

PRAKTICKÁ ČASŤ



Robme vedu spolu!

24. 7. 2019



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

Všeobecné pokyny

- Zadanie praktickej časti má 27 strán.
- Pred začiatkom praktickej časti dostanete pokyn **Read**. Máte 15 minút na prečítanie zadania. Počas tohto času môžete len **čítať**; **nepíšte ani nepoužívajte kalkulačku**.
- Prácu môžete začať hneď po pokyne **Start**. Následne budete mať na praktickú časť **5 hodín**.
- Na úlohách môžete pracovať v akomkoľvek poradí, no **odporúča sa začať s úlohou P1**.
- Všetky výsledky a odpovede musia byť zreteľne napísané **perom v rámčekoch na príslušných miestach** tohto zadania. Odpovede napísané mimo rámčekov nebudú hodnotené.
- Ak potrebujete pomocné papiere, použite zadnú stranu zadaní. Pamätajte, že **odpovede zapísané mimo rámčekov nebudú hodnotené**.
- Oficiálna anglická verzia zadaní je k dispozícii na požiadanie a slúži len na objasnenie zadania.
- Ak potrebujete opustiť laboratórium (ísť na toaletu, napiť sa alebo niečo zjesť), zdvihnite príslušnú kartu. Dozor Vás bude sprevádzať.
- Poličky nad laboratórnymi stolmi počas praktickej časti nepoužívajte (kvôli zabezpečeniu rovnakých podmienok pre všetkých súťažiacich).
- Musíte **dodržiavať bezpečnostné pravidlá** dané predpismi IChO. Ak ich porušíte, dozor Vás upozorní iba raz. Akékoľvek porušenie bezpečnosti po prvom upozornení bude viesť k vykázaniu z laboratória a anulovaniu praktickej časti.
- Ak nie je uvedené inak, chemikálie a laboratórne sklo budú nahradené bez penalizácie iba prvýkrát. Každá ďalšia výmena bude penalizovaná 1 bodom z celkových 40 za praktickú časť.
- Dozor Vás upozorní 30 minút pred skončením praktickej časti.
- Okamžite po pokyne **Stop** musíte ukončiť Vašu prácu. Ak neukončíte prácu alebo písanie do jednej minúty po tomto pokyne, Vaša praktická časť bude anulovaná.
- Po pokyne **Stop** laboratórny dozor príde podpísať Vaše odpovedové hárky.
- Keď sú odpovedové hárky podpísané Vami aj dozorom, vložte ich do obálky a odovzdajte spolu s Vaším produktom a TLC platničkami.

Laboratórne pravidlá a bezpečnosť

- Musíte mať zapnutý laboratórny plášť a uzavretú obuv kompletne zakrývajúcu chodilo a pätu.
- Pri práci noste ochranné alebo dioptrické okuliare. Nenoste kontaktné šošovky.
- V laboratóriu nejedzte, nepite, nežuвайте žuvačky.
- Pracujte len na vyhradenom mieste. Na pracovnom mieste udržiavajte poriadok.
- Svojevoľné experimentovanie a modifikácia pokusov nie je dovolená.
- Nepipetujte ústami. Vždy používajte pipetovací balónik.
- Rozliate/rozsypané chemikálie a rozbité sklo z pracovnej plochy aj z podlahy okamžite odstráňte.
- Všetok odpad sa musí správne zlikvidovať, aby sa predišlo kontaminácii alebo zraneniu. Vodné roztoky môžete vylievajú do umývadla. Organický odpad vylievajte do označenej uzavretej nádoby.

Fyzikálne konštanty a vzťahy

V nasledujúcich úlohách predpokladáme, že aktivity všetkých častíc vo vodných roztokoch sú približne rovné ich koncentraciám v mol dm⁻³. Ďalej je kvôli zjednodušeniu vynechaná štandardná koncentrácia c° = 1 mol dm⁻³.

Avogadrova konštanta:

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

univerzálna plynová konštanta:

$$R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

štandardný tlak:

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

atmosferický tlak:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

nula na Celziovej stupnici:

$$273,15 \text{ K}$$

Faradayova konštanta:

$$F = 9,649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

watt:

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

kilowatthodina:

$$1 \text{ kWh} = 3,6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Planckova konštanta:

$$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

rýchlosť svetla vo vákuu:

$$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

elementárny elektrický náboj:

$$e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

elektrický výkon:

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

účinnosť:

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

Planckova – Einsteinova rovnica:

$$E = hc / \lambda$$

stavová rovnica ideálneho plynu:

$$pV = nRT$$

Gibbsova voľná energia:

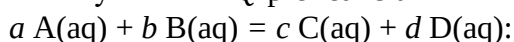
$$G = H - TS$$

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

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

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

reakčný kvocient Q pre reakciu



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

Hendersonova – Hasselbalchova rovnica:

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

Nernstova – Petersonova rovnica:

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

kde Q je reakčný kvocient pre reakciu v smere redukcie

$$\text{at } T = 298 \text{ K}, \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0,059 \text{ V}$$

Beerov – Lambertov zákon:

$$A = \epsilon lc$$

rýchlostné rovnice v integrovanej forme:

- nulový poriadok:

$$[\text{A}] = [\text{A}]_0 - kt$$

- prvý poriadok:

$$\ln[\text{A}] = \ln[\text{A}]_0 - kt$$

- druhý poriadok:

$$1/[\text{A}] = 1/[\text{A}]_0 + kt$$

polčas reakcie pri reakcii prvého poriadku:

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

početne priemerovaná mólová hmotnosť M_n :

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

hmotnostne priemerovaná mólová hmotnosť M_w :

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

index polydisperzity I_p :

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

Poznámka

Jednotka molárnej koncentrácie je buď “M” alebo “mol dm⁻³”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol dm}^{-3} \quad 1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3} \quad 1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol dm}^{-3}$$

Periodická tabuľka

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 -



Výstražné upozornenia (GHS vety)

V nasledovnej časti je uvedený zoznam výstražných upozornení (H-vety) pre chemikálie použité v jednotlivých úlohách. Ich význam je nasledovný:

Fyzikálne nebezpečenstvo

- H225 Veľmi horľavá kvapalina a pary.
- H226 Horľavá kvapalina a pary.
- H228 Horľavá tuhá látka.
- H271 Môže spôsobiť požiar alebo výbuch; silné oxidačné činidlo.
- H272 Môže prispieť k rozvoju požiaru; oxidačné činidlo.
- H290 Môže byť korozívna pre kovy.

Nebezpečenstvo pre zdravie

- H301 Toxický po požití.
- H302 Škodlivý po požití.
- H304 Môže byť smrteľný po požití a vniknutí do dýchacích ciest.
- H311 Toxický pri kontakte s pokožkou.
- H312 Škodlivý pri kontakte s pokožkou.
- H314 Spôsobuje vážne poleptanie kože a poškodenie očí.
- H315 Dráždi kožu.
- H317 Môže vyvolať alergickú kožnú reakciu.
- H318 Spôsobuje vážne poškodenie očí.
- H319 Spôsobuje vážne podráždenie očí.
- H331 Toxický pri vdýchnutí.
- H332 Škodlivý pri vdýchnutí.
- H333 Môže byť škodlivý pri vdýchnutí.
- H334 Pri vdýchnutí môže vyvolať alergiu alebo príznaky astmy, alebo dýchacie ťažkosti.
- H335 Môže spôsobiť podráždenie dýchacích ciest.
- H336 Môže spôsobiť ospalosť alebo závraty.
- H351 Podozrenie, že spôsobuje rakovinu.
- H361 Podozrenie, že spôsobuje poškodenie plodnosti alebo nenarodeného dieťaťa.
- H371 Môže spôsobiť poškodenie orgánov.
- H372 Spôsobuje poškodenie orgánov pri dlhšej alebo opakovanej expozícii.
- H373 Môže spôsobiť poškodenie orgánov pri dlhšej alebo opakovanej expozícii.

Nebezpečenstvo pre životné prostredie

- H400 Veľmi toxický pre vodné organizmy.
- H402 Škodlivý pre vodné organizmy.
- H410 Veľmi toxický pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami.
- H411 Toxický pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami.
- H412 Škodlivý pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami.

Chemikálie

pre všetky úlohy

chemikália	označenie	GHS vety nebezpečenstva
deionizovaná voda v: - stričke (na stole) - plastovej fľaši (na stole) - plastovom kanistri (digestor)	Deionized Water	nie je nebezpečná
etanol, v stričke	Ethanol	H225, H319
vzorka bieleho vína, 300 ml v hnejdej plastovej fľaši	Wine sample	H225, H319

pre úlohu P1

chemikália	označenie	GHS vety nebezpečenstva
4-nitrobenzaldehyd, 1,51 g tmavej sklenenej vialke	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
eluent A, 20 ml v sklennej vialke	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
eluent B, 20 ml v sklennej vialke	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
oxone® (peroxidosíran draselný), 7,87 g v plastovej fľaške	Oxone®	H314
vzorka 4-nitrobenzaldehydu pre TLC v tmavej sklennej vialke	TLC standard	H317, H319

pre úlohu P2

chemikália	označenie	GHS vety nebezpečenstva
1 M roztok tiokyanatanu draselného, 20 ml v plast. fľaške	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M roztok tiokyanatanu draselného, 60 ml v plast. fľaške	KSCN 0.00200 M	nie je nebezpečný
1 M roztok kyseliny chloristej, 10 ml v plast. fľaške	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M roztok železitých iónov, 80 ml v plast. fľaške	Fe(III) 0.00200 M	nie je nebezpečný
0,000200 M roztok železitých iónov, 80 ml v plast. fľaške	Fe(III) 0.000200 M	nie je nebezpečný
0,3% roztok peroxidu vodíka, 3 ml vo fľaške z hnedého skla	H₂O₂	nie je nebezpečný

pre úlohu P3

chemikália	označenie	GHS vety nebezpečenstva
0,01 M roztok jódu, 200 ml v tmavej plastovej fľaši	I₂	H372
0,03 M roztok tiosíranu sodného, 200 ml v plastovej fľaške	Na₂S₂O₃	nie je nebezpečný
1 M roztok NaOH, 55 ml v plastovej fľaške	NaOH	H290, H314
2,5 M roztok kyseliny sírovej, 80 ml v plastovej fľaške	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M roztok jodidu draselného, 25 ml v plastovej fľaške	KI	H372
jodičnan draselný, približne 100 mg (presná hmotnosť napísaná na označení), v sklenej vialke	KIO₃	H272, H315, H319, H335
škrobový maz, 25 ml v plastovej fľaške	Starch	nie je nebezpečný

**Laboratórne pomôcky
pre všetky úlohy**

osobné pomôcky	počet
pipetovací balónik	1
ochranné okuliare	1
1 l plastová nádoba na organický odpad, označená “Organic waste”	1
papierové obrúsky veľké, hárky	15
papierové obrúsky malé, hárky	30
špachtľa (veľká)	1
špachtľa (malá)	1
stopky	1
ceruzka	1
guma	1
čierne pero	1
fixka na sklo	1
pravítko	1

spoločné pomôcky	počet
UV lampa na vizualizáciu TLC	2 na laboratórium
kolorimeter	5 na laboratórium
rukavice, všetky veľkosti (S, M, L, XL)	na požiadanie od laboratórneho dozoru
vedro s drveným ľadom	1 na laboratórium

pre úlohu P1

osobné pomôcky	počet
laboratórny stojan so:	1
- svorkou a menším lapákom,	2
- svorkou a väčším lapákom	1
Erlenmeyerova banka so zábrusom, 100 ml	1
Erlenmeyerova banka so zábrusom, 50 ml	1
spätný chladič	1
magnetické miešadlo s ohrevom	1
kryštalizačná miska	1
magnetické miešadielko	1
odsávací banka	1
Büchnerov lievnik s gumenou manžetou	1
uzatvárateľné vrecúško s 3 ks filtračného papiera	1
Petriho miska	1
TLC elučná komora, označená “TLC elution chamber”	1
uzatvárateľné vrecúško s 3 TLC platničkami (s fluo- rescenčným indikátorom), označené kódom študenta	1
kapiláry pre TLC (v Petriho miske)	4
plastová pinzeta	1
sklenená tyčinka	1
odmerný valec, 25 ml	1
kadička, 150 ml	2
plastový lievnik (násypka)	1

plastová Pasteurova pipeta	2
tmavá sklenená vialka, na vzorku pre TLC, 1,5 ml, s uzáverom, označená C resp. R	2
predvážená tmavá sklenená vialka, 10 ml, s uzáverom, označená kódom študenta	1
tyč na vyberanie magnetických miešadielok	1

pre úlohu P2

osobné pomôcky	počet
nedelená pipeta, 10 ml	1
delená pipeta, 10 ml	3
delená pipeta, 5 ml	3
stojan na skúmavky	1
skúmavka	15
zátky na skúmavku	7
kolorimetrická kyveta, optická dráha 1,0 cm	2
kadička, 100 ml	2
plastová Pasteurova pipeta	15

Pre úlohu P3

osobné pomôcky	počet
laboratórny stojan s lapákom na byrety	1
byreta, 25 ml	1
sklenený filtračný lievik	1
Erlenmeyerova banka, 100 ml	3
Erlenmeyerova banka, 250 ml	3
kadička, 150 ml	1
kadička, 100 ml	2
odmerná banka, 100 ml, so zátkou	1
nedelená pipeta, 50 ml	1
nedelená pipeta, 25 ml	1
nedelená pipeta, 20 ml	1
odmerný valec, 25 ml	1
odmerný valec, 10 ml	1
odmerný valec, 5 ml	1
plastová Pasteurova pipeta	3
parafilm, kusky	20

Úloha P1 13% celk. bodov	podúloha	výtazok	čistota	TLC	P1.1	P1.2	spolu
	maximálne	12	12	8	2	3	37
	získané						

Úloha P1. Zelená oxidácia nitrobenzaldehydu

Posledné desaťročia sa chemici snažia nahradiť škodlivé oxidačné činidlá, aby sa predišlo tvorbe nebezpečného odpadu. V tejto úlohe sa použije ako oxidačné činidlo peroxidosíran draselný, označený ako Oxone[®], ktorý vytvára iba netoxický síran. Okrem toho sa táto reakcia uskutočňuje v zmesi vody s etanolom, ktorá sa klasifikuje ako zelené rozpúšťadlo.

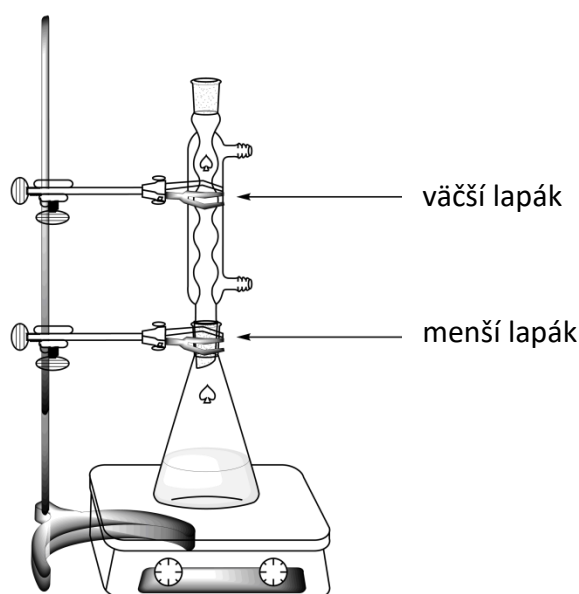
Vašou úlohou je zoxidovať 4-nitrobenzaldehyd, prekryštalizovať vzniknutý produkt, porovnať TLC eluenty a skontrolovať čistotu produktu pomocou TLC.

Poznámka: Odpad obsahujúci etanol a eluent vylievajte výhradne do fľaše “Organic waste”.

Postup

I. Oxidácia 4-nitrobenzaldehydu

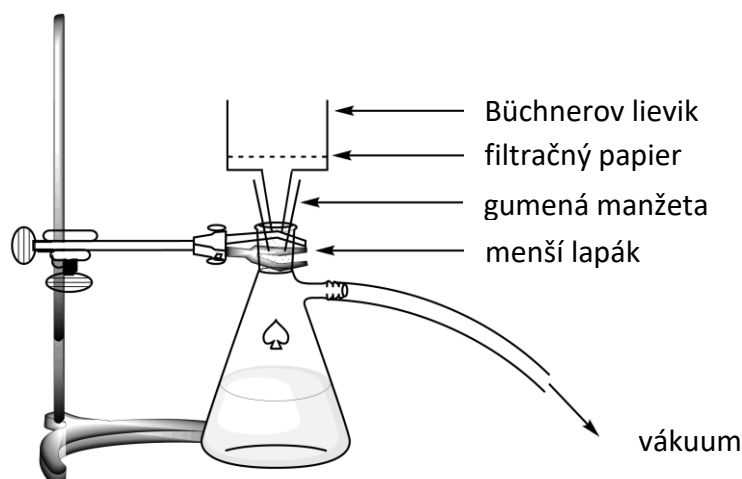
- Zmiešajte** 20 ml vody a 5 ml etanolu.
- Vložte** magnetické miešadielko do 100 ml Erlenmeyerovej banky so zábrusom.
- Preneste** predvážených 1,51 g 4-nitrobenzaldehydu do tejto Erlenmeyerovej banky. **Pridajte** celú pripravenú zmes voda/etanol. **Uchýťte** Erlenmeyerovu banku do lapáka na stojan. **Zapnite** miešanie a **pridajte** predvážených 7,87 g činidla Oxone[®].
- Nasad'te** spätný chladič a prichyťte ho do uvoľneného väčšieho lapáka (pozri obr. 1). **Zdvihnite** kartu HELP. Laboratórny dozor Vám zapne vodu do chladiča a nastaví zahrievanie na miešadle.
- Zahrievajte** reakčnú zmes do mierneho varu (asi 1 kvapku refluxu za sekundu) 45 minút. Značka na miešadle odpovedá približne intenzite ohrevu na dosiahnutie mierneho varu.



Obrázok 1. Aparatúra pre zahrievanie reakčnej zmesi na reflux.

6. **Vypnite** zahrievanie na miešadle. **Odložte** miešadlo a **nechajte** reakčnú zmes chladnúť 10 minút. Potom ju **dajte** do kryštalizačnej misky so zmesou ľadu a vody. **Nechajte** ju stáť ďalších 10 minút.

7. **Zostavte** aparáturu pre vákuovú filtráciu (pozri obr. 2). Pripevnite ju ku stojanu do menšieho lapáka. **Zdvihnite** kartu HELP. Laboratórny dozor Vám ukáže ako pripojiť odsávaciu banku k zdroju vákua.



Obrázok 2. Aparatúra pre vákuovú filtráciu.

8. **Navlhčite** filtračný papier s vodou a **uistite sa**, že pokrýva všetky dierky v Büchnerovom lieviku.

9. **Nalejte** suspenziu so surovým produktom na Büchnerov lievik a **pripojte** vákuum. Odsatý produkt na filtri poriadne **premyte** deionizovanou vodou (aspoň 4×20 ml).

10. Surový produkt **presušte** presávaním vzduchu počas 5 minút. **Odpojte** vákuum. S použitím hrotu malej špachtle **preneste** malé množstvo produktu do 1,5 ml tmavej sklenenej vialky označenej C. **Uzavrite** vialku a **odložte** ju pre III. časť.

11. **Preneste** všetok ostávajúci surový produkt do 50 ml Erlenmeyerovej banky so zábrusom.

12. Filtrát **vylejte** do fľaše “Organic waste” a **umyte** odsávaciu banku a Büchnerov lievik s etanolom a vodou pre ďalšie použitie. Odpad s obsahom etanolu **vyliievajte** do fľaše “Organic waste”.

II. Rekryštalizácia produktu

1. **Zmiešajte** 9 ml vody a 21 ml etanolu.

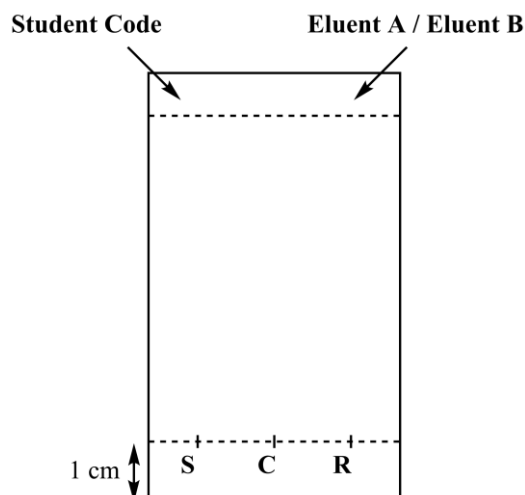
2. Na prekryštalizovanie surového produktu v 50 ml Erlenmeyerovej banke **použite** primerané množstvo zarobenej zmesi vody a etanolu. **Použite** rovnakú aparáturu pre zahrievanie na reflux (pozri obr. 1). **Zdvihnite** kartu HELP. Laboratórny dozor Vám zapne vodu do chladiča a nastaví zahrievanie na miešadle. Ďalšie množstvo rozpúšťadla **pridávajte** cez horný otvor chladiča.

3. Keď už produkt úplne vykryštalizoval, **izolujte** ho vákuovou filtráciou podľa postupu uvedeného vyššie (I.7 až I.10). S použitím hrotu malej špachtle **preneste** malé množstvo produktu do 1,5 ml tmavej sklenenej vialky označenej R. **Uzavrite** vialku a **odložte** ju pre III. časť.

4. **Preneste** celý zvyšok prečisteného produktu do predváženej vialky označenej Vaším **kódom študenta**. Vialku **uzavrite**.
5. Filtrát **vylejte** do fľaše “Organic waste” a **zdvihnite** kartu HELP. Laboratórny dozor Vám vypne vodu v chladiči.

III. TLC analýza

1. **Prípravte elučnú komoru**. **Nalejte** do nej eluent A do výšky asi 0,5 cm. **Zakryte** ju Petriho miskou. **Počkajte**, kým sa atmosféra v elučnej komore nasýti eluentom.
2. **Prípravte vzorky**. V tmavej sklenej vialke označenej **TLC standard** (označovanú ako **S** pri TLC) ste dostali vzorku 4-nitrobenzaldehydu. Do ďalších dvoch tmavých sklenených vialiek ste si odložili malú vzorku surového produktu (vialka **C**) a prekryštalizovaného produktu (vialka **R**). Do každej vialky **pridajte** asi 1 ml etanolu na rozpustenie vzorky.
3. **Prípravte TLC platničku**. Ceruzkou opatrne **nakreslite** čiaru štartu (1 cm odspodu platničky) a **označte** polohu pre nanesenie 3 vzoriek. **Označte** ich **S** (*Starting material*/východisková látka), **C** (*Crude product*/surový produkt) a **R** (*Recrystallized product*/prekryštalizovaný produkt), ako je ukázané na obr. 3. Do ľavého horného rohu **napište** svoj **kód študenta**. Do pravého horného rohu **napište** eluent použitý na vyvolanie (najprv **Eluent A**, potom **Eluent B**). Pomocou kapilárok **naneste** všetky tri vzorky na platničku.



Obrázok 3. Pripravená TLC platnička

4. **Vyvolajte TLC platničku**. Pinzetou **vložte** TLC platničku do elučnej komory a **zakryte** ju Petriho miskou. **Nechajte** eluent vystúpiť približne 1 cm pod horný okraj platničky. Pinzetou **vyberte** platničku, ceruzkou označte čelo eluentu a nechajte ju vysušiť na vzduchu.
5. **Vizualizujte TLC platničku**. **Dajte** TLC platničku pod UV lampu umiestnenú na spoločnom stole. Ceruzkou **vyznačte** okraje (zakrúžkuje) pozorovateľných škvŕn.
6. Eluent **vylejte** do fľaše “Organic waste”.
7. Kroky 1, 3, 4, 5 a 6 **zopakujte** s eluentom B.
8. Platničky **vložte** do uzatvárateľného vrecúška označeného Vaším kódom študenta.

Výsledné TLC platničky môžete **načrtnúť** do schémy nižšie. Môžu Vám pomôcť pri odpovediach na nasledujúce otázky. Samotná schéma nebude bodovaná.

Eluent A	Eluent B
+ S + C + R	+ S + C + R

Na konci praktickej časti laboratórny dozor od Vás prevezme tieto položky:

- sklenenú vialku s Vaším rekryštalizovaným produktom označenú Vaším **kódom študenta**;
- TLC platničky A a B v uzatvárateľnom vrecúšku označenom Vaším **kódom študenta**.

Odovzdané položky

prekryštalizovaný produkt ☐

TLC platnička A ☐

TLC platnička B ☐

Podpisy

študent

laboratórny dozor

Otázky

1. **Napište** štruktúrny vzorec finálneho organického produktu reakcie 4-nitrobenzaldehydu a činidla Oxone[®].

2. Na základe Vašej TLC analýzy **označte** odpovede na nasledujúce otázky:

- Ktorý eluent je lepší na sledovanie priebehu reakcie?

☐ **A** ☐ **B**

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

☐ **áno** ☐ **nie**

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

☐ **áno** ☐ **nie**

Úloha P2	podúloha	kalibrácia	stanovenie železa	P2.1	P2.2	P2.3	stanovenie stechiometrie	P2.4	P2.5	spolu
14% celk. bodov	maximálne	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	získané									

Úloha P2. Vínna doba železná

Železo je prvok, ktorý sa prirodzene vyskytuje aj vo víne. Keď jeho koncentrácia prekročí 10 až 15 mg na liter, oxidácia zlúčenín železnatých na železité môže viesť k strate kvality vína v dôsledku vzniku zrazenín. Preto je potrebné pri výrobe vína zisťovať aj obsah železa.

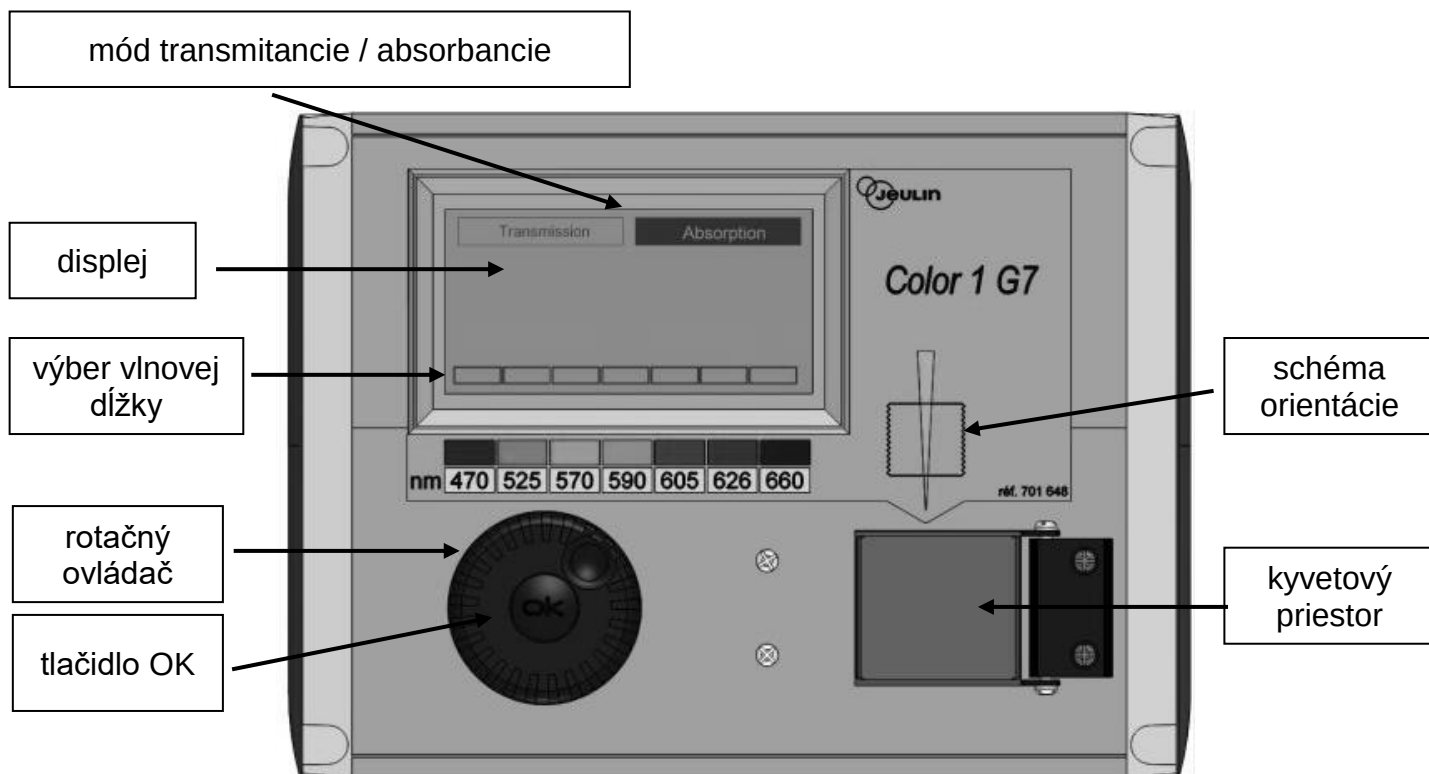
Vzhľadom na veľmi nízku koncentráciu častíc s obsahom železa sa na ich stanovenie využíva farebný komplex železitých iónov s tiokyanatanovými iónmi SCN^- ako ligandmi, pričom sa meranie robí spektrofotometricky.

Vašou úlohou je pomocou spektrofotometrie stanoviť celkovú koncentráciu železa v bielom víne, ktoré ste dostali, a stanoviť stochiometriu komplexu tiokyanatanových a železitých iónov.

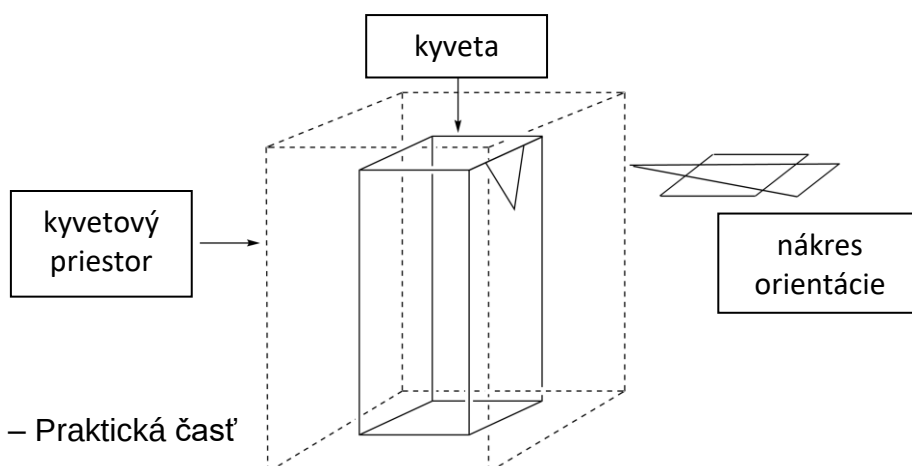
VAROVANIE

- Pre túto úlohu ste dostali dva roztoky železitých iónov a dva roztoky tiokyanatanu draselného s rôznymi koncentraciami. Dávajte pozor, aby ste ich nezamenili.
- Keď máte pripravené roztoky pre spektrofotometriu, ich absorbancie zmerajte najviac do hodiny od pridania tiokyanatanu.
- Keď už chcete použiť kolorimeter, zdvihnite kartu HELP. Dozor Vám dá kolorimeter označený kódom. Tento kolorimeter máte právo využívať do 15 minút. Dozor Vám kolorimeter odoberie akonáhle s ním domeriate alebo uplynie 15 minút. Ak v danom okamihu nie je k dispozícii žiaden voľný, budete zaradený do poradovníka.
- Pokyny pre použitie kolorimetra sú na nasledujúcej strane.
- Kolorimeter si môžete vypožičať celkom iba tri razy.

Inštrukcie pre použitie kolorimetra



- Kolorimeter zapojte do siete.
- Skontrolujte, či svieti nápis "Absorbance" a ak nie, tak otáčajte rotačným ovládačom, kým sa okolo nápisu "Absorbance" neobjaví prerušovaná čiara a stlačte tlačidlo OK.
- Otáčajte rotačným ovládačom, kým sa prerušovaná čiara neobjaví okolo požadovanej vlnovej dĺžky (470 nm). Stlačte tlačidlo OK.
- Do kyvetového priestoru vložte kyvetu so slepou vzorkou (blank) naplnenou do výšky približne 3 cm. Dávajte pozor, aby ste dodržali správnu orientáciu (pozrite sa na náčres správnej orientácie na obrázku nižšie, lúč svetla prechádza v smere žltej šípky) a kyvetu zasuňte celkom na dno. Zavrite veko.
- Otáčajte rotačným ovládačom kým sa okolo nápisu "Absorbance" neobjaví prerušovaná čiara a stlačte tlačidlo OK. Rotačným ovládačom vysvietíte nápis "Calibration" a stlačte tlačidlo OK.
- Počkajte kým sa na displeji neobjaví hodnota 0,00 (alebo -0,00).
- Do kyvetového priestoru vložte kyvetu s analyzovaným roztokom naplnenú do výšky približne 3 cm. Zatvorte veko.
- Odčítajte hodnotu absorbancie.



I. Stanovenie obsahu železa vo víne

V tejto časti použite 0,000200 M roztok železitých iónov a 1 M roztok tiokyanatanu draselného.

Postup

1. **Pripravte** 6 skúmaviek a do každej požadované množstvá roztokov, ktoré ste dostali, podľa nasledujúcej tabuľky.

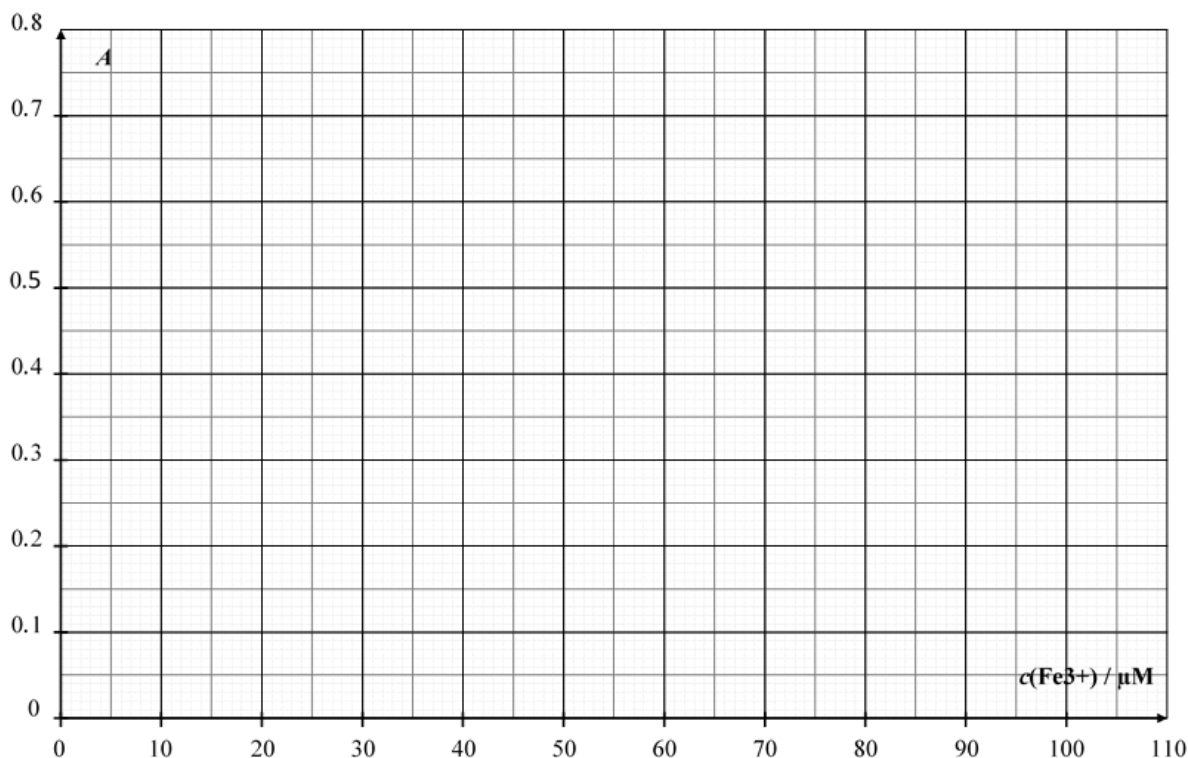
skúmavka číslo	1	2	3	4	5	6
0,000200 M roztok železitých iónov	1,0 ml	2,0 ml	4,0 ml	6,0 ml		
1 M roztok kyseliny chloristej	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml
víno					10,0 ml	10,0 ml
roztok peroxide vodíka					0,5 ml	0,5 ml
deionizovaná voda	9,5 ml	8,5 ml	6,5 ml	4,5 ml		1,0 ml

2. Skúmavky **zazátkujte** a **zhomogenizujte** ich obsah.
3. Do skúmaviek **1, 2 3, 4** and **5** **pridajte** 1,0 ml roztoku 1 M tiokyanatanu draselného. **Nepriďavajte** ho do skúmavky **6**. **Zazátkujte** a **zhomogenizujte**.
4. Keď máte pripravené všetky skúmavky, **zdvihnite** kartu HELP a vypýtajte si od dozoru kolorimeter.
5. **Pripravte** kolorimeter podľa postupu popísaného vyššie (strana 16). **Nastavte** vlnovú dĺžku na 470 nm. Ako slepú vzorku (blank) **použite** deionizovanú vodu.
6. Pri tejto vlnovej dĺžke **zaznamenajte** absorbancie pre všetky skúmavky (**1 až 6**). Svoje výsledky **zapište** to nasledujúcej tabuľky. Pre vrátenie kolorimetra **zdvihnite** kartu HELP.

skúmavka číslo	1	2	3	4	5	6
absorbancia (pri 470 nm)						
analytická konc. Fe^{3+} $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
kód použitého kolorimetra						

Otázky

1. **Zostrojte graf** závislosti absorbancie A od analytickej konc. Fe^{3+} v skúmavkách 1 až 4.



- Krížikmi v nasledujúcej tabuľke označte tie údaje, ktoré použijete pre kalibračnú čiaru.

Skúmavka číslo	1	2	3	4
Absorbancie použité pre kalibračnú čiaru				

2. Na základe grafu a údajov, ktoré ste si vybrali, **nakreslite** do grafu kalibračnú priamku a **stanovte** analytickú koncentráciu (v $\mu\text{mol dm}^{-3}$) iónov Fe^{3+} v skúmavke 5.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{skúm. 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol dm}^{-3}$$

Ak ste nevypočítali $c(\text{Fe}^{3+})$, v ďalších častiach úlohy použite hodnotu $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol dm}^{-3}$.

3. **Vypočítajte** hmotnostnú koncentráciu železa v skúmanom víne, v mg na liter.

$$\rho(\text{železo}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg dm}^{-3}$$

II. Stanovenie stochiometrie komplexu

V tejto časti použité 0,00200 M roztok železitých iónov a 0,00200 M roztok tiokyanatanu draselného.

Postup

V časti I tejto úlohy ste využili sfarbenie komplexu železitých iónov s tiokyanatanom na stanovenie obsahu železa vo vzorke vína. V časti II tejto úlohy je cieľom zistiť stochiometriu komplexu $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (koordinácia vody je vynechaná), kde a a b sú celé čísla nie väčšie ako 3.

Pre túto časť ste dostali tieto vodné roztoky:

- 0,00200 M roztok železitých iónov (už okyslený) (80 ml)
- 0,00200 M roztok tiokyanatanu draselného (80 ml)

Taktiež máte skúmavky (so zátkami, ktoré si môžete opláchnuť a usušiť), delené pipety, spektrofotometrickú kyvetu, kolorimeter (na požiadanie) a akékoľvek pomôcky z vášho pracovného miesta, ktoré môžu byť užitočné.

1. **Vyplňte** prvé tri riadky nasledujúcej tabuľky s hodnotami objemov, na základe ktorých dokážete spektrofotometricky určiť stochiometriu komplexu. *Nemusíte použiť všetky stĺpce.* **Vypočítajte** mólové zlomky železitých iónov vo všetkých skúmavkách pomocou vzorca:

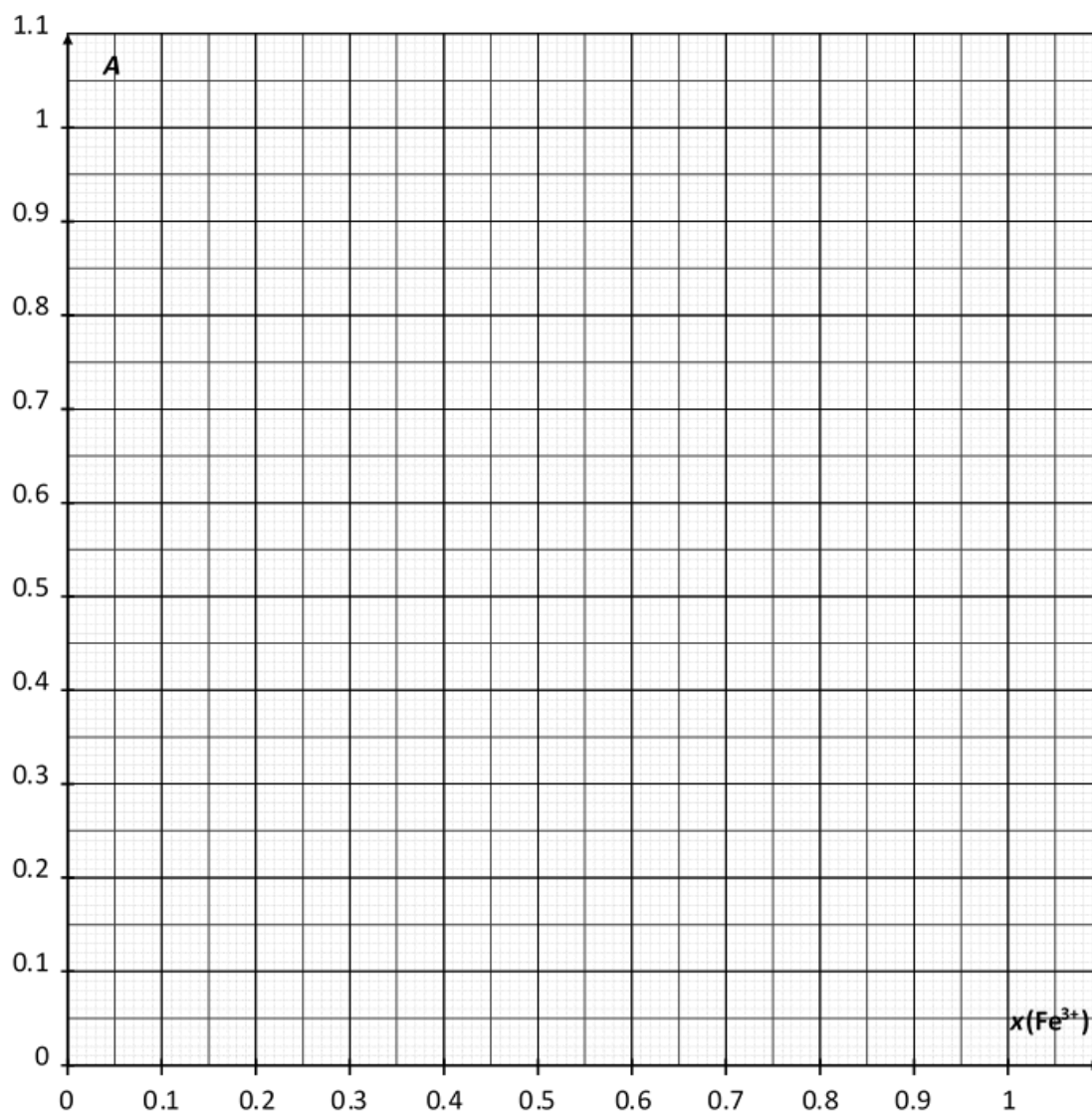
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

Skúmavka číslo...	7	8	9	10	11	12	13	14	15
objem 0,00200 M roztoku železitých iónov $V_{\text{Fe(III)}}$ / ml									
objem 0,00200 M roztoku tiokyanatanu draselného V_{SCN^-} / ml									
mólový zlomok železitých iónov $x(\text{Fe}^{3+})$									
absorbancia (pri 470 nm)									
kód kolorimetra									

2. **Pripravte** si roztoky v skúmavkách a keď máte všetky pripravené, **zdvihnite** kartu HELP a vypýtajte si od dozoru kolorimeter.
3. **Pripravte** kolorimeter podľa postupu popísaného vyššie (strana 16). **Nastavte** vlnovú dĺžku na 470 nm. Ako slepú vzorku (blank) **použite** deionizovanú vodu.
4. Pri tejto vlnovej dĺžke **zaznamenajte** absorbancie pre všetky skúmavky. Výsledky **zapište** do tabuľky vyššie.

Otázky

1. **Zostrojte graf** závislosti absorbancie A od mólového zlomku železitých iónov $x(\text{Fe}^{3+})$.



2. Na základe Vašich výsledkov **stanovte** stechiometriu komplexu $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

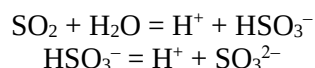
$a =$ _____

$b =$ _____

Úloha P3 13% celk. bodov	podúloha	titrácia I	titrácia II	titrácia III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	spolu
	maximálne	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	získané									

Úloha P3. Skladovanie vína

Oxid siričitý SO_2 sa používa ako konzervačná látka vo víne. SO_2 po pridaní do vína môže reagovať s vodou, pričom vznikajú hydrogensiričitanové anióny HSO_3^- a protóny H^+ . Po odovzdaní ďalšieho protónu môže z hydrogensiričitanového aniónu vzniknúť siričitanový anión SO_3^{2-} .



Tieto tri rozličné formy oxidu siričitého vo vode môžu reagovať s chemickými látkami vo víne, napríklad s acetaldehydom, farbivami, sacharidmi a podobne, pričom vznikajú produkty P. Celková koncentrácia oxidu siričitého je súčtom koncentrácií „voľných“ špecií (SO_2 , HSO_3^- a SO_3^{2-}) a produktov P.

Koncentrácia konzervačných látok je regulovaná, pretože oxid siričitý a siričitany môžu byť pre niektorých ľudí škodlivé. V EÚ je maximálny povolený celkový obsah oxidu siričitého 100 mg l^{-1} v červenom víne a 150 mg l^{-1} v bielom alebo ružovom víne.

Vašou úlohou je pomocou jodometrickej titrácie stanoviť celkovú koncentráciu oxidu siričitého v bielom víne, ktoré ste dostali.

Postup

I. Štandardizácia roztoku tiosíranu sodného

- Máte k dispozícii *približne* 100 mg jodičnanu draselného KIO_3 . Presná hmotnosť je napísaná na štítku vialky. **Zapíšte** tento údaj do doleuvedenej tabuľky.
- V 100 ml odmernej banke **pripravte** 100 ml roztoku jodičnanu draselného s použitím destilovanej vody a celého dodaného množstva KIO_3 . Tento roztok je ďalej označený ako **S**.
- Do 100 ml Erlenmeyerovej banky **pridajte**:
 - 20 ml roztoku **S** s použitím pipety;
 - 5 ml roztoku jodidu draselného (0,5 M) s použitím 5 ml odmerného valca;
 - 10 ml roztoku kyseliny sírovej (2,5 M) s použitím 10 ml odmerného valca.
- Obsah Erlenmeyerovej banky **premiešajte** krúživým pohybom, **uzavrite** ju parafilmom a **uložte** ju do stola aspoň na 5 minút.
- Pomocou kadičky **naplňte** byretu zásobným roztokom tiosíranu sodného. **Titrujte** obsah Erlenmeyerovej banky za stáleho miešania. Keď sa farba roztoku zmení na svetlo žltú, **pridajte** 10 kvapiek škrobového roztoku a **pokračujte** v titracii, až kým sa roztok neodfarbí. **Zapíšte** spotrebovaný objem V_1 .
- Postup (kroky 3-5) **opakujte** podľa potreby.

hmotnosť jodičnanu draselného (zapište hodnotu na štítku)	
titrácia č.	V_1 / ml
1	
2	
3	
akceptovaná hodnota V_1 / ml	

II. Štandardizácia roztoku jódu

1. S použitím pipety **preneste** 25 ml roztoku jódu (označeného I_2) do 100 ml Erlenmeyerovej banky.
2. **Titrujte** obsah Erlenmeyerovej banky roztokom tiosíranu sodného. Keď sa farba roztoku zmení na svetlo žltú, **pridajte** 10 kvapiek škrobového roztoku a **pokračujte** v titracii, až kým sa roztok neodfarbí. **Zapište** spotrebovaný objem V_2 .
3. Postup (kroky 1-2) **opakujte** podľa potreby.

trtrácia č.	V_2 / ml
1	
2	
3	
akceptovaná hodnota V_2 / ml	

III. Stanovenie celkového oxidu siričitého

1. S použitím pipety **preneste** 50 ml vína do 250 ml Erlenmeyerovej banky.
2. S použitím 25 ml odmerného valca **pridajte** 12 ml roztoku hydroxidu sodného (1 M). Banku **uzavrite** parafilmom, obsah **premiešajte** krúživým pohybom a potom **nechajte** stáť aspoň 20 minút.
3. **Pridajte** 5 ml roztoku kyseliny sírovej (2,5 M) a približne 2 ml škrobového roztoku s použitím delenej plastovej pipety.
4. Obsah Erlenmeyerovej banky **titrujte** s roztokom jódu v byrete do tmavého sfarbenia, ktoré vydrží aspoň 15 sekúnd. **Zapíšte** spotrebovaný objem V_3 .
5. Postup (kroky 1-4) **opakujte** podľa potreby.

trtrácia č.	V_3 / ml
1	
2	
3	
akceptovaná hodnota V_3 / ml	

Otázky

1. **Napíšte** vyrovnané rovnice všetkých reakcií, ktoré prebiehajú pri standardizácii roztoku tiosíranu sodného.

2. **Vypočítajte** molárnu koncentráciu roztoku tiosíranu sodného. Mólová hmotnosť jodičnanu draselného je $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol dm}^{-3}$

Ak neviete vypočítať $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, v ďalších úlohách môžete používať hodnotu $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol dm}^{-3}$.

3. **Vypočítajte** molárnu koncentráciu roztoku jódu.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol dm}^{-3}$$

Ak neviete vypočítať $c(I_2)$, v ďalších úlohách môžete používať hodnotu $c(I_2) = 0,00700 \text{ mol dm}^{-3}$.

4. **Napište** rovnicu chemickej reakcie medzi jódom I_2 a oxidom siričitým SO_2 za predpokladu, že oxid siričitý sa oxiduje na síranové anióny SO_4^{2-} .

5. **Vypočítajte** hmotnostnú koncentráciu celkového oxidu siričitého vo víne v mg na liter. Mólová hmotnosť oxidu siričitého je $M(SO_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$\rho(SO_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg dm}^{-3}$$

PENALIZÁCIA

Náhrada č.	Podpis študenta	Podpis laboratórneho dozoru
1 (bez penalizácie)		
2		
3		
4		
5		