

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

58. ročník, školský rok 2021/22

Kategória A

Domáce a školské kolo

PRAKTICKÉ ÚLOHY



PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ANALYTICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 58. ročník – školský rok 2021/22
Domáce a školské kolo

Jozef Sochr

25 bodov

Doba riešenia: bez časového obmedzenia

Cieľom praktickej činnosti v študijnom/školskom kole CHO je nacvičenie laboratórnych operácií v oblasti analytickej chémie s dôrazom na dosahovanie presných výsledkov pri odmerných analýzach. Prípravná činnosť sa má venovať aj spôsobom vyhodnotenia analytického experimentu.

K vedomostiam potrebným pri riešení úloh analytickej praxe patria všeobecne chemické, ale aj matematické a fyzikálno-chemické poznatky. Tieto sa získajú domácou prípravou štúdiom vhodnej literatúry.

Vyžadované/precvičované vedomosti a zručnosti

Meranie hmotností, meranie objemu kvapalín, príprava roztokov z tuhých látok a rozpúšťadiel, rozpúšťanie, zahrievanie kahanom a elektrickou platničkou, chladenie, zásady titrácie, chelátometria, rovnováhy komplexotvorných reakcií, metalochrómne indikátory, chemické výpočty, priebeh titračnej krivky pri titrácii kationu kovu roztokom chelatónu III.

Odporúčaná literatúra:

M. Čakrt a spol.: *Praktikum z analytickej chémie*, Bratislava, Alfa, 1989.

A. Purdešová a kol.: *Praktikum z analytickej chémie*, Bratislava, STU, 2016.

P. Tarapčík a kol.: *Zbierka príkladov z analytickej chémie*, Bratislava, STU, 1995.

J. Labuda a kol.: *Analytická chémia*, Bratislava, STU, 2014.

S. Kotrlý, L. Šůcha: *Chemické rovnováhy v analytické chemii*, SNTL, 1986.

Téma: Ionexy a príprava vody pre laboratórne práce

Na prácu v laboratóriách sa používa z viacerých dôvodov analyticky čistá voda. Jednoduchým, ale nákladným spôsobom prípravy laboratórnej vody je destilačný proces. Voda sa varí vo veľkej destilačnej aparatúre pričom v chladiči kondenzujú vodné pary a následne sa ako produkt zachytáva destilovaná voda. Typickým znakom čerstvej destilovanej vode je absencia rozpustených plynov (hlavne CO₂).

Alternatívnym spôsobom je príprava deionizovanej vody, teda vody zbavenej akýchkoľvek iónov. V tomto prípade voda (napr. z vodovodu) prúdi cez striedajúce sa vrstvy iónomeničov (katexov a anexov) nachádzajúce sa v nádobách komerčných zariadení. Na výstupe je voda demineralizovaná, resp. deionizovaná. Metóda tejto prípravy je v porovnaní s destiláciou lacná, nevýhodou je však pomerne rýchle vyčerpanie kapacity ionexu, teda nastáva situácia, kedy už iónomenič nie je schopný zachytiť/vymeniť ióny a výsledný produkt je kontaminovaný.

Úloha 1: Ionexy, chelátometria

Úloha/otázka 1a: Opíšte ionex, katex a anex. Uvedte, aké známe funkčné skupiny majú ionexy a napíšte jednoduchú reakciu výmeny akéhokoľvek iónu pre katex a anex.

Úloha/otázka 1b: Vysvetlite pojem kapacita ionexu a opíšte analytický postup, ktorým je možné kapacitu ionexu stanoviť.

Úloha/otázka 1c: Vysvetlite pojem cyklus ionexu a opíšte, ako pripravíte ionex v H⁺-cykle, resp. v Cl⁻-cykle.

Úloha/otázka 1d: Opíšte komplexotvorné titračné metódy. Napíšte vzorovú chemickú reakciu tvorby komplexu a definujte konštantu stability.

Úloha/otázka 1e: Opíšte metalochrómny indikátor. Napíšte všetky chemické reakcie v chronologickom poradí počas titrácie kationov (napr. olovnatých) pri titrácii s chelatónom III a indikátorom.

Úloha/otázka 1f: V chemických tabuľkách, alebo na internete vyhľadajte konštanty stability komplexov Bi³⁺, Pb²⁺, Zn²⁺, Mg²⁺, Ca²⁺ s chelatónom III.

Úloha/otázka 1g: Chelátón III (kyselina etyléndiamíntetraoctová, EDTA) je slabá organická kyselina s nasledovnými disociačnými konštantami $K_1 = 1,02 \cdot 10^{-2}$, $K_2 = 2,14 \cdot 10^{-3}$, $K_3 = 6,92 \cdot 10^{-7}$ a $K_4 = 5,50 \cdot 10^{-11}$. Zostrojte distribučný diagram pre jednotlivé disociačné stupne chelátónu III ako funkciu pH.

Úloha/otázka 1h: Chelátometrické stanovenie olovnatých kationov je potrebné realizovať v médiu s hodnotou pH približne 5,5. Opíšte, čo by sa stalo, ak:

- by bol pri titrácii použitý tlmivý roztok s hodnotou pH približne 5,5 a s nízkou tlmivou kapacitou,
- by hodnota pH média bola výrazne nižšia,
- by hodnota pH média bola výrazne vyššia.

Úloha/otázka 1i: Rozhodnite, či je možné chelátometricky stanoviť koncentrácie jednotlivých kationov kovov v zmesnej vzorke (napr. zliatin), ak ich chelátové komplexy vznikajú pri rovnakej hodnote pH média. Ak áno, ako?

Úloha 2: Identifikácia ionexu

Ionex je polymérny materiál s aktívnymi miestami schopný vymieňať ióny medzi analyzovaným roztokom a funkčnou skupinou ionexu. Uplatnenie ionexov v praxi je významné pri príprave deionizovanej vody pre laboratórne práce. Vaším predmetom skúmania bude vzorka ionexu, ktorý môže byť katexom alebo anexom. Zároveň analyzovaný ionex môže byť v stave ako nové plnivo do komerčných zariadení na predaj zákazníkovi, alebo ako použitý materiál s rôznym stupňom opotrebovania od spotrebiteľa, pripraveného na recykláciu. Vašou úlohou bude zistiť mieru opotrebenia (nový/znehodnotený) a typ ionexu pomocou titrácií (katex/anex).

Laboratórne zariadenie:

odmerné banky: 1x 250 cm³, 1x 200 cm³

titračné banky: 3x 250 cm³; kadičky: 250 cm³, 3x 50 až 100 cm³

pipeta nedielikovaná: 100 cm³; byreta 25 cm³, stojan a držiak na byretu

odmerný valec 10 cm³, 50 cm³

nuč (S1), byretový lievnik, kvapkadlo, hodinové sklíčka, sklenená tyčinka, strička s vodou, lyžičky

filtračný papier (nastrihané kúsky), pipetovací balónik, prúžky všeobecného indikátora

Chemikálie a roztoky:

tuhá disodná soľ kyseliny etyléndiamíntetraoctovej (p.a)

indikátor eriochrómová čerň T, murexid

Schwarzenbachov tlmivý roztok (pH 10), roztok NaOH s hodnotou pH 12

vzorka vody v digestóriu, destilovaná/deionizovaná voda, vzorka neznámeho ionexu

Postup:

1) Príprava roztoku chelátónu III (0,02 mol/l)

Vypočítajte hmotnosť chelátónu III ($M = 372,24 \text{ g/mol}$) potrebného na prípravu 250 cm³ odmerného roztoku s koncentráciou 0,02 mol/dm³. Odvážte chelátón III v požadovanom množstve (hmotnosť m_0) a rozpúšťajte v malom podiele destilovanej, resp. deionizovanej vody v kadičke. Chelátón III je ťažko rozpustný v studenej vode, preto kadičku zahrejte do rozpustenia nad kahanom/elektrickým varičom, prípadne použite zohriatu vodu. Rozpustený chelátón kvantitatívne preneste

do odmernej banky a doplňte po rysku studenou vodou. Vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku chelatónu III v odmernej banke.

Poznámka: Pred dopĺňaním vytemperujte roztok a odmernú banku na laboratórnu teplotu.

2) Stanovenie celkovej tvrdosti vody

Do titračnej banky pipetujte 100 cm³ dostupnej vzorky vody umiestnenej v digestore, pridajte 10 cm³ Schwarzenbachovho tlmivého roztoku a na špičku lyžičky indikátor eriochrómovú čerň T. Titrujte odmerným roztokom chelatónu III do farebnej zmeny zmesi (spotreba V_1). Do ďalšej titračnej banky pipetujte rovnaký podiel vzorky 100 cm³, pridajte 10 cm³ roztoku NaOH (pH 12) a na špičku lyžičky indikátor murexid. Titrujte odmerným roztokom chelatónu III (spotreba V_2). Obe titrácie opakujte podľa potreby viackrát. Vypočítajte obsah vápnika a horčíka vo vzorke vody a určte celkovú tvrdosť vody.

3) Identifikácia ionexu

- a) Do väčšej kadičky (100 – 200 cm³) preneste Vašu vzorku napučaného ionexu. Pomocou nuče (S1) oddelíte ionex od tekutiny, ionex niekoľkokrát premyte destilovanou/deionizovanou vodou a pomocou prúžku všeobecného indikátora skontrolujte pH vytekajúceho filtrátu. Ak je pH neutrálne, ionex premiestnite do čistej väčšej kadičky a pridajte toľko destilovanej/deionizovanej vody, aby jej hladina bola približne 1 – 2 cm nad ionexom. Do odmerného valca odoberte pomocou plastového kvapkadla 15 cm³ ionexu. Ionex kvantitatívne preneste do kadičky (asi 150 – 250 cm³), na vypláchnutie odmerného valca použite destilovanú/deionizovanú vodu zo stričky, pridajte presne 50 cm³ dostupnej vzorky vody v digestóriu a obsah v kadičke miešajte asi 2 minúty. Zistite hodnotu pH roztoku nasledovne: v roztoku nad ionexom namočte koniec sklenej tyčinky a kvapku roztoku premiestnite na prúžok všeobecného indikátora. Porovnajte vzniknutú farbu so známou škálou farieb pre rôzne pH a zapíšte si túto zodpovedajúcu hodnotu. Rozhodnite, či máte vo vzorke k dispozícii katex, alebo anex.
- b) Pomocou nuče (S1) oddelíte použitý ionex a filtrát zachytávajúce do titračnej banky, pričom ionex niekoľkokrát prepláchnite destilovanou/deionizovanou vodou. K filtrátu pridajte 10 cm³ Schwarzenbachovho tlmivého roztoku a na špičku lyžičky indikátor eriochrómovú čerň T. Titrujte odmerným roztokom chelatónu III do farebnej zmeny zmesi (spotreba V_3). Proces (meranie objemu ionexu, prídavok vzorky vody, delenie a titráciu) opakujte podľa potreby.

c) Regenerujte ionex: Odfiltrovaný podiel ionexu spláchnite do kadičky pomocou malého objemu (10 cm^3) destilovanej/demineralizovanej vody. Pridajte 20 cm^3 roztoku:

- HCl ($c = 2 \text{ mol/dm}^3$) – ak ste v kroku 3a) identifikovali katex
- NaOH ($c = 2 \text{ mol/dm}^3$) – ak ste v kroku 3a) identifikovali anex

Nechajte ustáliť rovnováhu približne 10 minút za občasného premiešania obsahu kadičky. Potom ionex znova odfiltrujte pomocou nuče (S1) a premývajte do neutrálnej reakcie. pH filtrátu kontrolujte pomocou prúžku všeobecného indikátora.

d) Regenerovaný ionex preneste do kadičky, pridajte presne 50 cm^3 vzorky vody a obsah v kadičke miešajte asi 2 minúty. Reakčnú zmes upravte postupom opísaným v bode 3b) a titrujte odmerným roztokom chelatónu III do farebnej zmeny zmesi (spotreba V_4).

e) Na základe získaných hodnôt, rozhodnite, či ste pôvodne pracovali s novým/zregenerovaným alebo s čiastočne/úplne použitým ionexom.

Úloha 3: Všeobecné chemické a súvisiace otázky/problémy s uplatnením v praxi analytickej chémie

Počas samoštúdia v domácom prostredí vyriešte nasledujúce úlohy. Vyhľadajte vhodnú literatúru (učebnice, skriptá, vedecké webové stránky).

Úloha/otázka 3a: Definujte pojem základná látka v analytickej chémii a vymenujte jej požadované vlastnosti.

Úloha/otázka 3b: Vymenujte základné látky používané v chelátometrii.

Úloha/otázka 3c: Opíšte pojem „štandardizácia roztoku“.

Úloha/otázka 3d: Uvedte, aký je rozdiel medzi pojmami „koncový bod titrácie“ a ekvivalentný bod titrácie“.

Úloha/otázka 3e: Odmerný valec má v označení na povrchu nápis „In“. Vysvetlite, čo to znamená.

Úloha/otázka 3f: Opíšte podrobne postup merania objemu pomocou nedelenej pipety.

Úloha/otázka 3g: Pri príprave roztoku zriedenej kyseliny sírovej 1:2 experimentátor nalial do odmernej banky do tretiny vodu, pridal rovnaký podiel kyseliny a doplnil vodou po značku. Postupoval správne?

Úloha/otázka 3h: Pri naplňaní byrety zostali v trubici so stupnicou vzduchové bublinky, ktoré pri meraní (vypustení časti kvapaliny nad nimi) zostali na svojom mieste. Uvedte, aký bude výsledok merania, ak meranie bolo inak správne.

Úloha/otázka 3i: Pri naplňaní byrety zostala pod kohútom vzduchová bublina, ktorá pri titráciách zostala pod kohútom. Uvedte, aký bude výsledok merania, ak meranie bolo inak správne.

Úloha/otázka 3j: Pri priamom titračnom stanovení experimentátor pri príprave odmerného roztoku nepremiešal dostatočne odmerný roztok v odmernej banke. Uvedte, ako sa to prejaví na výsledkoch experimentu.

Úloha/otázka 3k: Pri priamom titračnom stanovení chemik použil nevysušenú titračnú banku. Vysvetlite, ako sa to prejaví na výsledkoch experimentu.

Úloha/otázka 3l: Pri opakovaných experimentoch z viacerých výsledkov získavate jeden reprezentatívny. Opíšte, ako ho určíte.

Úloha/otázka 3m: Definujte funkčnú oblasť metalochrómneho indikátora.

Úloha/otázka 3n: Vysvetlite, čo môžeme zistiť z priebehu komplexotvornej titračnej krivky, načrtnite titračnú krivku pri titrácii ľubovoľného katiónu roztokom chelatónu III pri rôznych hodnotách pH (ideálne v kyslom, neutrálnom a zásaditom prostredí).

Úloha/otázka 3o: Pri chelátometrickom stanovení hliníka je nutné využiť spätnú titráciu. Vysvetlite, v akých prípadoch sa spätná titrácia využíva a opíšte ju na príklade chelátometrického stanovenia hliníka.

Úloha/otázka 3p: Vyriešte príklad: 10 cm³ vzorky s obsahom olovnatých katiónov zriedime destilovanou vodou, pridáme 50 cm³ odmerného roztoku chelatónu III s koncentráciou 0,0505 mol/dm³, amoniakálny tlmivý roztok a indikátor eriochrómovú čerň T. Prebytok chelatónu III titrujeme roztokom síranu horečnatého s koncentráciou 0,05 mol/dm³, ktorého spotreba je 31,4 cm³. Vypočítajte, koľko g olovnatých katiónov má 1 dm³ vzorky?

Úloha/otázka 3q: Vyriešte príklad: Na analýzu odvážíme 3,5479 g vzorky s obsahom horčíka, z ktorej pripravíme 500 cm³ zásobného roztoku. Na titráciu berieme 100 cm³, pridáme destilovanú vodu, amoniakálny tlmivý roztok (pH=10,0) a indikátor eriochrómovú čerň T. Titrujeme odmerným roztokom chelatónu 3 s koncentráciou 0,0495 mol/dm³, ktorého spotreba bola 11,3 cm³. Vypočítajte hmotnostné % Mg vo vzorke.

PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ORGANICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 58. ročník – školský rok 2021/22
Domáce kolo

Samuel Andrejčák, Lucia Feriancová

Maximálne 15 bodov Doba riešenia: neobmedzená
--

Úvod

Úlohy z organickej chémie v praktickej časti tohto ročníka chemickej olympiády budú zamerané na reakcie, ktorými sa pripravujú organické farbivá, indikátory alebo zlúčeniny so schopnosťou luminiscencie.

Zvládnutie úloh bude vyžadovať základné teoretické znalosti a praktické zručnosti zo syntézy, izolácie, čistenia (ako sú extrakcia, filtrácia za normálneho a zníženého tlaku, kryštalizácia), identifikácie a charakterizácie organických zlúčenín (ako sú tenkovrstvová chromatografia, NMR, UV a IČ spektroskopia).

Tak isto ako v predošlých troch ročníkoch, aj v tomto ročníku ChO bude organická syntéza hodnotenou súčasťou krajského kola ChO.

Odporúčaná literatúra:

Ľubovoľná príručka praktickej organickej syntézy, napr.:

- P. Elečko, M. Mečiarová, M. Putala, M. Sališová, J. Šraga: *Laboratórne cvičenie z organickej chémie*, Univerzita Komenského, Bratislava, 1998.
- P. Magdolen, M. Mečiarová, V. Poláčková, E. Veverková: *Praktikum z organickej chémie*, Univerzita Komenského, Bratislava, 2016.

Príprava tymolftaleínu

Tymolftaleín patrí medzi triarylmetánové farbivá, má laxatívne účinky a využíva sa najmä ako acido-bázický indikátor v analytickej chémii. Príprava farbív tohto typu spočíva v kondenzačnej reakcii anhydridu kyseliny ftalovej s fenolom resp. jeho derivátmi v prostredí minerálnej kyseliny (Schéma 1).

V tomto kole bude Vašou úlohou pripraviť tymolftaleín reakciou anhydridu kyseliny ftalovej s tymolom (5-metyl-2-(propán-2-yl)fenol) v prostredí kyseliny sírovej a určenie jeho funkčnej oblasti ako indikátora.

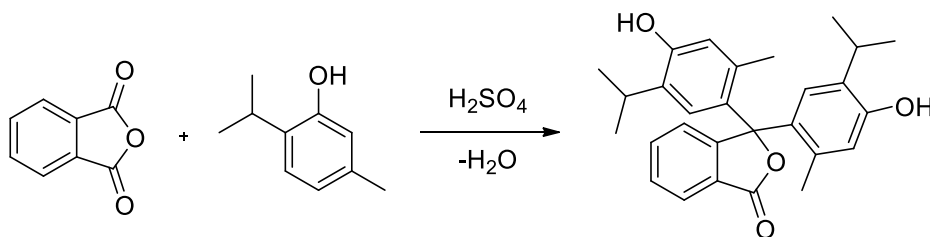


Schéma 1: Príprava tymolftaleínu reakciou anhydridu kys. ftalovej s tymolom v kyslých podmienkach.

Materiál a pomôcky:

Miešadlo s ohrevom alebo elektrický varič, laboratórne váhy, hodinové sklíčko alebo papier na váženie, 2 x trecia miska s tĺčikom, 2 x lyžička, 50 ml banka s okrúhlym dnom, 1 x 100 ml a 5 x 25 ml kadička, 2 x 5 ml a 2 x 10 ml odmerný valec, stojan, lapáky, svorky, vodný alebo olejový kúpeľ, 2 x Pasteurova pipeta, savička, 5 ml pipeta s pipetovacím nadstavcom, magnetické miešadielko, pinzeta, nožnice, filtračný papier, ľadový kúpeľ, odsávací banka, manžeta na odsávaciu banku, frita, zdroj vákuu (vodná výveva alebo membránová pumpa), špachtľa, stojan na skúmavky, 13 x skúmavka, ochranné okuliare, ochranné rukavice, laboratórny plášť.

Poznámka: laboratórne sklo je možné použiť aj v iných veľkostiach podľa dostupnosti miestneho vybavenia.

Chemikálie:

chemikália, obal	H-veta*	P-veta*
Anhydrid kyseliny ftalovej , v pôvodnej označenej nádobe	302, 315, 317, 318, 334, 335	280, 301/312/330, 302/352, 305/351/338/310
Tymol (5-metyl-2-(propán-2-yl) fenol), v pôvodnej označenej nádobe	302, 314, 411	260, 273, 280,301/312, 303/361/353, 305/351/338
Kyselina sírová 96 % , v pôvodnej sklenenej fľaši	290, 314	280, 301/330/331, 303/361/353, 305/351/338/310
Hydroxid sodný 1,0 mol.dm⁻³ , v označenej nádobe	290, 314	234, 280, 301/330/331, 303/361/353, 304,340,310, 305/351/338

Kyselina sírová 2,0 mol.dm⁻³ , v označenej nádobe	290, 315, 319	234, 264, 280, 302/352, 305,351/338, 332/313
Etanol 95% , v pôvodnej sklenenej fľaši	225, 319	210, 305/351/338
Destilovaná voda , v označenej stričke alebo nádobe	-	-

* - zdroj: karty bezpečnostných údajov na <http://www.sigmaaldrich.com> pre koncentrované látky

Výstražné upozornenia (H-vety)

- H 225** Veľmi horľavá kvapalina a pary.
- H 290** Môže byť korozívna pre kovy.
- H 302** Škodlivý po požití.
- H 314** Spôsobuje vážne poleptanie kože a poškodenie očí.
- H 315** Dráždi kožu.
- H 317** Môže vyvolať alergickú kožnú reakciu.
- H 318** Spôsobuje vážne poškodenie očí.
- H 319** Spôsobuje vážne podráždenie očí.
- H 334** Pri vdýchnutí môže vyvolať alergiu alebo príznaky astmy, alebo dýchacie ťažkosti.
- H 335** Môže spôsobiť podráždenie dýchacích ciest.
- H 336** Môže spôsobiť ospalosť alebo závraty.
- H 411** Toxický pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami.

Bezpečnostné upozornenia (P-vety a ich kombinácie)

- P 210** Uchovávajte mimo dosahu tepla, horúcich povrchov, iskier, otvoreného ohňa a iných zdrojov zapálenia. Nefajčite.
- P 233** Nádobu uchovávajte tesne uzavretú.
- P 234** Uchovávajte iba v pôvodnom balení.
- P 240** Uzemnite a upevnite nádobu a plniace zariadenie.
- P 241** Používajte elektrické/ ventilačné/ osvetľovacie zariadenie do výbušného prostredia.
- P 242** Používajte neiskriace prístroje.
- P 260** Nevdychujte prach ani hmlu.
- P 264** Po manipulácii starostlivo umyte pokožku.
- P 273** Zabráňte uvoľneniu do životného prostredia.
- P 280** Noste ochranné rukavice/ ochranný odev/ ochranné okuliare/ ochranu tváre.
- P 301/312** PO POŽITÍ: Pri zdravotných problémoch volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM/ lekára.

P 301/312/330 PO POŽITÍ: Pri zdravotných problémoch volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM/lekára. Vypláchnite ústa.

P 301/330/331 PO POŽITÍ: vypláchnite ústa. NEVYVOLÁVAJTE zvracanie.

P 302/352 PRI KONTAKTE S POKOŽKOU: Umyte veľkým množstvom vody.

P 303/361/353 PRI KONTAKTE S POKOŽKOU (alebo vlasmi): Všetky kontaminované časti odevu okamžite vyzlečte. Pokožku opláchnite vodou/sprchou.

P 304/340/310 PO VDÝCHNUTÍ: Presuňte osobu na čerstvý vzduch a umožnite jej pohodlne dýchať. Okamžite volajte TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM/ lekára.

P 305/351/338 PO ZASIAHNUTÍ OČÍ: Niekoľko minút ich opatrne vyplachujte vodou. Ak používate kontaktné šošovky a je to možné, odstráňte ich. Pokračujte vo vyplachovaní.

P 305/351/338/310 PO ZASIAHNUTÍ OČÍ: Niekoľko minút ich opatrne vyplachujte vodou. Ak používate kontaktné šošovky a ak je to možné, odstráňte ich. Pokračujte vo vyplachovaní.

P 332/313 Ak sa objaví podráždenie pokožky, vyhľadajte lekársku pomoc/ starostlivosť.

Poznámka k bezpečnosti práce:

Mladiství žiaci môžu manipulovať s dráždivými látkami len pod priamym dozorom učiteľa. Po pridaní do reakčnej zmesi ich koncentrácia klesne pod limit dráždivosti.

Pracovný postup

Úprava východiskových látok:

Teplota topenia tymolu je nízka (49 – 51 °C), preto sa pri vyšších teplotách a dlhodobom skladovaní tvoria hrudkovito zlepené kryštály. Pre potrebu reakcie tymol pred použitím rozdrvte na jemný prášok v trecej miske.

Anhydrid kys. ftalovej sa pri dlhodobom skladovaní hydrolyzuje vplyvom vzdušnej vlhkosti. Je potrebné pred reakciou vodu odstrániť. Do 100 ml kadičky nasypťte anhydrid kys. ftalovej do výšky nie viac ako 0,5 cm. Kadičku dajte na varič alebo miešadlo s ohrevom, zapnite ohrev na 150 °C a občasne premiešajte. Kryštály budú postupne sypkejšie a na stenách kadičky bude kondenzovať voda. Úpravu uskutočňujte pri 150 °C po dobu 15 minút.

Príprava tymolftaleínu:

Do lapáku na stojan uchyťte 50 ml banku s okrúhlym dnom a pridajte do nej 0,55 g upraveného ftalanhydridu, 1,0 g rozdrveného tymolu a magnetické miešadielko. Východiskové látky pred reakciou dôkladne premiešajte špachtľou. Pod banku dajte magnetické miešadlo alebo elektrický varič spolu s vodným alebo olejovým kúpeľom, reakčnú zmes miešajte pri 110 °C (teplota v olejovom kúpeľi), resp. pri 100 °C (var vody vo vodnom kúpeľi). Po pár minútach môžete pozorovať ako sa tymol v reakčnej zmesi taví. Po jeho roztavení sa pomaly po kvapkách pridá 1 ml 96 % kyseliny sírovej (pridá kompetentný pedagogický dozor!), pričom pozorujete rýchlu zmenu farby do sýto purpurovej. Takto pripravenú zmes zahrievajte pri nastavenej teplote ďalšie 3 hodiny. Po uplynutí tejto doby vypnite ohrev a banku zdvihnite na stojane nad kúpeľ a nechajte voľne vychladnúť na laboratórnu teplotu.

Spracovanie reakcie:

Do reakčnej zmesi pridajte 10 ml studenej vody. Pozorujete vznik tuhého produktu purpurovej farby. Vzniknutú zrazeninu potom odsajte za zníženého tlaku pomocou odsávacej banky s manžetou a fritou. Z filtračného koláča pinzetou vyberte miešadielko. Následne zrazeninu premyte 3 x 10 ml studenej vody. Premývanie uskutočnite tak, že najprv odpojte zdroj podtlaku (vodná výveva), nalejte do frity vodu, špachtľou premiešajte, odsajte a opakujte. Premytý produkt preneste do 25 ml kadičky a rozpustíte v 10 ml 1,0 M roztoku hydroxidu sodného (vzniká tmavomodrý roztok). Do druhej 25 ml kadičky dajte 5 ml 2,0 M roztoku kyseliny sírovej. Pomocou Pasteurovej pipety do tohto roztoku postupne pridávajte roztok tymolftaleínu rozpusteného v hydroxide sodnom. Vzniknutý tuhý produkt odsajte pomocou odsávacej banky s manžetou a fritou, preneste na filtračný papier, nechajte voľne vysušiť a odvážte. (koncentrácia 1 M znamená 1 mol.dm⁻³)

Analýza funkčnej oblasti indikátora:

Do dvoch kadičiek pripravte zvlášť 10 ml roztok 0,5 M kyseliny sírovej a 10 ml 1,0 M hydroxidu sodného. Z týchto zásobných roztokov odoberte po 1 ml roztoku, preneste ho do skúmavky, pridajte 9 ml vody a premiešajte. Zvyšok zásobného roztoku preneste do čistej skúmavky a označte ho A1 pre roztok kyseliny a B7 pre roztok NaOH. Z novo vzniknutého roztoku opäť odoberte 1 ml, preneste do ďalšej skúmavky a pridajte 9 ml vody. Pre roztok hydroxidu sodného tento postup opakujte, kým nebudete mať sedem

rôznych roztokov hydroxidu sodného a pre sériu kyseliny sírovej šesť roztokov (Tabuľka 1). Z Vášho produktu pripravte 10 ml 0,5 % roztoku v etanole. Do každej skúmavky pridajte 2 – 3 kvapky 0,5 % roztoku tymolftaleínu. Pozorujte farebné zmeny a odpovedajte na otázky v teoretických úlohách.

Tabuľka 1: Príprava roztokov pre analýzu funkčnej oblasti indikátora.

H ₂ SO ₄ séria			NaOH séria		
roztok	c/mol.dm ⁻³	pH	roztok	c/mol.dm ⁻³	pH
A1	5,00.10 ⁻¹	0	B1	1,00.10 ⁻⁶	8
A2	5,00.10 ⁻²	1	B2	1,00.10 ⁻⁵	9
A3	5,00.10 ⁻³	2	B3	1,00.10 ⁻⁴	10
A4	5,00.10 ⁻⁴	3	B4	1,00.10 ⁻³	11
A5	5,00.10 ⁻⁵	4	B5	1,00.10 ⁻²	12
A6	5,00.10 ⁻⁶	5	B6	1,00.10 ⁻¹	13
			B7	1	14

Poznámky

Počas celej práce používajte ochranné okuliare! Ak nosíte dioptrické okuliare, tie na ochranu Vašich očí postačia (kontaktné šošovky nie sú povolené). Dlhé vlasy majte zopnuté. Pri práci používajte ochranné rukavice. Pri výpočtoch používajte nasledovné relatívne atómové hmotnosti: $A_r(\text{C}) = 12$, $A_r(\text{H}) = 1$, $A_r(\text{O}) = 16$.

Výsledky uvádzajte na primeraný počet platných číslíc.

Úloha 1 (10 b)

Uveďte hmotnosť získaného produktu v gramoch.

Úloha 2 (1,0 b)

- Vypočítajte látkové množstvá reaktantov a určte, ktorá východisková látka je limitujúca pre rozsah reakcie.
- Vypočítajte teoretický výťažok produktu v gramoch a Váš výťažok v percentách.
- Vypočítajte konverziu limitujúcej východiskovej látky, ak by ste reakciu predčasne ukončili a izolovali jej 0,23 g.

Úloha 3 (1,9 b)

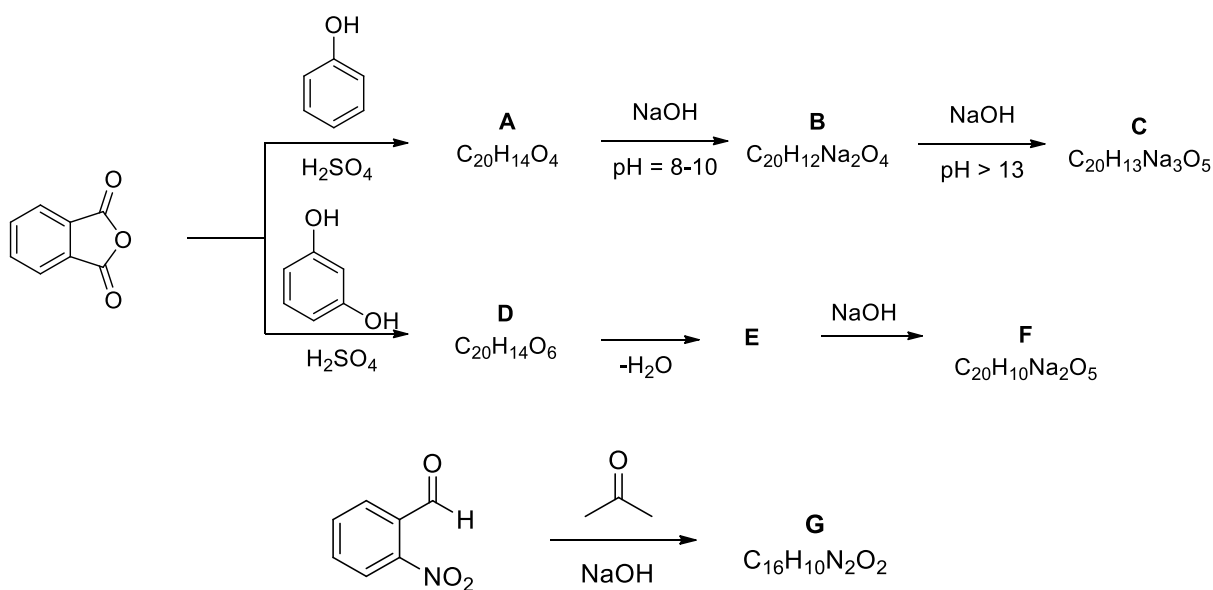
Zapíšte do nižšie uvedenej tabuľky svoje pozorovanie sfarbenia indikátora a na základe toho určte funkčnú oblasť indikátora. Taktiež určte, pri ktorom pH sa začne

prejavovať vizuálna zmena roztoku. Aký typ zlúčenín sa dá stanoviť pomocou tohto indikátora? Napíšte reakčnú schému reakcie tymolftaleínu s hydroxidom sodným, ktorá je zodpovedná za vizuálnu zmenu roztoku.

H ₂ SO ₄ séria		NaOH séria	
roztok	sfarbenie	roztok	sfarbenie
A1		B1	
A2		B2	
A3		B3	
A4		B4	
A5		B5	
A6		B6	
		B7	

Úloha 4 (2,1 b)

Vyriešte štruktúry zlúčenín **A – G**, pričom viete, že produkty **A** a **D** vznikajú analogickou reakciou ako váš produkt z praktickej časti. Produkty **B** a **F** sú vysoko konjugované systémy, ktoré sú za týchto podmienok zodpovedné za intenzívne sfarbenie ich roztokov. Zlúčenina **F** vykazuje navyše veľmi silnú fluorescenciu. Taktiež je analogický mechanizmus reakcie, kedy zaniká jeden cyklus v rámci molekuly. Naopak pri reakcii z **D** na **E** jeden nový cyklus vzniká. Zlúčenina **C** je za týchto podmienok v roztoku bezfarebná. Zlúčenina **G** predstavuje veľmi známe a rozšírené farbivo. Pri jeho príprave reagujú s acetónom dva ekvivalenty východiskovej látky.



Autori: Bc. Samuel Andrejčák, Lucia Feriancová, Ing. Jozef Sochr, PhD.

Vedúci autorského kolektívu: doc. Ing. Ján Reguli, CSc.

Recenzenti: Ing. Elena Kulichová, doc. RNDr. Peter Magdolen, PhD.

Slovenská komisia chemickej olympiády

Vydal: IUVENTA – Slovenský inštitút mládeže, Bratislava 2021
