

**Face your challenge,
Be smart**



ÚLOHY PRAKTICKEJ ČASTI

**18. JÚL 2013
MOSKVA, RUSKO**

Všeobecné pokyny

- **Pravidlá bezpečnosti práce** platia tie, ktoré boli uvedené v prípravných úlohách, osobitne sa nesmie jesť a piť v laboratóriu.
- **Pri porušení pravidiel bezpečnosti práce** budete upozornení len raz; pri ďalšom porušení budete diskvalifikovaný.
- **Zadanie úloh** má spolu 24 strán (vrátane titulného listu a periodickej tabuľky prvkov) a 3 úlohy. Najprv začnite riešiť úlohu 1.
- **Čas na riešenie úloh** je 5 h a pred začatím riešenia 15 min na prečítanie úloh. Budete upozornení 30 min pred koncom.
- Napíšte svoj **kód** na **každú stranu** zadania úloh.
- **Odpovede** vpisujte iba do rámciekov v tejto brožúre, nič mimo rámciekov sa nebuduje. Musíte ukázať príslušné výpočty.
- **Používajte len pero, ceruzku a kalkulačku, ktoré ste dostali.**
- **Poskytnutá byreta** má najvyššiu triedu presnosti.
- **Potrebuje doplniť chemikálie?** Obráťte sa na dozor v laboratóriu. Nebudú vám za to strhnuté body okrem nižšie uvedených chemikálií.
- **Za poskytnutie každej novej vzorky aldehydu, 2,4-dinitrofenylhydrazínu, 50 ml HCl, EDTA alebo vzorky roztoku polyméru:** sa vám strhne 1 bod z celkových 40.
- **Mimoriadne opatrne pracujte s viskozimetrom! Náhradný vám nebude poskytnutý!**
- **S otázkami** o bezpečnosti práce, aparátúre, chemikáliách, či odskočení na WC: **sa obráťte na dozor v laboratóriu.**
- **Chemický odpad** dávajte len do 800 ml kadičky označenej “WASTE”.
- **Oficiálna anglická verzia je dostupná** na požiadanie **v prípade nejasností.** Pýtajte ju od dozoru v laboratóriu.
- **Po pokyne STOP** dajte túto brožúru a všetky hárky milimetrového papiera do obálky (nezalepujte ju) a opustite svoje pracovné miesto.
- **Musíte prestať pracovať hneď po pokyne STOP. Ak neprestanete do 5 minút, za úlohu, na ktorej pracujete, nedostanete žiadne body.**
- **Niektoré pomôcky zo skla a plastu potrebujete na praktickej časti použiť opakovane. Dôkladne ich preto vyčistite.**

Zoznam chemikálií

Chemikálie	Množstvo	V nádobe	Označenie	Bezpečnostné informácie
Úloha 1				
2,4-Dinitrophenylhydrazín	po 200 mg, 2 fľaštičky	malé fľaštičky so závitovým uzáverom	2,4-dinitrophenylhydrazine	H228, H302
Koncentrovaná kyselina sírová	po 1 ml, 2 tubes	plastové skúmavky so závitovým uzáverom	H ₂ SO ₄ concentrated	H314
Roztok 1 mmol aldehydu v etanole	po 4 ml, 2 bottles	30 ml sklené fľaštičky s vrchákom	Aldehyde 1, Aldehyde2	H319 and H302
Etanol	30 ml	sklená fľaštička s vrchákom	Ethanol	H225
Roztok NaOH (použije sa v úlohe 1 aj 2)	27 ml	60 ml sklená fľaštička s vrchákom	NaOH 2M	H314
Acetón	30 ml	sklená fľaštička s vrchákom	Acetone	H225, H319, H336
Úloha 2				
EDTA, 0,0443M* štandardný roztok	70 ml	125 ml sklená fľaštička s vrchákom	EDTA 0.05M	H319
HCl, 0,0535M* štandardný roztok	70 ml	125 ml sklená fľaštička s vrchákom	HCl	H314, H335
Metyloranž, 0,1% vodný roztok	25 ml	fľaštička s prikľapávkou	Methyl orange	H301
Murexidový indikátor, tuhá zmes s NaCl (hmotn. pomer 1:250)	v 10 ml fľaštičke	malá sklená fľaštička so závitovým vrchákom	Murexide	
Vzorka vody	500 ml	0,5 l plastová fľaša	Water sample	
Úloha 3				
Poly(vinyl)alkohol	po 40 ml, 5 vials	sklená fľaštička s vrchákom	P1, P2, P3, P4 a X	
Pre všetky úlohy				
Destilovaná voda	500 ml	plastová strička	H ₂ O	
Na spoločnom stole, na spoločné použitie				
Hydrogenuhličitan sodný	800 ml	800 ml kadička	NaHCO ₃	

* Na etikete je len približná koncentrácia. Presná hodnota je uvedená v tejto tabuľke.

Aparatúra a pomôcky

Položka	Počet
Na vašom pracovnom mieste	
5 ml plastová skúmavka so závitovým uzáverom označená číslom “1” a vašim kódom študenta	1
5 ml plastová skúmavka so závitovým uzáverom označená číslom “2” a vašim kódom študenta	1
laboratórny stojan	1
50 ml kadička	2
25 ml kadička	2
25 alebo 50 ml kadička	1
magnetické miešadlo	1
magnetické miešadielko	2
sklená fritá	2
prepojovací kus so zábrusmi	1
50 ml banka s okrúhlym dnom	1
vodná výveva	1
2 ml pipeta	2
5 ml pipeta	2
pipetovací nástavec	1
špachtľa	2
800 ml kadička na odpad	1
10 ml odmerný valec	1
kruhový filtračný papier*	2
nožničky	1
filtračný papier*	2
sklená tyčinka	1
pH indikátorové papieriky (v uzatvárateľnom vrecúšku)	3
viskozimeter	1
stopky	1
30 ml gumenný balónik	1
pravítko	1
označovač (fixka)	1
25 ml byreta	1
25 ml pipeta	1
plastový lievik	1
Erlenmeyerova banka	2
testovací prúžok na stanovenie celkového obsahu rozpustených solí v uzatvárateľnom vrecúšku	1
papierové obrúsky (na kraji stola, na spoločné použitie pre 3 študentov)	1 balenie
plastový košík	1
milimetrový papier	4 hárky
pH stupnica (v uzatvárateľnom vrecúšku)	1
Na spoločnom stole pre spoločné použitie	
okrúhly filtračný papier	
filtračný papier	
rukavice	
váhy	
fľaša označená “H ₂ O dist.”	
teplomer ponorený do vody	
pH-meter	

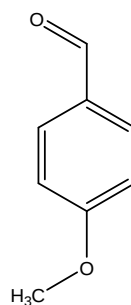
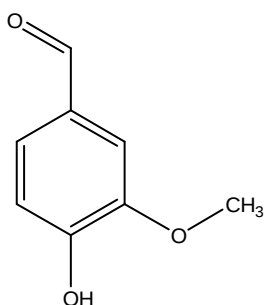
* Ak potrebujete ďalší filtračný papier, zoberte si ho zo stola na spoločné použitie

Úloha 1	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	spolu
		pb	3.5	1.5	1	3	35	44

Úloha 1. Syntéza 2,4-dinitrofenylhydrazónu (13 bodov)

Hydrazóny patria medzi *imíny*, ktoré majú jednoduchú väzbu dusík-dusík vedľa dvojitej väzby uhlík-dusík. Hydrazóny vznikajú reakciou voľnej NH_2 skupiny hydrazínov s aldehydmi alebo ketónmi za vhodných podmienok. Keďže hydrazóny sú väčšinou stabilné, kryštalické a výrazne sfarbené tuhé látky, ako deriváty karbonylových zlúčenín sa používajú na identifikáciu aldehydov a ketónov.

V tejto úlohe budete identifikovať dva substituované aldehydy (ukázané nižšie) na základe štúdia produktov ich reakcie s 2,4-dinitrofenylhydrazínom.



Postup

Príprava 2,4-dinitrofenylhydrazónov

Pozor! Nerobte obe syntézy naraz, pretože kadička môže spadnúť z magnetického miešadla a pridáte o reakčnú zmes.

Do jednej z 50 ml kadičiek vložte magnetické miešadielko. Kadičku upevnite na miešadle pomocou kovového kruhu upevneného na stojan. Obsah jednej fľaštičky (200 mg 2,4-dinitrofenylhydrazínu) nasypťte do tejto kadičky a opatrne zapnite pomalé miešanie. ***Iba pod dohl'adom dozoru v laboratóriu*** opatrne do nej na tuhú látku nalejte jednu vzorku kyseliny sírovej (1 ml). S pomocou pipiet pridajte do reakčnej zmesi 1,6 ml vody a 4 ml etanolu. Potom pipetou prikvapkajte obsah jednej fľaštičky s roztokom aldehydu (“**aldehyde 1**” alebo “**aldehyde 2**”, každá obsahuje 1,00 mmol aldehydu). Hneď začne vypadávať sfarbená zrazenina. Miešajte ešte 10 min, potom pridajte 10 ml vody a miešajte ešte 3 min.

Separácia a čistenie produktu

Nožnicami vystrihnite kruh filtračného papiera s priemerom asi o 1 cm väčším, ako je priemer frity. Filtračný papier navlhčite a opatrne ho vložte na fritu tak, aby bol vycentrovaný a prilnutý k frite a bočným stenám lievika. **Ak sa vám nepodarí vystrihnúť pravidelný kruh, zoberte si nový kus filtračného papiera zo stola na spoločné použitie.** Zostavte aparáturu na odsávanie. Z kadičky špachtľou vyberte magnetické miešadielko a produkt preneste na filter. Zapnite vodnú vývevu (**v prípade problémov požiadajte o pomoc dozor v laboratóriu**) a odsajte zrazeninu. Kadičku opláchnite malým množstvom vody a zvyšný produkt preneste na filter. Zrazeninu na filtri premývajte vodou, kým kvapky vody z lievika nebudú mať neutrálnu pH. (Obsah okrúhlej banky vylievajte do kadičky **WASTE**). Zvyšok na filtri premyte dvakrát etanolom, nie viac ako po 3 ml etanolu

Úloha 1	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	spolu
		pb	3.5	1.5	1	3	35	44

(**Poznámka: Hydrazón je trochu rozpustný v etanole**). Tuhú látku na filtri vysušte na vodnej výveve, trochu ho pritom popritláčajte sklenou tyčinkou. Asi po 20-30 min vysušený práškový produkt opatrne preneste do vami poskladanej papierovej lodičky a nechajte ho voľne dosušiť. Lodičku dajte na bezpečné miesto (napr. na poličku). **Keď nepotrebuje vodnú vývevu, vypnite ju!** Keď budete považovať váš produkt za vysušený, choďte ho hneď odvážiť, aby ste sa vyhli radom pri váhach. Potom vaše produkty dajte do predtým odvážených plastových skúmaviek so závitovým uzáverom, označených vašim kódom študenta. Vyplňte rámčeky v odpoved'ovom hárku. **Poznámka:** Organizátori prevážia a skontrolujú pripravené produkty.

Vyššie uvedený postup zopakujte aj so vzorkou druhého aldehydu.

Plastová skúmavka 1	Plastová skúmavka 2
Hmotnosť prázdnej skúmavky_____ mg	Hmotnosť prázdnej skúmavky_____ mg
Hmotnosť skúmavky s produktom _____ mg	Hmotnosť skúmavky s produktom _____ mg
Hmotnosť produktu _____ mg	Hmotnosť produktu _____ mg

Podpis dozoru v laboratóriu (Lab assistant's signature) _____

1.1. Nakreslite štruktúrne vzorce 2,4-dinitrofenylhydrazínu a oboch produktov.

Úloha 1	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	spolu
		pb	3.5	1.5	1	3	35	44

--

1.2. Aký druh stereoizomérie (ak vôbec nejaký) je možný pri týchto hydrazónoch? Krížikom označte príslušný rámček.

☐ <i>R/S</i>	☐ <i>E/Z</i>	☐ <i>treo/erytro</i>	☐ <i>mano/gluko</i>	☐ <i>D/L</i>
-------------------------------------	-------------------------------------	---	--	-------------------------------------

2.1. Aká je úloha kyseliny sírovej pri vzniku 2,4-dinitrofenylhydrazónu? Krížikom označte príslušný rámček.

☐ stechiometrický reaktant	☐ katalyzátor	☐ red. činidlo	☐ oxid. činidlo
---	--------------------------------------	---------------------------------------	--

2.2. Ako by sa zmenila rýchlosť reakcie, ak by sa syntéza realizovala v neutrálom prostredí? Krížikom označte príslušný rámček.

☐ výrazne zvýšila	☐ trochu zvýšila
☐ nezmenila	☐ výrazne spomalila

2.3. Ako by sa zmenila rýchlosť reakcie, ak by sa syntéza realizovala v alkalickom prostredí? Krížikom označte príslušný rámček.

☐ výrazne zvýšila	☐ trochu zvýšila
☐ nezmenila	☐ neprebíhala by vôbec

Charakterizácia

Malinké množstvo každého produktu (“za hrot špachtle”) dajte do samostatnej 25 ml kadičky. Do každej kadičky pridajte 10 ml acetónu. **Najlepší výsledok sa dosiahne, ak farba roztoku v oboch kadičkách je žltá a s podobnou intenzitou.** Do každej kadičky prilejte 5 ml roztoku NaHCO₃. Obsah každej zmesi premiešajte iným koncom sklenej tyčinky.

3.1. Krížikom označte vaše pozorovanie zmeny farby roztoku(ov).

☐ Farba sa nezmení ani v jednej kadičke
☐ Farba sa zmení výrazne v oboch kadičkách
☐ Farba sa zmení výrazne len v jednej kadičke

Do výsledných zmesí z podúlohy **3.1.** pridajte 2 ml roztoku NaOH. Obsah každej zmesi premiešajte sklenou tyčinkou.

3.2. Krížikom označte vaše pozorovanie zmeny farby roztoku(ov).

☐ Farba sa nezmení ani v jednej kadičke
☐ Farba sa zmení výrazne v oboch kadičkách
☐ Farba sa zmení výrazne len v jednej kadičke

Úloha 1	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	spolu
		pb	3.5	1.5	1	3	35	44

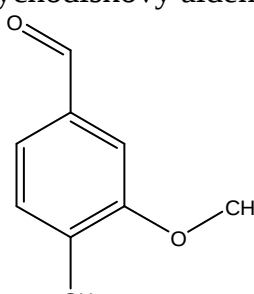
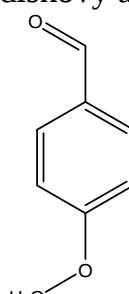
4.1. Aká časť štruktúry produktu(ov) je zodpovedná za zmenu farby pri reakcii s NaHCO_3 ? Krížikom označte príslušný rámček.

☐ prítomnosť MeO skupiny v polohe 4 na benzénovom kruhu; ☐ prítomnosť MeO skupiny v polohe 4 na benzénovom kruhu; ☐ prítomnosť OH skupiny v polohe 4 na benzénovom kruhu; ☐ prítomnosť súčasne MeO a OH skupín.
--

4.2. Ktorý z uvedených procesov je zodpovedný za zmenu farby pozorovanú pri reakcii 2,4-dinitrofenylhydrazónov s vodným roztokom NaOH ? Krížikom označte príslušný rámček.

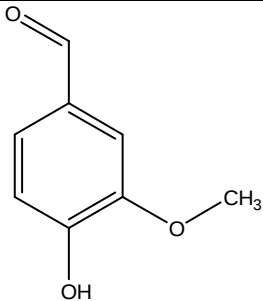
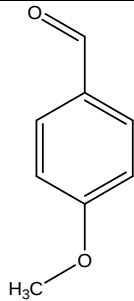
☐ alkalická hydrolýza	☐ dehydratácia	☐ hydratácia
☐ deprotonizácia	☐ dehydrogenácia	

4.3. Do rámčiekov nakreslite štruktúrne vzorce hlavných foriem organických zlúčenín prítomných v jednotlivých médiách pri vami uskutočnených testovacích reakciách.

Východiskový aldehyd: 	Východiskový aldehyd: 
Roztok NaHCO_3	Roztok NaHCO_3
Roztok NaOH	Roztok NaOH

Úloha 1	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	spolu
		pb	3.5	1.5	1	3	35	44

5. Ku štruktúram prirad'te číslo vzorky **1** a **2**. Vypočítajte percentuálny výt'azok každého hydrazónu.

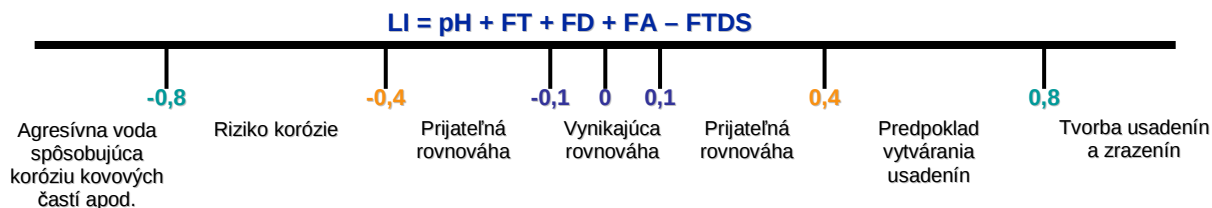
	
Vzorka č.: _____	Vzorka č.: _____
Výpočet výt'azku:	Výpočet výt'azku:
Výt'azok: Vzorka č. 1 _____ % Vzorka č. 2 _____ %	

Výmena alebo doplnenie chemikálií (Replacement or extra chemicals)	Podpis dozoru v laboratóriu (Lab assistant signature)	Strhnuté body (Penalty)
_____ _____ _____	_____ _____ _____	_____ _____ _____

Úloha 2	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

Úloha 2. Stanovenie Langelierovho saturačného indexu bazénovej vody (12 bodov)

Langelierov saturačný index (LI) je mierou korozivity bazénovej vody ako aj jej schopnosti rozpúšťať alebo ukladať uhličitan vápenatý. Ak je LI približne nula, voda je „v rovnováhe“. Ak je LI kladné číslo, z vody sa vylučuje uhličitan vápenatý a vytvára usadeniny. Ak je LI záporné číslo, voda je korozívna a rozpúšťa uhličitan vápenatý. K hodnote LI prispievajú hodnoty veličín uvedených v **Tabuľke č. 1** a LI sa vypočíta z príslušných faktorov tohto vzťahu:



pH : Hodnota pH

FT : Teplotný faktor

FD : Faktor vápenatej tvrdosti (Calcium hardness, CH)

FA : Faktor celkovej tvrdosti (TA)

FTDS : Faktor celkového obsahu rozpustených solí (TDS)

Tabuľka č. 1. Veličiny, faktory a ich hodnoty

Teplota, °C	FT	Vápenatá tvrdosť (CH), mg/l CaCO ₃	FD	Celková alkalita (TA), mg/l CaCO ₃	FA	Celkový obsah rozpustených solí (TDS), mg/l NaCl	FTDS
0	0,0	5	0,3	5	0,7	0	12,0
3	0,1	25	1,0	25	1,4	1000	12,1
8	0,2	50	1,3	50	1,7	2000	12,2
12	0,3	75	1,5	75	1,9	3000	12,25
16	0,4	100	1,6	100	2,0	4000	12,3
19	0,5	150	1,8	125	2,1	5000	12,35
24	0,6	200	1,9	150	2,2	6000	12,4
29	0,7	250	2,0	200	2,3	-	-
34	0,8	300	2,1	300	2,5	-	-
41	0,9	400	2,2	400	2,6	-	-
53	1,0	600	2,35	800	2,9	-	-
-	-	800	2,5	1000	3,0	-	-
-	-	1000	2,6	-	-	-	-

Úloha 2	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

V tejto úlohe máte stanoviť hodnotu LI poskytnutej vzorky vody. Uvedomte si, že tvrdosť je vyjadrená ako ekvivalent pomocou koncentrácie CaCO_3 (vyjadrenej v mg/l). Celková alkalita je ekvivalent spotrebovanej kyseliny voči celkovému obsahu uhličitanu a hydrogenuhličitanu opäť vyjadrený v mg/l CaCO_3 . Celkový obsah rozpustených solí (TDS) je prepočítaný na koncentráciu NaCl (mg/l).

Postupy

Vápenatá tvrdosť sa stanovuje komplexometrickou titráciou pomocí EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$). Uskutočňuje sa v silne alkalickom prostredí, aby sa maskoval horčík (vysoký obsah Mg^{2+} komplikuje stanovenie z dôvodu vyžrážavania Ca^{2+} spolu s $\text{Mg}(\text{OH})_2$; navyše, indikátor sa adsorbuje na $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a tým zhoršuje pozorovanie farebného prechodu). Po pridaní hydroxidu je potrebné titrovať ihneď, aby sa nezačal vylučovať CaCO_3 .

1.1. Napíšte rovnicu reakcie, ktorá prebieha pri titrácii s $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$:

Postup pro stanovenie vápnika

- Byretu naplňte štandardným roztokom **EDTA** (presná koncentrácia je 0,0443 M).
- Odpipetujte 20 ml **vzorky vody** do Erlenmeyerovej banky.
- Pridajte 3 ml 2M roztoku NaOH pomocou 10ml odmerného valca.
- Špachtľou pridajte malé množstvo murexidového indikátora tak, aby roztok bol zreteľne ružovo sfarbený.
- Do niekoľkých minút titrujte zmes štandardným roztokom EDTA do zmeny sfarbenia indikátora z ružovej do fialovej.

1.2. Vyplňte *Tabuľku č. 2*.

Tabuľka č. 2

Stanovenie vápnika	Titrácia č.			
Počiatkový objem v byrete, ml				
Konečný objem v byrete, ml				
Spotreba, ml				

Objem použitý pre ďalší výpočet, _____ ml

Úloha 2	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

2. Vypočítajte tvrdosť vzorky vody ako mg/l CaCO₃. Výsledok zapíšte do **Tabuľky č. 4** (pri otázke 7).

Postup výpočtu:

Meranie pH. V laboratoriu nájdite pH-meter (alebo sa opýtajte dozoru).

- Do čistej Erlenmayerovej banky dajte asi 70-90 ml vzorky vody.
- Snímte ochranný uzáver elektródy (udržujte ho vo zvislej polohe, obsahuje roztok).
- Pomocou stričky opláchnite elektródu destilovanou vodou.
- Zapnite pH-meter posuvným tlačítkom ON/OFF.
- Ponorte pH-meter do skúmaného roztoku a premiešajte ho miernym krúživým pohybom banky.
- Položte banku na stôl a počkajte, kým sa ustáli hodnota (do 1 minúty).
- Odčítajte a zapíšte hodnotu pH.
- Vypnite pH-meter, opláchnite elektródu destilovanou vodou a nasad'te naspäť ochranný uzáver (prípadne odovzdajte pH-meter ďalšiemu študentovi).

3.1. Hodnotu pH zapíšte do **Tabuľky č. 4** (pri otázke 7).

3.2. Aká forma kyseliny uhličitej prevláda vo vašej vzorke vody?

Vašu voľbu doložte výpočtom a krížikom označte jeden rámček.

Pozn.: Disociačné konštanty kyseliny uhličitej sú: $K_1 = 4,5 \cdot 10^{-7}$; $K_2 = 4,8 \cdot 10^{-11}$.

Postup výpočtu:

☐ uhličitan ☐ hydrogenuhličitan ☐ kyselina uhličitá

3.3. Napíšte iónovú rovnicu reakcie tejto prevládajúcej formy, prebiehajúcu pri titrácii vašej vzorky vody pomocou HCl.

Úloha 2	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

Stanovenie celkovej alkality. Pre stanovenie celkovej alkality treba vzorku titrovať až do vzniku H_2CO_3 . Použitý acidobázický indikátor metyloranž mení farbu zo žltej do oranžovej pri pH asi 4,5.

- Premyte byretu destilovanou vodou a naplňte ju štandardným roztokom HCl (o presnej koncentrácii 0,0535 M).
- Do Erlenmayerovej banky odpipetujte 50,0 ml vzorky vody a pridajte tri kvapky roztoku metyloranže.
- Ak je roztok oranžový už pred pridaním kyseliny, celková alkalita je nulová. Ak je roztok žltý, titrujte ho štandardným roztokom kyseliny do prvej zreteľnej zmeny sfarbenia smerom k oranžovej. Zapište spotrebu titrantu.

4.1. Vyplňte *Tabuľku č. 3*.

Tabuľka č. 3

Stanovenie alkality	Titrácia č.			
Počiatkový objem v byrete, ml				
Konečný objem v byrete, ml				
Spotreba, ml				

Objem použitý pre ďalší výpočet, _____ ml

4.2. Vypočítajte celkovú alkalitu (ako mg/l CaCO_3). Výsledok zapište do *Tabuľky č. 4* (pri otázke 7).

Postup výpočtu:

5. Meranie teploty. Odčítajte teplotu na teplomere umiestnenom na spoločnom stole a hodnotu zapište do *Tabuľky č. 4* (pri otázke 7).

6. Stanovenie TDS (celkového obsahu rozpustených solí) vo vzorke vody pomocou testovacieho prúžku.

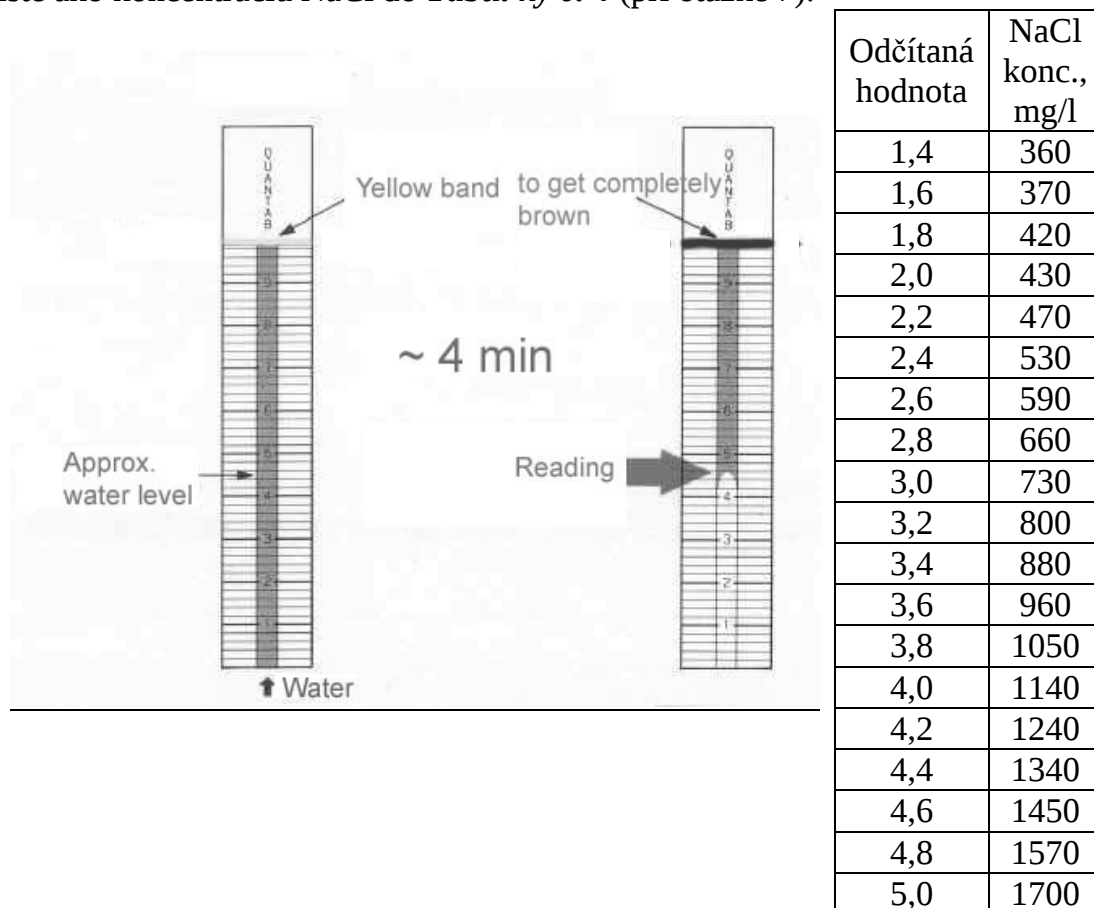
- Do kadičky nalejte vzorku vody do výšky asi 3 cm. Do vody ponorte testovací prúžok. Uistite sa, že žltý pásik v hornej časti prúžku sa nedotýka kvapaliny.
- Počkajte 3–4 minúty, kým žltý pásik úplne nezahnedne. Odčítajte hodnotu, ako je ukázané na nasledujúcom obrázku, s presnosťou na jedno desatinné miesto.

Úloha 2	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

c) Zapište odčítanú hodnotu:

d) Zistite odpovedajúcu koncentráciu TDS (ako mg/l NaCl) v tabuľke napravo od obrázka.

e) Zapište ako koncentráciu NaCl do **Tabuľky č. 4** (pri otázke 7).



7. Vyplňte všetky prázdne políčka v **Tabuľke č. 4**. Vypočítajte hodnotu LI a výsledok zapište do **Tabuľky č. 4**. Hodnoty faktorov určte s presnosťou na dve desatinné miesta.

Postup výpočtu:

Úloha 2	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

Tabuľka č. 4. Výpočet hodnoty LI vzorky vody

Vzorka vody číslo: _____					
CH, mg/l CaCO ₃	TA, mg/l CaCO ₃	t, °C	pH	TDS, mg/l NaCl	LI
FD	FA	FT		FTDS	

Teoretické otázky. Úprava „rovnováhy“ vo vode.

Ak je hodnota LI výrazne rozdielna od 0, je potrebné ju upraviť na hodnotu 0.

Predstavte si, že ste dostali vzorku bazénovej vody analyzovanej tak, ako ste to robili vy. Výsledky analýzy sú: CH = 550 mg/l, FD = 2,31, TA = 180 mg/l, FA=2,26, t = 24 °C, FT = 0,6; TDS = 1000 mg/l , FTDS = 12,1, pH = 7,9, LI = 0,97.

Do 200 ml vzoriek bazénovej vody údržbár pridal vždy 10 ml 0,0100M roztoku niektorej z nasledujúcich látok (NaHCO₃, NaOH, NaHSO₄, CaCl₂, EDTA (dihydrát disodnej soli) a HCl), zakaždým roztok jednej látky do jednej vzorky.

8. Rozhodnite, či sa po pridaní NaHSO₄ začne zrážať CaSO₄.

Poznámka: Súčin rozpustnosti CaSO₄ je $5 \cdot 10^{-5}$. Predpokladajte, že sa CaCO₃ nezráža po pridaní ani jednej z vyššie uvedených látok.

Postup výpočtu:

Vaša odpoveď (vyznačte krížikom): áno ☐ nie ☐

Úloha 2	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

9. Vyplňte **Tabuľku č. 5**, ktorá ukazuje trendy v zmene faktorov po pridaní jednotlivých látok do tejto vzorky vody. (zapište “+” ak faktor rastie, “–” ak klesá a “0” ak sa nemení).

Tabuľka č. 5

Roztok látky	pH	FA	FD	FTDS	LI
NaHCO ₃					
NaOH					
NaHSO ₄					
CaCl ₂					
Na ₂ H ₂ Y					
HCl					

Výmena alebo doplnenie chemikálií (Replacement or extra chemicals)	Podpis dozoru v laboratóriu (Lab assistant signature)	Strhnuté body (Penalty)
_____ _____ _____	_____ _____ _____	_____ _____ _____

Úloha 3	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Úloha 3. Stanovenie mólovej hmotnosti viskozimetricky (15 bodov)

Viskózný koeficient je kvantitatívne vyjadrenie odporu tekutín voči prúdeniu. Experimentálne môže byť stanovený sledovaním rýchlosti, ktorou tekutina vyteká z tenkej kapiláry. Viskozita roztoku polyméru rastie s koncentráciou roztoku. Pri rovnakej koncentrácii silnejšie interakcie rozpúšťadla a polyméru vedú k tvorbe klbkov a tým k vyššej viskozite.

Pri zriedených roztokoch polymérov platí, že redukovaná viskozita η_{red} a koncentrácia polyméru c (v g/ml) sú vo vzťahu:

$$\eta_{red} = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad [ml / g],$$

kde t a t_0 sú časy prietoku roztoku a čistého rozpúšťadla.

Redukovaná viskozita zriedeného roztoku závisí od koncentrácie:

$$\eta_{red}(c) = [\eta] + kc,$$

kde k je parameter (ml^2/g^2) a $[\eta]$ je vnútorná viskozita (ml/g). Vnútorná viskozita $[\eta]$ môže byť určená extrapoláciou redukovanej viskozity k nulovej hodnote koncentrácie polyméru.

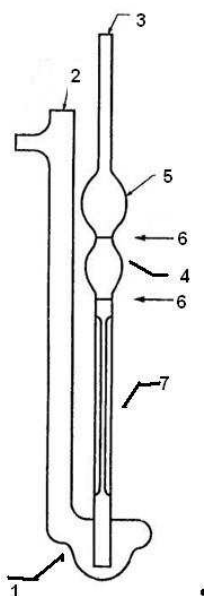
Všeobecne, vnútorná viskozita závisí od mólovej hmotnosti M polyméru podľa Mark-Kuhn-Houwinkej rovnice:

$$[\eta] = KM^\alpha,$$

kde K a α sú konštanty pre danú kombináciu rozpúšťadla a polyméru pri danej teplote.

Teda M môže byť určená pomocou Mark-Kuhn-Houwinkej rovnice z experimentálne určených hodnôt $[\eta]$ s použitím známych hodnôt K a α .

Ako pracovať s viskozimetrom



- 1 – základňa viskozimetra
- 2, 3 – rúrky
- 4 – meracia nádobka
- 5 – nádobka
- 6 – ryska
- 7 – kapilára

Úloha 3	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

- a) Pripevnite viskozimeter vo vertikálnej polohe so svorkou v čo najnižšej polohe.
b) Nalejte 10 ml analyzovaného roztoku do základne viskozimetra (1) cez rúrku (2) pomocou pipety.
c) Nasad'te pipetovací nástavec alebo gumený balónik na vrch rúrky (3) a natiahnite roztok do meracej nádoby (4) tak, aby bola roztokom naplnená nádoba (5). Pri naplňaní si dajte pozor, aby v priestore viskozimetra neboli bublinky, pretože tie môžu výrazne skresliť výsledné meranie. Hladina roztoku by mala byť približne 10 mm nad hornou ryskou (6).
d) Vynulujte stopky. Odstráňte pipetovací nástavec alebo gumený balónik z rúrky (3). Kvapalina začne klesať do základne viskozimetra (1).
e) Odmerajte **čas prietoku**: stopky odštartujte, keď meniskus kvapaliny prejde cez hornú rysku (6) a zastavte, keď meniskus kvapaliny prejde cez dolnú rysku (6).

POZOR: Narábajte s viskozimetrom opatrne!
Ak ho rozbijete, náhradný viskozimeter nedostanete!
V prípade, ak ho rozbijete, povedzte to doзору.
Potom môžete viskozimeter nahradiť 25 ml pipetou a kadičkou.

Pred každým použitím novej vzorky polyméru najprv opláchnite viskozimeter trikrát obyčajnou vodou a potom raz destilovanou. Nie je potrebné oplachovať viskozimeter roztokom polyméru, pretože tým vzniknutá chyba je zanedbateľná.

NIE JE potrebné vyplňať všetky políčka v predtlačení tabuľkách. Urobte toľko meraní, koľko považujete za potrebné pre dostatočne presný výsledok.

Postup

Dostali ste sadu vodných roztokov obsahujúcich polyméry (zásobné roztoky, 0,01 g/ml). Tri z roztokov P1-P4 obsahujú poly(vinylalkohol), zatiaľčo jeden roztok obsahuje čiastočne hydrolyzovaný poly(vinyl-acetát) obsahujúci približne 10 % nehydrolyzovaných jednotiek. Neviete, ktorý z roztokov P1-P4 je čiastočne hydrolyzovaný poly(vinyl-acetát).

Mólové hmotnosti polymérov P1-P4 sú uvedené v tabuľke:

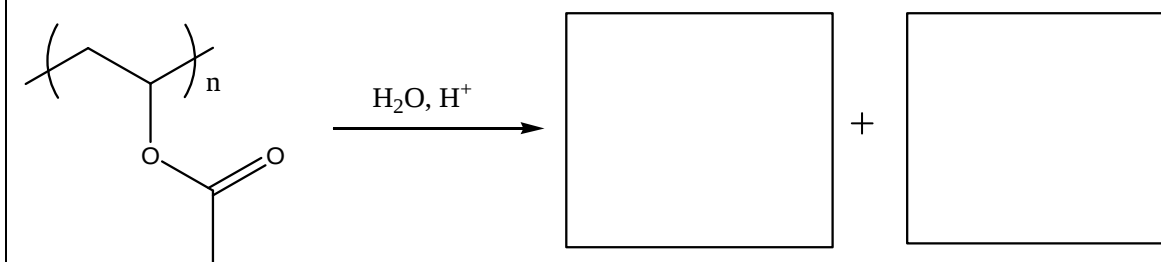
Približná relatívna mólová hmotnosť	Označenie vzorky
26650	P2
50850	P1
65300	P4
91900	P3

Úloha 3	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Vzorka X je poly(vinylalkohol) s neznámou mólovou hmotnosťou. Vašou úlohou bude identifikovať, ktorý z roztokov P1-P4 obsahuje čiastočne hydrolyzovaný poly(vinyl-acetát) a určiť mólovú hmotnosť polyméru X.

1. Napíšte reakčnú schému prípravy poly(vinylalkohol)-u hydrolýzou poly(vinyl-acetát)-u.

Reakčná schéma:



2. Vyznačte krížikom, ktorý polymér má silnejšie interakcie s vodou a porovnajte viskozitu vodných roztokov úplne a čiastočne hydrolyzovaného poly(vinyl-acetát)-u. Predpokladajte, že koncentrácie a mólové hmotnosti roztokov sú rovnaké.

Poly(vinylalkohol) ☐
Čiastočne hydrolyzovaný poly(vinyl-acetát) ☐

Porovnanie viskozít:

η poly(vinylalkohol) _____ η čiastočne hydrolyzovaný poly(vinyl-acetát) (doplňte <, >, or $\approx$)

3. Zmerajte časy prietoku čistého rozpúšťadla (destilovaná voda). *NIE JE potrebné vyplniť všetky políčka.*

Čas prietoku použitý pre ďalší výpočet: _____ s

4. Zmerajte časy prietoku zásobných roztokov P1-P4 a roztoku X. Vypočítajte redukovanú viskozitu. *NIE JE potrebné vyplniť všetky políčka. Urobte toľko meraní, koľko považujete za potrebné pre dostatočne presný výsledok.*

Úloha 3	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Vzorka→	P2 (26650)	P1 (50850)	P4 (65300)	P3 (91900)	X
Čas prietoku, s					
Čas prietoku použitý pre ďalší výpočet:	_____ s	_____ s	_____ s	_____ s	_____ s

Postup výpočtu:

Vzorka→	P2 (26650)	P1 (50850)	P4 (65300)	P3 (91900)	X
Redukovaná viskozita zásobného roztoku, ml/g					

5. Označte zakrúžkovaním, ktorý z roztokov P1-P4 je čiastočne hydrolyzovaný poly(vinylacetát). **Pomôcka:** Zoberte do úvahy aj dané mólové hmotnosti polymérov P1-P4.

P1	P2	P3	P4
----	----	----	----

URČENÝ POLYMÉR NEPOUŽÍVAJTE V NASLEDUJÚCEJ ČASTI EXPERIMENTU

6. Na určenie parametrov Mark-Kuhn-Houwinkovej rovnice a výpočet neznámej mólovej hmotnosti vzorky X vyberte a označte dva najvhodnejšie roztoky poly(vinylalkohol)-u s rôznymi mólovými hmotnosťami ak viete, že v danom rozsahu je závislosť jednoznačne lineárna. Predpokladajte, že absolútna chyba určenia vnútornej viskozity nezávisí od mólovej hmotnosti.

P1	P2	P3	P4
----	----	----	----

7. Použite vhodné sklo na prípravu roztokov, zmerajte časy prietokov zriedených roztokov pripravených z troch vzoriek polyvinylalkoholu: z neznámej vzorky X, a dvoch poly(vinylalkohol)-ov vybraných v časti 6. Vypočítajte príslušné redukované viskozity. Pri výpočte koncentrácie polymérov predpokladajte, že hustota polyméru je rovná hustote vody.

Úloha 3	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Určte vnútornú viskozitu každej skúmanej vzorky. Priložte milimetrový papier s grafom dokumentujúci vyhodnotenie k odpoveďovému hárku.

Poznámka: Ak použijete jeden hárok milimetrového papiera na vyhodnotenie viacerých vzoriek, zrozumiteľne to vyznačte v grafe.

NIE JE potrebné vyplniť všetky políčka.

Vzorka: ____					
Koncentrácia, g/ml:					
Zásobný roztok, ml					
Voda, ml					
Čas prietoku, s:					
Čas prietoku použitý pre ďalší výpočet, s					
Redukovaná viskozita, ml/g					
Vnútorná viskozita $[\eta]$, ml/g					

Vzorka: ____					
Koncentrácia, g/ml:					
Zásobný roztok, ml					
Voda, ml					
Čas prietoku, s:					
Čas prietoku použitý pre ďalší výpočet, s					
Redukovaná viskozita, ml/g					
Vnútorná viskozita $[\eta]$, ml/g					

Úloha 3	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

Vzorka: ____					
Koncentrácia, g/ml:					
Zásobný roztok, ml					
Voda, ml					
Čas prietoku, s:					
Čas prietoku použitý pre ďalší výpočet, s					
Redukovaná viskozita, ml/g					
Vnútorná viskozita $[\eta]$, ml/g					

Zhrnutie experimentálnych výsledkov (použite rozsah tabuľky podľa potreby):

Vzorka→	P__	P__	X
Koncentrácia (c), g/ml:	0,01	0,01	0,01
Redukovaná viskozita (η_{red}), ml/g			
c (1. zriedenie), g/ml:			
η_{red} , ml/g			
c (2. zriedenie), g/ml:			
η_{red} , ml/g			
c (3. zriedenie), g/ml:			
η_{red} , ml/g			
c (4. zriedenie), g/ml:			
η_{red} , ml/g			
c (5. zriedenie), g/ml:			
η_{red} , ml/g			

Úloha 3	Kód študenta_____	otázka	1	2	3	4	5	6	7	8	9	spolu
		pb	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	64

8. Napíšte akú formu rovnice ste použili na určenie hodnôt K a α .

Napíšte hodnoty K a α pre vodné roztoky poly(vinylalkohol)-ov.

$K =$ _____ ml/g	$\alpha =$ _____
------------------	------------------

9. S pomocou získaných hodnôt K a α , určte zo získanej hodnoty vnútornej viskozity roztoku X mólovú hmotnosť neznámej vzorky X. Ak sa vám nepodarilo experimentálne určiť hodnoty K a α , použite ilustračné $K = 0,1$ ml/g a $\alpha = 0.5$.

Postup výpočtu:

$M(X) =$ _____

Výmena alebo pridanie chemikálií (Replacement or extra chemicals)	Podpis dozoru (Lab assistant signature)	Strhnuté body (Penalty)
<u>Zničený viskozimeter</u> <u>(Broken viscometer)</u> 	 	

IUPAC Periodic Table of the Elements

1 1 H hydrogen [1.007; 1.009]																	18 2 He helium 4.003
3 Li lithium [6.938; 6.997]	4 Be beryllium 9.012											13 5 B boron [10.80; 10.83]	14 6 C carbon [12.00; 12.02]	15 7 N nitrogen [14.00; 14.01]	16 8 O oxygen [15.99; 16.00]	17 9 F fluorine 19.00	10 Ne neon 20.18
11 Na sodium 22.99	12 Mg magnesium 24.31											13 Al aluminium 26.98	14 Si silicon [28.08; 28.09]	15 P phosphorus 30.97	16 S sulfur [32.05; 32.08]	17 Cl chlorine [35.44; 35.46]	18 Ar argon 39.95
19 K potassium 39.10	20 Ca calcium 40.08	21 Sc scandium 44.96	22 Ti titanium 47.87	23 V vanadium 50.94	24 Cr chromium 52.00	25 Mn manganese 54.94	26 Fe iron 55.85	27 Co cobalt 58.93	28 Ni nickel 58.69	29 Cu copper 63.55	30 Zn zinc 65.38(2)	31 Ga gallium 69.72	32 Ge germanium 72.63	33 As arsenic 74.92	34 Se selenium 78.96(3)	35 Br bromine 79.90	36 Kr krypton 83.80
37 Rb rubidium 85.47	38 Sr strontium 87.62	39 Y yttrium 88.91	40 Zr zirconium 91.22	41 Nb niobium 92.91	42 Mo molybdenum 95.96(2)	43 Tc technetium	44 Ru ruthenium 101.1	45 Rh rhodium 102.9	46 Pd palladium 106.4	47 Ag silver 107.9	48 Cd cadmium 112.4	49 In indium 114.8	50 Sn tin 118.7	51 Sb antimony 121.8	52 Te tellurium 127.6	53 I iodine 126.9	54 Xe xenon 131.3
55 Cs caesium 132.9	56 Ba barium 137.3	57-71 lanthanoids	72 Hf hafnium 178.5	73 Ta tantalum 180.9	74 W tungsten 183.8	75 Re rhenium 186.2	76 Os osmium 190.2	77 Ir iridium 192.2	78 Pt platinum 195.1	79 Au gold 197.0	80 Hg mercury 200.6	81 Tl thallium [204.3; 204.4]	82 Pb lead 207.2	83 Bi bismuth 209.0	84 Po polonium	85 At astatine	86 Rn radon
87 Fr francium	88 Ra radium	89-103 actinoids	104 Rf rutherfordium	105 Db dubnium	106 Sg seaborgium	107 Bh bohrium	108 Hs hassium	109 Mt meitnerium	110 Ds darmstadtium	111 Rg roentgenium	112 Cn copernicium	114 Fl flerovium		116 Lv livermorium			
			57 La lanthanum 138.9	58 Ce cerium 140.1	59 Pr praseodymium 140.9	60 Nd neodymium 144.2	61 Pm promethium	62 Sm samarium 150.4	63 Eu europium 152.0	64 Gd gadolinium 157.3	65 Tb terbium 158.9	66 Dy dysprosium 162.5	67 Ho holmium 164.9	68 Er erbium 167.3	69 Tm thulium 168.9	70 Yb ytterbium 173.1	71 Lu lutetium 175.0
			89 Ac actinium	90 Th thorium 232.0	91 Pa protactinium 231.0	92 U uranium 238.0	93 Np neptunium	94 Pu plutonium	95 Am americium	96 Cm curium	97 Bk berkelium	98 Cf californium	99 Es einsteinium	100 Fm fermium	101 Md mendelevium	102 No nobelium	103 Lr lawrencium

Key:

atomic number
Symbol
name
standard atomic weight

Notes

- IUPAC 2009 Standard atomic weights abridged to four significant digits (Table 4 published in *Pure Appl. Chem.* 83, 359-396 (2011); doi:10.1351/PAC-REP-10-09-14). The uncertainty in the last digit of the standard atomic weight value is listed in parentheses following the value. In the absence of parentheses, the uncertainty is one in that last digit. An interval in square brackets provides the lower and upper bounds of the standard atomic weight for that element. No values are listed for elements which lack isotopes with a characteristic isotopic abundance in natural terrestrial samples. See PAC for more details.

- "Aluminum" and "caesium" are commonly used alternative spellings for "aluminium" and "caesium."

- Claims for the discovery of all the remaining elements in the last row of the Table, namely elements with atomic numbers 113, 115, 117 and 118, and for which no assignments have yet been made, are being considered by a IUPAC and IUPAP Joint Working Party.

For updates to this table, see iupac.org/reports/periodic_table/. This version is dated 1 June 2012.

Copyright © 2012 IUPAC, the International Union of Pure and Applied Chemistry.



INTERNATIONAL UNION OF
PURE AND APPLIED CHEMISTRY