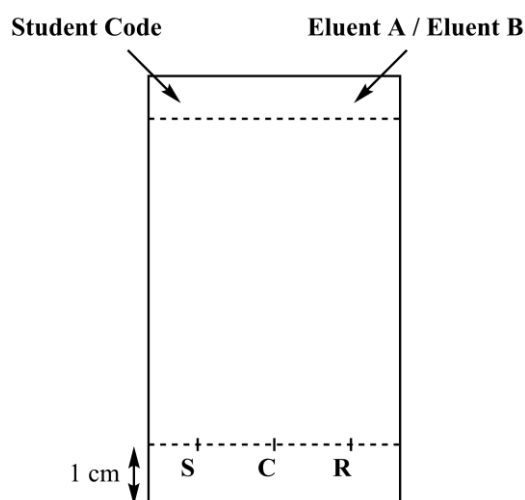
8. **Navlhčete** filtrační papír a **ujistěte se**, že zakrývá všechny díry nálevky.
9. Suspenzi surového produktu **nalijte** do nálevky a **připojte** vakuum. Produkt důkladně promyjte deionizovanou vodou (alespoň 4×20 mL).
10. Produkt **předsušte** prosáváním vzduchu po dobu 5 minut. **Odpojte** vakuum. Na špičku malé špachtle **naberte** produkt a **převeďte** do hnědé 1,5ml vialky **označené C**. **Uzavřete** vialku a **ponechte** pro III. část úlohy.
11. Zbývající produkt **převeďte** do 50mL zábrusové Erlenmeyerovy baňky.
12. Filtrát **vylijte** do láhve “Organic waste” a odsávací baňku a Büchnerovu nálevku umyjte ethanolem a vodou. Použitý ethanol také vylijte do láhve “Organic waste”.

II. Rekrystalizace produktu

1. **Smíchejte** 9 mL vody a 21 mL ethanolu.
2. **Rekrystalizujte** surový produkt v 50ml Erlenmeyerově baňce pomocí odpovídajícího množství připravené směsi voda/ethanol a aparatury na zahřívání pod refluxem (viz Obr. 1). **Zvedněte** kartu HELP. Asistent vám přijde pustit vodu a nastavit plotýnku. V případě potřeby **přidávejte** rozpouštědlo shora chladičem.
3. Po vykrytalizování produkt **odsajte** dříve popsáním způsobem (I.7 to I.10). Na špičku malé špachtle **naberte** překrytalizovaný produkt a **převeďte** do hnědé 1,5ml vialky **označené R**. **Uzavřete** vialku a **ponechte** pro III. část úlohy.
4. Přечиštěný produkt **převeďte** do vialky označené vaším kódem. Vialku **uzavřete**.
5. Filtrát **vylijte** do láhve “Organic waste” a **zvedněte** kartu HELP. Asistent vám přijde vypnout vodu.

III. TLC analýza

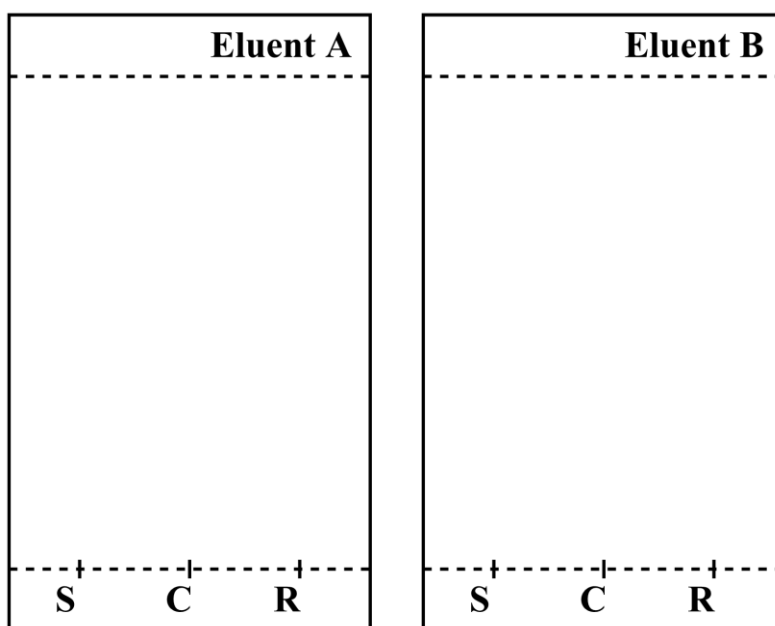
1. Do vyvíjecí komory **naližte** eluent A do výšky asi 0,5 cm a **zakryjte** ji Petriho miskou. **Počkejte**, až se komora nasytí parami eluentu.
2. **Připravte** vzorky. V hnědé vialce označené **TLC standard** (označený **S**) máte k dispozici vzorek 4-nitrobenzaldehydu. Dále máte malé vzorky surového produktu (vialka **C**) a překrystalizovaného produktu (vialka **R**). **Rozpusťte** tyto vzorky přídavkem asi 1 mL ethanolu.
3. **Připravte** TLC destičku. Tužkou opatrně **nakreslete** startovní čáru (1 cm od spodního okraje destičky) a **vyznačte** místa pro nanesení 3 vzorků. **Označte** je **S** (starting = výchozí látka), **C** (crude = surový produkt) a **R** (rekrytalizovaný produkt) podle Obr. 3. Do levého horního rohu **napište** svůj kód (**Student Code**). Do pravého horního rohu **napište** použitý eluent (nejprve **Eluent A**, pak **Eluent B**). Pomocí kapilár **naneste** tři vzorky na destičku.



Obrázek 3. Příprava TLC destičky

4. **Proved'te** TLC analýzu. Pinzetou **vložte** TLC destičku do eluční komory a **zakryjte** Petriho miskou. Nechte eluent vzlínat asi 1 cm pod horní okraj destičky. Pinzetou vyjměte destičku, tužkou vyznačte čelo rozpouštědla a destičku nechte uschnout.
5. **Umístěte** TLC destičku pod UV-lampu (na společném stole) a tužkou **zakroužkujte** všechny viditelné skvrny.
6. Eluent **vylijte** do láhve "Organic waste".
7. **Opakujte** kroky 1, 3, 4, 5, a 6 s eluentem B.
8. TLC destičky **vložte** do pytlíku označeného vaším kódem.

Výsledky TLC analýzy. Tyto předkreslené destičky **můžete použít** pro doplnění vašich výsledků – může vám to pomoci zodpovědět otázky níže. Tyto obrázky **nebudou hodnoceny**.



Po skončení praxe asistent vybere:

- Vialku s překrystalizovaným produktem označenou vaším **kódem**;
- TLC destičky A a B v pytlíku označeném vaším **kódem**.

Submitted items

Recrystallized product ☐

TLC plate A ☐

TLC plate B ☐

Signatures

Student

Lab Supervisor

Otázky

1. **Nakreslete** strukturu konečného organického produktu reakce 4-nitrobenzaldehydu a Oxonu[®].

2. Na základě výsledku TLC-analýzy zodpovězte následující otázky.

- Který eluent je lepší pro sledování průběhu reakce?

☐ **A** ☐ **B**

- Surový produkt (**C**) obsahuje stopy 4-nitrobenzaldehydu.

☐ **Ano** ☐ **Ne**

- Rekrystalizovaný produkt (**R**) obsahuje stopy 4-nitrobenzaldehydu.

☐ **Ano** ☐ **Ne**

Problem P2 14% of total	Question	Calibration	Iron determination	P2.1	P2.2	P2.3	Stoichiometry determination	P2.4	P2.5	Total
	Points	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Score									

Úloha P2. Obsah železa ve víně

Železo je prvek, který se přirozeně vyskytuje ve víně. Pokud jeho koncentrace přesáhne 10 až 15 mg L⁻¹, oxidace Fe²⁺ na Fe³⁺ může vést ke ztrátě kvality díky tvorbě sraženin. Proto je důležité sledovat obsah železa ve víně během jeho výroby.

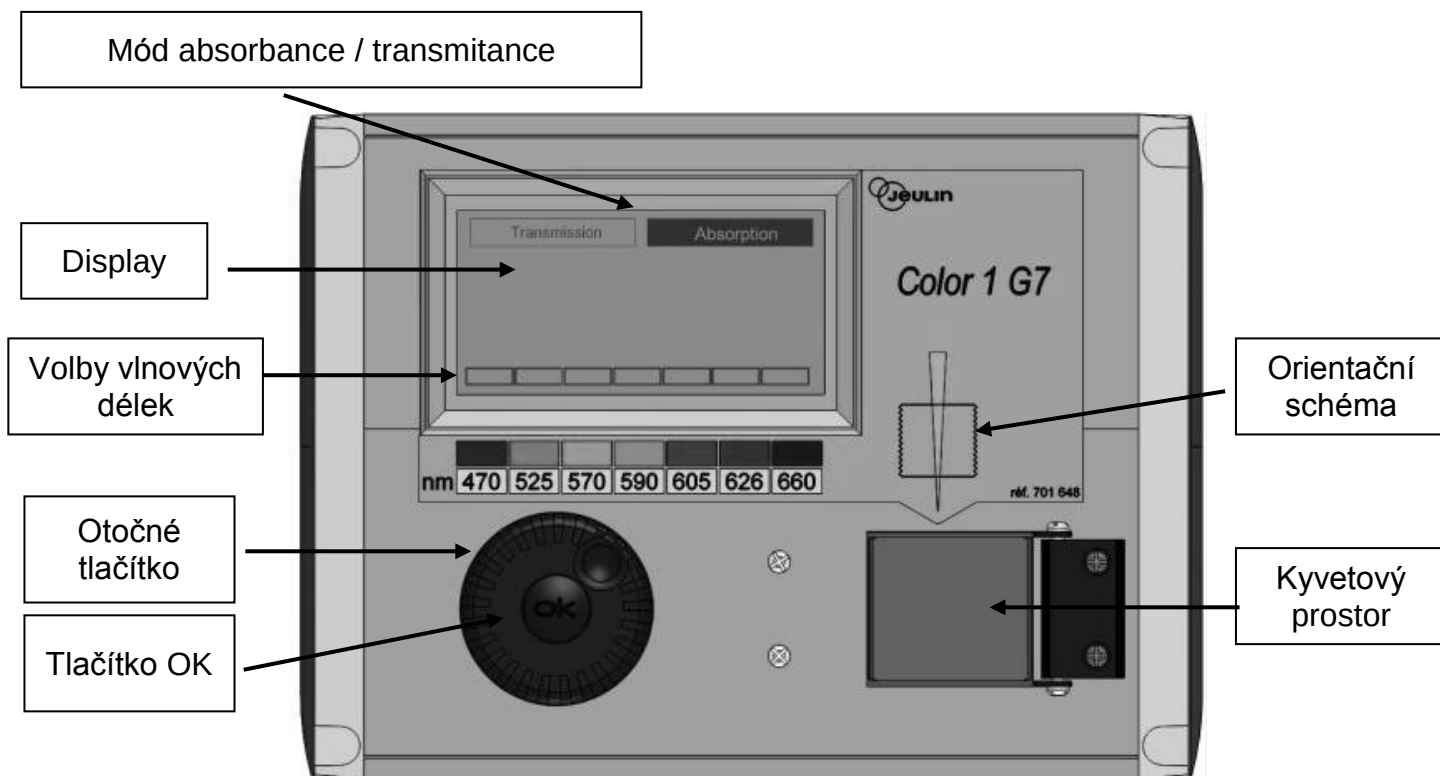
Množství železa lze v případě jeho velmi nízké koncentraci stanovit spektrofotometricky pomocí barevného komplexu Fe³⁺ iontů s SCN⁻ ionty jako ligandem.

Vášim úkolem je stanovit pomocí spektrofotometrie celkovou koncentraci železa v poskytnutém vzorku bílého vína a určit stechiometrii komplexu Fe³⁺ s SCN⁻.

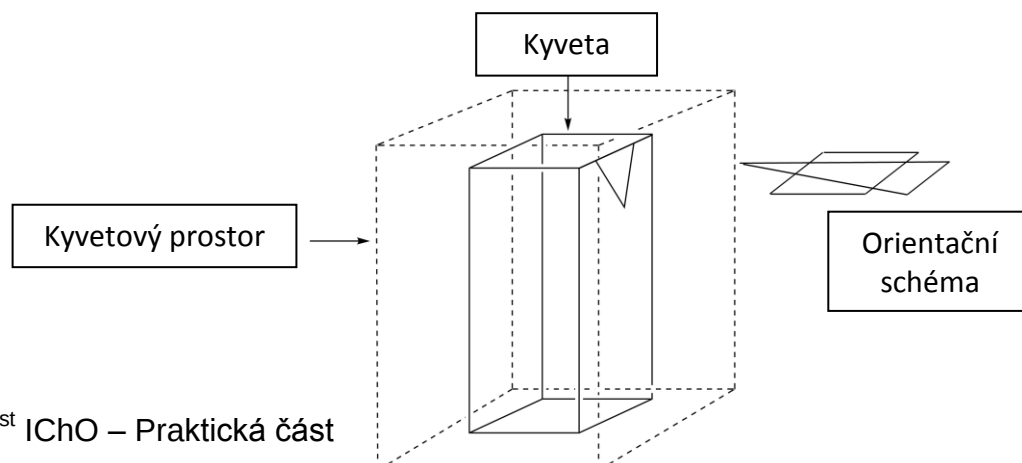
UPOZORNĚNÍ

- V této úloze máte k dispozici dva roztoky Fe³⁺ iontů a dva roztoky KSCN o různých koncentracích. Buďte velmi opatrní, abyste je nezaměnili.
- Jakmile jsou roztoky pro spektrofotometrická měření připraveny, změřte absorbanci nejpozději hodinu po přidání thiokyanatanu.
- Pokud potřebujete kolorimetr, zvedněte kartu HELP. Laboratorní asistent vám přidělí označený kolorimetr. Tento kolorimetr budete mít následujících 15 minut pouze pro vaše měření. Laboratorní asistent vám odebere kolorimetr, jakmile dokončíte vaše měření nebo po uplynutí doby 15 minut. Pokud v daném okamžiku nebude k dispozici žádný kolorimetr, budete přidáni do seznamu čekajících.
- Pokyny pro práci s kolorimetrem jsou uvedeny na následující stránce.
- V této úloze můžete požádat o přidělení kolorimetru pouze třikrát.

Návod pro práci s kolorimetrem



- Připojte kolorimetr k síti.
- Zkontrolujte, zda je na displeji zvýrazněn mód absorbance („Absorption“). Pokud tomu tak není, otáčejte otočným tlačítkem, dokud se neobjeví přerušovaná čára kolem „Absorption“, a potom stiskněte tlačítko OK.
- Otáčejte otočným tlačítkem, dokud se kolem požadované vlnové délky (470 nm) neobjeví přerušovaná čára. Pak stiskněte tlačítko OK.
- Umístěte kyvetu se slepým vzorkem (výška hladiny v kyvetě by měla být asi 3 cm ode dna kyvety) do kyvetového prostoru. Kyvetu vkládejte správně orientovanou (podívejte se na schéma orientace umístěné na kolorimetru, paprsek prochází ve směru žluté šipky, viz též obrázek níže) a kyvetu zatlačte dolů do finální polohy. Zavřete víko kyvetového prostoru.
- Otáčejte otočným tlačítkem, dokud se kolem „Absorbance“ neobjeví přerušovaná čára, potom stiskněte tlačítko OK. Pomocí otočného tlačítka vyberte „Calibration“ (Kalibrace) a stiskněte tlačítko OK.
- Vyčkejte, dokud se na displeji nezobrazí hodnota 0.00 (nebo -0.00).
- Umístěte kyvetu s analyzovaným roztokem (opět ve výši hladiny přibližně 3 cm) do kyvetového prostoru. Zavřete víko a odečtěte hodnotu absorbance.



I. Stanovení obsahu železa ve víně

V této části úlohy budete potřebovat 0,000200M roztok Fe^{3+} a 1M roztok KSCN.

Postup

- Podle následující tabulky **připravte** 6 zkumavek tak, že do každé zkumavky odměříte požadované objemy roztoků.

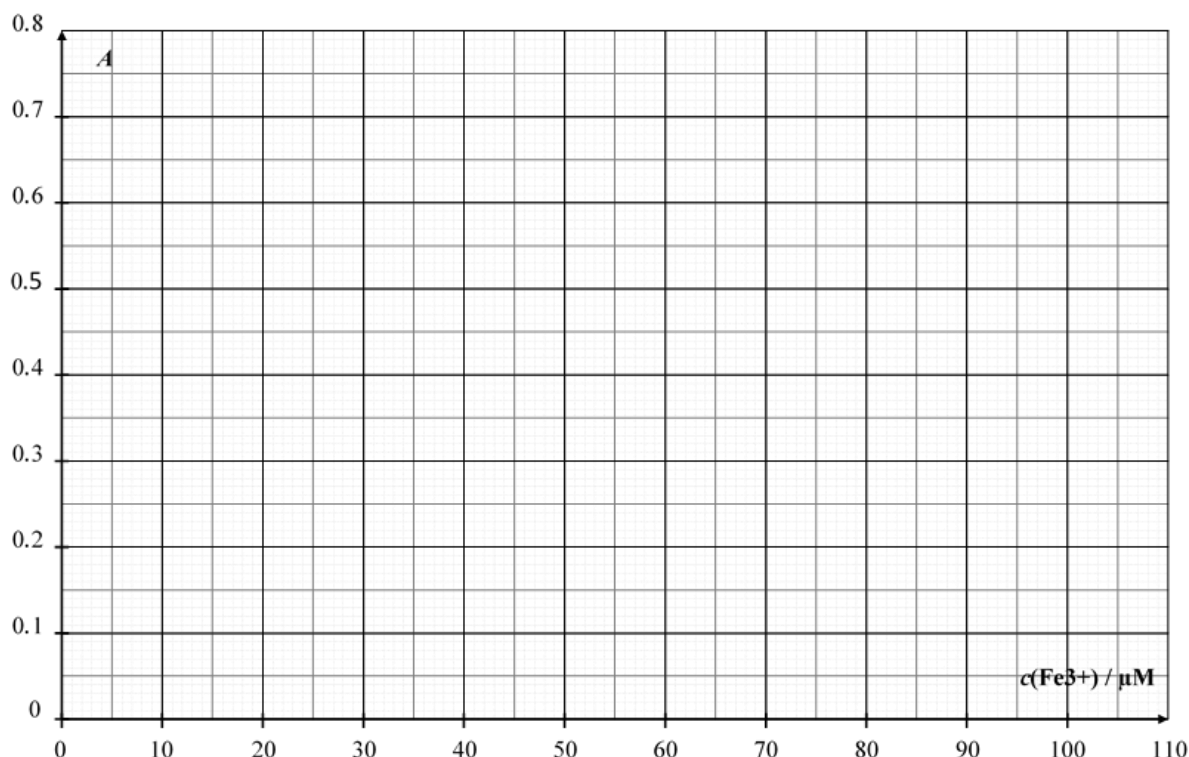
Zkumavka #	1	2	3	4	5	6
0,000200M roztok Fe^{3+}	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1M kyselina chloristá	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Vzorek vína					10,0 mL	10,0 mL
Roztok peroxidu vodíku					0,5 mL	0,5 mL
Deionizovaná voda	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

- Uzavřete** zkumavky zátkou a **promíchejte**.
- Přidejte** 1,0 mL 1M roztoku KSCN do zkumavek 1, 2 3, 4 a 5. **Nepřidávejte** KSCN do zkumavky 6. **Uzavřete** zkumavky zátkou a **promíchejte**.
- Jakmile jsou všechny zkumavky připraveny, **zvedněte** kartu HELP a požádejte o kolorimetr asistenta.
- Kolorimetr **připravte** dle výše popsaného postupu (viz str. 16). **Nastavte** vlnovou délku na 470 nm. **Použijte** deionizovanou vodu jako slepý vzorek.
- Do následující tabulky **zapište** absorbanci pro každou zkumavku (1 až 6) při této vlnové délce. **Zvedněte** vaši kartu HELP pro vrácení kolorimetru.

Zkumavka č.	1	2	3	4	5	6
Absorbance (při 470 nm)						
Analytická koncentrace Fe^{3+} ve zkumavce $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Kód kolorimetru						

Otázky

1. **Vyneste** do grafu hodnoty absorbance A pro zkumavky **1** až **4** jako funkci analytické koncentrace Fe^{3+} ve zkumavkách.



- Níže **zaškrtněte** políčka dat, která použijete pro svou kalibrační závislost.

Zkumavka č.	1	2	3	4
Absorbance použité pro kalibrační závislost				

2. Do předchozího grafu a zvolených dat **nakreslete** kalibrační přímku a **určete** analytickou koncentraci (v $\mu\text{mol L}^{-1}$) Fe^{3+} ve zkumavce 5.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{ZKUMAVKA 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol L}^{-1}$$

Pokud nebudete schopni vypočítat hodnotu analytické koncentrace $c(\text{Fe}^{3+})$, ve zbylé části této úlohy použijte hodnotu $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$.

3. **Vypočítejte** hmotnostní koncentraci (v mg L^{-1}) železa v analyzovaném vzorku bílého vína.

$$c_{\text{m}}(\text{železo}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

II. Určení stechiometrie komplexu

V této části úlohy budete potřebovat 0,00200M roztok Fe^{3+} a 0,00200M roztok KSCN.

Postup

V první části tohoto úkolu jste použili barvu komplexu Fe^{3+} s SCN^- ke stanovení koncentrace železa ve vzorku vína. Druhá část tohoto úkolu je zaměřena na zjištění stechiometrie komplexu $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (koordinované molekuly vody nejsou uvedeny), kde a a b jsou celá čísla ne větší než 3.

Pro tuto část máte k dispozici následující vodné roztoky:

- 0,00200M roztok Fe^{3+} (již okyselený) (80 ml)
- 0,00200M roztok KSCN (80 ml)

K dispozici máte též zkumavky (a zátky, které můžete umýt a osušit), dělené pipety, spektrofotometrické kyvety, kolorimetr (na požádání), a další laboratorní vybavení, které uznáte za vhodné.

1. **Vyplňte** první tři řádky následující tabulky hodnotami objemu, které vám umožní určit stechiometrii komplexu pomocí spektrofotometrických měření. *Nemusíte vyplňovat všechny sloupce.* Vypočítejte molární zlomek Fe^{3+} v každé zkumavce pomocí následujícího vzorce:

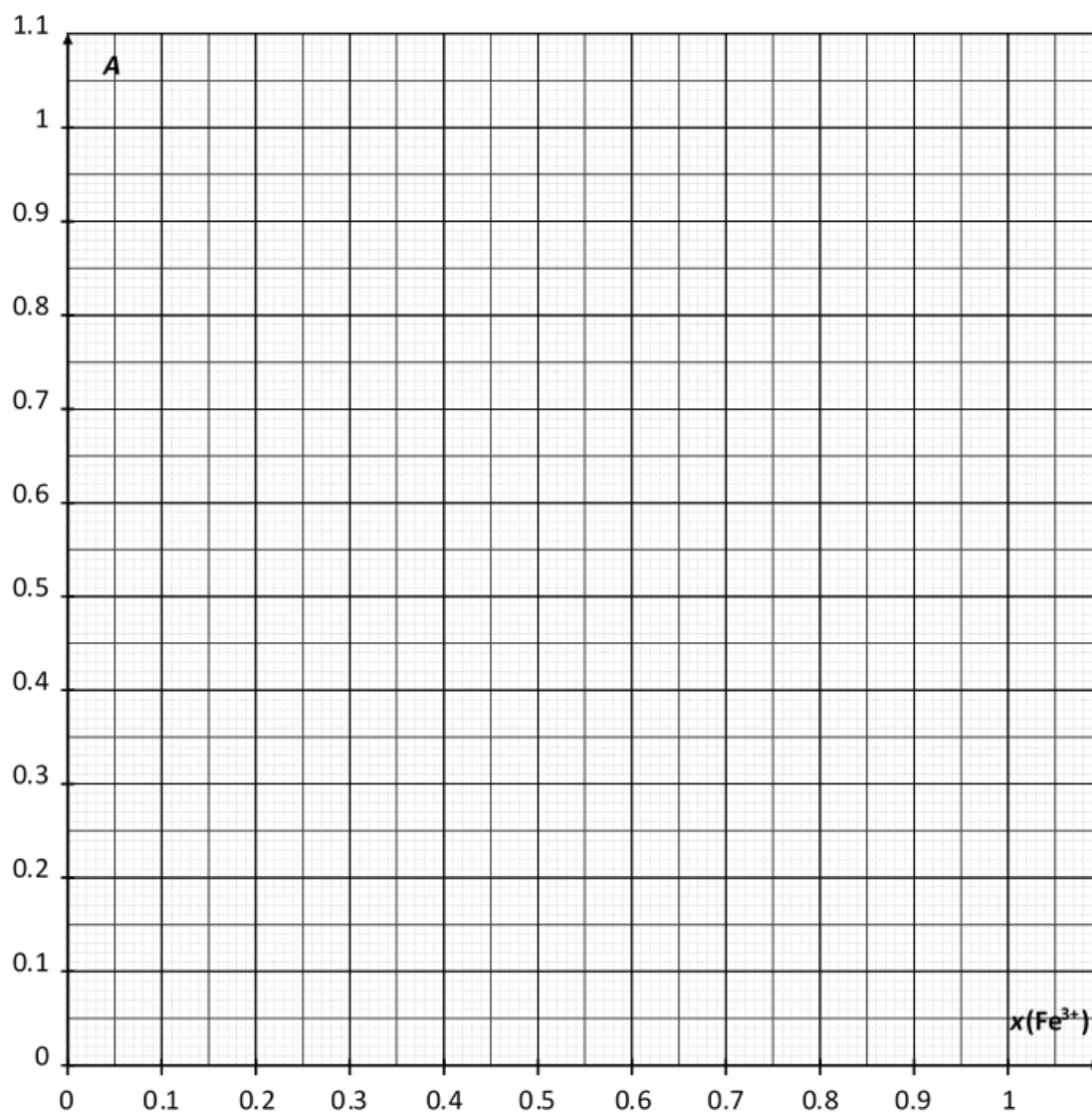
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe}^{3+}}}{V_{\text{Fe}^{3+}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

Zkumavka #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Objem 0,00200M roztoku Fe^{3+} $V_{\text{Fe}^{3+}} / \text{mL}$									
Objem 0,00200M roztoku KSCN $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Molární zlomek Fe^{3+} $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbance (při 470 nm)									
Kód kolorimetru									

2. Do zkumavek **připravte** roztoky a **zvedněte** kartu HELP a požádejte asistenta o kolorimetr.
3. Kolorimetr **připravte** dle výše popsaného postupu (viz str. 16). **Nastavte** vlnovou délku na 470 nm. **Použijte** deionizovanou vodu jako slepý vzorek.
4. **Zapište** hodnotu absorbance pro každou zkumavku při zvolené vlnové délce. Výsledky **zapište** do předchozí tabulky.

Otázky

1. **Vyneste** absorpenci A jednotlivých zkumavek jako funkci molárního zlomku $x(\text{Fe}^{3+})$.



2. Na základě výsledků provedených experimentů **stanovte** stechiometrii $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

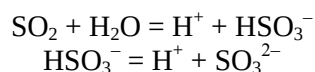
$a =$ _____

$b =$ _____

Problem P3 13% of total	Question	Titration I	Titration II	Titration III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Total
	Points	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Score									

Úloha P3. Archivace vína

Oxid siřičitý, SO_2 , se používá jako konzervant vína. Po přidání SO_2 do vína, dochází k reakci s vodou za vzniku hydrogensířičitanových iontů, HSO_3^- , a protonů, H^+ . Hydrogensířičitan může být dále přeměněn na sířičitan, SO_3^{2-} , za ztráty druhého protonu.



Tyto tři různé formy oxidu siřičitého ve vodě mohou reagovat s látkami ve víně jako je acetaldehyd, pigmenty, cukry, atd., za tvorby produktů P. Celková koncentrace oxidu siřičitého je součtem koncentrací „volných“ složek (SO_2 , HSO_3^- and SO_3^{2-}) a produktů P.

Kvůli možným škodlivým účinkům sířičitanů a oxidu siřičitého na lidský organismus je koncentrace konzervantů regulována. V EU je maximum celkového obsahu oxidu siřičitého stanoveno na 100 mg L^{-1} v červeném víně a 150 mg L^{-1} pro bílé a růžové víno.

Vaším úkolem je stanovit celkovou koncentraci oxidu siřičitého v poskytnutém víně jodometrickou titrací.

Postup

I. Standardizace roztoku thiosíranu sodného

- Máte k dispozici vzorek cca 100 mg jodičnanu draselného, KIO_3 . Přesná hmotnost je uvedena na štítku vialky. **Uved'te** tento údaj do tabulky níže.
- Připravte** 100 mL roztoku jodičnanu draselného v 100mL odměrné baňce. Použijte všechnen vzorek jodičnanu draselného a deionizovanou vodu. Tento roztok **označte S**.
- Do 100 mL Erlenmeyerovy baňky **přidejte**:
 - 20 mL roztoku S pomocí nedělené pipety;
 - 5 mL roztoku jodidu draselného (0,5 M), pomocí 5mL odměrného válce;
 - 10 mL roztoku kyseliny sírové (2,5 M), pomocí 10mL odměrného válce.
- Krouživým pohybem **zamíchejte** Erlenmeyerovu baňku, **zakryjte** Parafilmem a **ponechte** ve skříňce nejméně pět minut.
- Pomocí kádinky **naplňte** byretu poskytnutým roztokem thiosíranu. Za stálého míchání **titrujte** obsah Erlenmeyerovy baňky. Při změně barvy roztoku na světle žlutou **přidejte** deset kapek roztoku škrobu a **pokračujte v titraci** do odbarvení roztoku. **Zapište** spotřebu V_1 .
- Zopakujte** postup (kroky 3–5) podle potřeby.

Hmotnost jodičnanu draselného (zaznamenejte hodnotu ze štítku)	
Titrace č.	V_1 / mL
1	
2	
3	
Přijatá hodnota V_1 / mL	

II. Standardizace roztoku jódu

- Pomocí nedělené pipety **převeďte** 25 mL roztoku jódu, označený I_2 , do 100mL Erlenmeyerovy baňky.
- Titrujte** obsah Erlenmeyerovy baňky roztokem thiosíranu sodného. Jakmile se kapalina zbarví světle žlutě, **přidejte** deset kapek roztoku škrobu a **pokračujte v titraci**, dokud se roztok neodbarví. **Zapište** spotřebu V_2 .
- Zopakujte** postup (kroky 1–2) podle potřeby.

Titrace č.	V_2 / mL
1	
2	
3	
Přijatá hodnota V_2 / mL	

III. Stanovení celkového oxidu siřičitého

1. Pomocí nedělené pipety, **odměřte** 50 mL vína do 250 mL Erlenmeyerovy baňky.
2. Pomocí 25mL odměrného válce **přidejte** 12 mL roztoku hydroxidu sodného (1 M). **Zakryjte** baňku Parafilemem, krouživými pohyby **promíchejte** obsah a nechte stát nejméně 20 minut.
3. **Přidejte** 5 mL roztoku kyseliny sírové (2,5 M), a cca 2 mL roztoku škrobu pomocí plastové pipetky.
4. **Titrujte** obsah Erlenmeyerovy baňky roztokem jódu v byretě do tmavého zabarvení, které přetrvává nejméně 15 vteřin. **Zapište** spotřebu V_3 .
5. **Zopakujte** postup (kroky 1–4) podle potřeby.

Titrace č.	V_3 / mL
1	
2	
3	
Přijatá hodnota V_3 / mL	

Otázky

1. **Napište** vyčíslené chemické rovnice všech reakcí probíhajících během standardizace roztoku thiosíranu sodného.

2. **Vypočítejte** molární koncentraci roztoku thiosíranu sodného. Molární hmotnost jodičnanu draselného je $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$

Pokud nebudete schopni vypočítat hodnotu $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, ve zbylé části úlohy použijte hodnotu $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol L}^{-1}$.

3. **Vypočítejte** molární koncentraci roztoku jódu.

$$c(\text{I}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mol L}^{-1}$$

Pokud nebudete schopni vypočítat hodnotu $c(\text{I}_2)$, ve zbylé části úlohy použijte hodnotu $c(\text{I}_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$.

4. **Napište** rovnici reakce mezi jódem I_2 a oxidem siřičitým SO_2 . Předpokládejte, že se oxid siřičitý oxida na síranové ionty SO_4^{2-} .

5. **Vypočítejte** hmotnostní koncentraci, v mg na litr, celkového obsahu oxidu siřičitého ve víně. Molární hmotnost oxidu siřičitého je $M(\text{SO}_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

Penalizace

Incident #	Podpis studenta	Assistant signature
1 (bez penalizace)		
2		
3		
4		
5		