

19. – 29. juli 2018  
Bratislava, SLOVAKIET  
Prag, TJEKKIET

---

[www.50icho.eu](http://www.50icho.eu)

## PRAKTISK PRØVE

|                       |  |
|-----------------------|--|
| Land:                 |  |
| Navn (som i dit pas): |  |
| Student code:         |  |
| Sprog:                |  |



## 50<sup>th</sup> IChO 2018

International Chemistry Olympiad  
SLOVAKIA & CZECH REPUBLIC

BACK TO WHERE IT ALL BEGAN



## Generelle retningslinjer

- Dette opgavehæfte indeholder 28 sider.
- Før I starter har I 15 minutter til at læse og forstå den praktiske prøve. **Begynd ikke på at arbejde, skrive eller beregne i denne tid, med mindre du gerne vil diskvalificeres.**
- Du må starte med prøven så snart der er blevet sagt **Start**.
- Du har **5 timer** til at færdiggøre prøven.
- Du må selv vælge rækkefølgen af opgaverne, men det anbefales at starte med opgave P1.
- Alle resultater og svar skal angives tydeligt **med kuglepen i de angivne svarfelter** i opgavehæftet. Svar angivet uden for svarboksene vil ikke blive evalueret.
- Du må ikke bruge en blyant eller tusch til at angive svar. Brug kun den udleverede kuglepen og lommeregner.
- Du har fået 3 stykker kladdepapir. Har du brug for mere, så brug bagsiderne i opgavehæftet. Husk på at **intet der står på bagsiderne i opgavehæftet vil blive evalueret.**
- **Den officielle engelske version** af eksamen er til rådighed hvis du spørger efter den, og må kun bruges til at opklare misforståelser (hvis vi nu laver en dum oversættelse, I ikke forstår).
- Hvis du ønsker at forlade laboratoriet (for at bruge toilettet, få noget at drikke eller spise), så sig det til din lab assistant. Han eller hun vil følge dig ud (men skynd dig, du har travlt).
- Du skal **følge den sikkerhedsinstruks I har modtaget**. Følger du den ikke, får du kun *en* advarsel fra din lab assistant. Bryder du endnu en regel efter en advarsel bliver du smidt ud af laboratoriet og modtager 0 point.
- Kemikalier og laboratorieudstyr, kan erstattes med mindre andet er angivet. Første utilsigtede hændelse er gratis også selvom der er mere end ét stykke udstyr. Herefter koster det 1 point ud af de i alt 40 mulige point for hver efterfølgende hændelse.
- Din lab assistant vil sige når der er 30 minutter til at prøven er slut.
- Du skal smide alt du har i hænderne når der bliver sagt **Stop**. Arbejder du videre vil der komme en lille nisse og smide dine resultater i skraldespanden, og du vil modtage 0 point.
- Efter der er sagt **Stop** vil lab assistant komme og underskrive dit svarark. Efter både du og din lab assistant har underskrevet skal svararket lægges i den udleverede kuvert, og skal afleveres sammen med dine produkter og TLC-plader.



## Laboratorieregler og sikkerhed

- Du skal have kittel på og have den knappet. Fodtøj skal dække hele foden og hælen.
- Brug altid beskyttelsesbriller eller almindelige briller når du er i laboratoriet. Du må ikke have kontaktlinser på.
- Du må ikke spise og drikke i laboratoriet. Tyggegummi er forbudt.
- Du må kun arbejde i det område du er blevet givet. Hold din plads og de fælles stationer rene og pæne.
- Du må ikke lave improvisationseksperimenter. Du må heller ikke ændre på den givne forskrift.
- Du må ikke afpipettere med munden. Brug altid den røde pipettebold.
- Rengør straks hvis du spilder eller ødelægger glasudstyr.
- Alt affald skal bortskaffes med omhu for at undgå forurening og skader. Ikke skadeligt vandopløseligt affald kan hældes i vasken. Andet affald skal bortskaffes i de angivne beholdere.



## Definition af GHS hazard statements

Vi er blevet enige om at I kan forstå engelsk så godt, at vi ikke behøver at oversætte alle GHS statements.

GHS hazard statements (H-phrases) er angivet med det tilhørende H-nummer for kemikalierne der skal bruges i forbindelse med opgaverne. Herunder er angivet hvad de respektive H-numre betyder.

### Physical hazards

- H225 Highly flammable liquid and vapour.
- H226 Flammable liquid and vapour.
- H228 Flammable solid.
- H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
- H272 May intensify fire; oxidizer.
- H290 May be corrosive to metals.

### Health hazards

- H301 Toxic if swallowed.
- H302 Harmful if swallowed.
- H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
- H311 Toxic in contact with skin.
- H312 Harmful in contact with skin.
- H314 Causes severe skin burns and eye damage.
- H315 Causes skin irritation.
- H317 May cause an allergic skin reaction.
- H318 Causes serious eye damage.
- H319 Causes serious eye irritation.
- H331 Toxic if inhaled.
- H332 Harmful if inhaled.
- H333 May be harmful if inhaled.
- H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
- H335 May cause respiratory irritation.
- H336 May cause drowsiness or dizziness.
- H351 Suspected of causing cancer.
- H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
- H371 May cause damage to organs.
- H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
- H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

### Environmental hazards

- H400 Very toxic to aquatic life.
- H402 Harmful to aquatic life.
- H410 Very toxic to aquatic life with long lasting effects.
- H411 Toxic to aquatic life with long lasting effects.
- H412 Harmful to aquatic life with long lasting effects.



## Kemikalier

### Til alle opgaver

| Kemikalier                                                                                                           | Markeret som | GHS hazard statements <sup>1</sup> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|------------------------------------|
| Demineraliseret vand i:<br>Sprøjteflaske (arbejdsbord)<br>Plastikflaske (arbejdsbord)<br>Plastikbeholder (stinkskab) | Water        | Ikke farlig                        |

### Til Opgave P1 (I den hvide kurv med mindre andet er angivet)

| Kemikalier                                                                                        | Markeret som                           | GHS hazard statements <sup>1</sup>           |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------------|
| <b>Ethanol</b> , 100 mL i sprøjteflaske (arbejdsbord)                                             | <b>Ethanol</b>                         | H225, H319                                   |
| <b>2-Acetonaphthon:</b><br>ca. 0,002 g i præparatglas, standard til TLC<br>0,500 g i præparatglas | <b>Standard A</b><br><b>Reactant A</b> | H302, H315, H319, H335,<br>H411              |
| <b>2,4-Dinitrophenylhydrazin</b> , indeholdende 33 % (w/w) vand, 0,300 g i præparatglas           | <b>DNPH</b>                            | H228, H302                                   |
| Hypochloritopløsning (Bleach), indeholdende 4,7 % <b>NaClO</b> , 13,5 mL i brun glasflaske.       | <b>Bleach</b>                          | H290, H314, H400                             |
| <b>Ethylacetat</b> , 15 mL i brun glasflaske                                                      | <b>EtOAc</b>                           | H225, H319, H336                             |
| <b>Eluent</b> til tyndtlagskromatografi, hexan/ethylacetat 4:1 (v/v), 5 mL i brun glasflaske      | <b>TLC eluent</b>                      | H225, H304, H315, H336,<br>H411 <sup>2</sup> |
| 5 % <b>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b> , vandig opløsning, 20 mL i plastikflaske                 | <b>5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b> | H319                                         |
| 20 % <b>HCl</b> , vandig opløsning, 15 mL i plastikflaske                                         | <b>20% HCl</b>                         | H290, H314, H319, H335<br>and others         |

### Til Opgave P2 (i den grønne kurv)

| Kemikalier                                                                                 | Markeret som                            | GHS hazard statements <sup>1</sup> |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|------------------------------------|
| 8 mmol/L <b>luminol</b> i 0,4 mol/L <b>NaOH</b> vandig opløsning, 50 mL i plastikflaske    | <b>Luminol in NaOH</b>                  | H290, H315, H319                   |
| 2,00 mmol/L <b>CuSO<sub>4</sub></b> vandig opløsning, 25 mL i plastikflaske                | <b>Cu</b>                               | Not hazardous                      |
| 2,00 mol/L <b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b> vandig opløsning, 12 mL i lille plastikflaske | <b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> conc.</b> | H302, H315, H318                   |
| 0,100 mol/L <b>cystein hydrochlorid</b> vandig opløsning, 12 mL i lille plastikflaske      | <b>Cys conc.</b>                        | Not hazardous                      |
| <b>Vand</b> , 50 mL i plastikflaske                                                        | <b>Water</b>                            | Not hazardous                      |

<sup>1</sup> See page 3 for the definition of the GHS hazard statements.

<sup>2</sup> The GHS hazard statements for hexanes.



### Til Opgave P3 (i den grå kurv med mindre andet er angivet)

| Kemikalier                                                                                                                    | Markeret som  | GHS hazard statements <sup>1</sup> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|------------------------------------|
| <b>Mineralvandsprøve</b> , 400 mL i plastikflaske (arbejdsbord)                                                               | <b>Sample</b> | Not hazardous                      |
| 3 mol/L <b>NH<sub>4</sub>Cl</b> / 3 mol/L <b>NH<sub>3</sub></b> opløsning i vand, 15 mL i plastikflaske                       | <b>Buffer</b> | H302, H319, H314, H400             |
| <b>NaCl</b> , fast, 10 g i plastikflaske                                                                                      | <b>NaCl</b>   | H319                               |
| <b>Eriochromsort T</b> , indikatorblanding i plastikflaske                                                                    | <b>EBT</b>    | H319                               |
| <b>Bromothymolblåt</b> , indikatorblanding i plastikflaske                                                                    | <b>BTB</b>    | H302, H315, H319                   |
| 5,965 · 10 <sup>-3</sup> mol/L <b>dinatriumethyldiamintetraacetat</b> standardopløsning, 200 mL i plastikflaske (arbejdsbord) | <b>EDTA</b>   | H302, H315, H319, H335             |
| 0,2660 mol/L <b>NaOH</b> standard opløsning, 250 mL i plastikflaske (arbejdsbord)                                             | <b>NaOH</b>   | H314                               |
| Stærk sur <b>udblødt resin på sur form</b> , (H <sup>+</sup> form), 50 mL af det udblødte materiale, vasket med vand          | <b>Catex</b>  | H319                               |

## Udstyr

### Til alle opgaver (på hylden med mindre andet er angivet)

| Delt udstyr                                                                                  | Mængde                   |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|
| Papirlommetørklæder                                                                          | 1 kasse til 2–4 personer |
| Papiraffaldskurv (tæt på vasken)                                                             | 1 til 4 personer         |
| Handsker (stinkskab)                                                                         | Nok                      |
| Personligt udstyr                                                                            |                          |
| Sikkerhedsbriller                                                                            | 1                        |
| Pipetteholder (arbejdsbord)                                                                  | 1                        |
| Pipettebold                                                                                  | 1                        |
| Bægerglas, 100 mL, med følgende: glaspind, plastikske, spatel, pincet, tusch, blyant, lineal | 1 (af hver)              |

### Til Opgave P1 (I den hvide kurv med mindre andet er angivet)

| Delt udstyr                                                                                     | Mængde                |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| UV-lampe (stinkskab)                                                                            | 1 til ca. 12 personer |
| Vakuulinje (plastikslangen ved dit arbejdsbord)                                                 | 1 til 2 personer      |
| Personligt udstyr                                                                               |                       |
| Varmeplade med omrører (arbejdsbord) med:<br>Termometer,<br>Krystallisationsskål med papirklips | 1 (hver)              |
| Stativ (arbejdsbord) med:<br>Lille klemme<br>Stor klemme                                        | 1 (hver)              |



|                                                                                      |   |
|--------------------------------------------------------------------------------------|---|
| <b>Organisk affaldsdunk</b> plastikflaske (arbejdsbord)                              | 1 |
| Åben metalring                                                                       | 1 |
| Rundbundet kolbe, 50 mL, med magnet                                                  | 1 |
| Måleglas, 10 mL                                                                      | 1 |
| Svaler                                                                               | 1 |
| Skilletragt, 100 mL med prop                                                         | 1 |
| Konisk kolbe uden slib, 50 mL                                                        | 1 |
| Konisk kolbe uden slib, 25 mL                                                        | 1 |
| Konisk kolbe med slib, 50 mL                                                         | 1 |
| Glastragt                                                                            | 1 |
| Sugekolbe, 100 mL                                                                    | 1 |
| Gummikonus til sugokolbe                                                             | 1 |
| Glasfiltertragt, porøsitet <b>S2</b> (hvid mærkning)                                 | 1 |
| Glasfiltertragt, porøsitet <b>S3</b> (orange mærkning)                               | 1 |
| Bægerglas, 50 mL, med petriglaslæg                                                   | 1 |
| Bægerglas, 150 mL                                                                    | 1 |
| TLC gradueret kapillarrør, 5 µl                                                      | 3 |
| Zippose med 5 pH indikatorpapirer og 1 pH skala                                      | 1 |
| Zippose med 2 TLC plader                                                             | 1 |
| Pasteurpipette af glas                                                               | 4 |
| Gummidut til glaspipetter                                                            | 1 |
| Præparatglas markeret <b>DNK-X B</b> til produktet fra haloform reaktion             | 1 |
| Præparatglas markeret <b>DNK-X C</b> til produktet fra reaktionen med Bradys reagens | 1 |

Til Opgave P2 (i den grønne kurv med mindre andet er angivet)

| Personligt udstyr                                                                                                                                    | Mængde |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| Stopur                                                                                                                                               | 1      |
| Digitalt termometer og et kort med dens kalibreringskonstant                                                                                         | 1      |
| Målekolbe, 50 mL                                                                                                                                     | 1      |
| Fuldpipette, 5 mL (arbejdsbord, i pipetteholder)                                                                                                     | 1      |
| Gradueret pipette, 5 mL (arbejdsbord, i pipetteholder)                                                                                               | 3      |
| Gradueret pipette, 1 mL (arbejdsbord, i pipetteholder)                                                                                               | 2      |
| Plastikflaske markeret med <b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.</b> til fortyndet opløsning af H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , 50 mL (skal selv laves) | 1      |
| Plastikflaske markeret med <b>Cys dil.</b> til fortyndet opløsning af cystein.HCl, 50 mL (skal selv laves)                                           | 1      |
| Sort testrør, 15 mL                                                                                                                                  | 1      |
| Eppendorfrør (centrifugerør), 1,5 mL                                                                                                                 | 1      |
| Plastikbæger, 25 mL                                                                                                                                  | 1      |
| Konisk kolbe, 100 mL                                                                                                                                 | 1      |



## Til Opgave P3 (i den grå kurv med mindre andet er angivet)

| Personligt udstyr                                                           | Mængde   |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------|
| Stativ (arbejdsbord) med:<br>Hvidt papir<br>Buretteklemme<br>Burette, 25 mL | 1 (each) |
| Fuldpipette, 50 mL (arbejdsbord, i pipetteholder)                           | 1        |
| Fuldpipette, 10 mL (arbejdsbord, i pipetteholder)                           | 1        |
| Glastragt                                                                   | 1        |
| Måleglas, 5 mL                                                              | 1        |
| Titreringsflaske (fladbundet rund kolbe), 250 mL                            | 2        |
| Konisk kolbe, 250 mL                                                        | 1        |
| Glasfiltertragt, porøsitet S1 (blå label)                                   | 1        |
| Bægerglas, 100 mL                                                           | 2        |
| Bægerglas, 250 mL                                                           | 1        |
| Pasteurpipette af plastik, lille åbning, ikke-gradueret                     | 2        |
| Pasteurpipette, af plastik stor åbning, gradueret                           | 1        |
| Zippose med 5 pH indikatorpapirer og 1 pH skala                             | 1        |
| Zippose med 5 stykker absorberende papir.                                   | 1        |
| <b>Affalds catex</b> plastikflaske (arbejdsbord)                            | 1        |



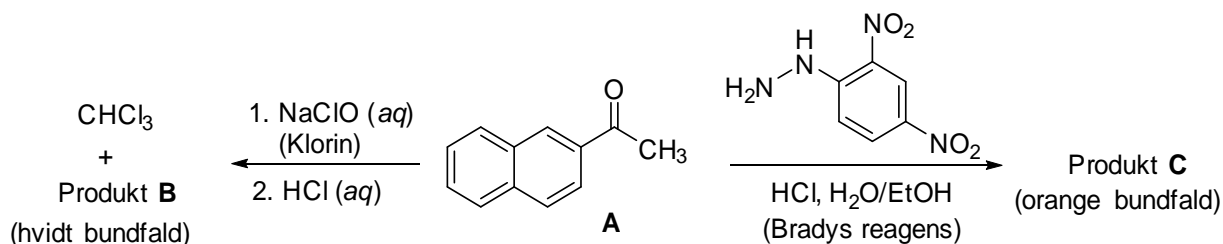


| Praktisk<br>Opgave P1 | Spørgsmål          | 1.1   | 1.2 | udbytte | smp. | Total |
|-----------------------|--------------------|-------|-----|---------|------|-------|
|                       | 14 % af det totale | Point | 4   | 16      | 20   | 10    |
|                       | Score              |       |     |         |      |       |

## Opgave P1. Haloform reaktion med klorin (hypochlorit)

Kemiske testreaktioner er udviklet for at identificere funktionelle grupper i ukendte forbindelser. I denne opgave skal du undersøge to eksempler på kemiske testreaktioner på præparativ skala startende fra (2-naphthyl)ethanon (**A**, 2-acetonaphthon):

- Haloformreaktionen er en typisk omdannelsesreaktion for methylketoner, som reagerer med en basisk opløsning af hypohalit og (efter tilsætning af syre) giver en carboxylsyre (produkt **B**) og en haloform (trihalometan).
- Reaktion mellem Bradys reagens (sur opløsning af 2,4-dinitrophenylhydrazin) med carbonylgruppen på en aldehyd eller en keton resulterer i dannelsen af et orange hydrazonebundfald (produkt **C**).



P1.1 Tegn strukturformler for produkt **B** og **C**.

|                  |                  |
|------------------|------------------|
| Produkt <b>B</b> | Produkt <b>C</b> |
|------------------|------------------|

### Noter:

- Den totale score vil blive baseret på  $R_f$ -værdier af forbindelse **A** og **B** udregnet fra den afleverede TLC plade 1 samt på kvalitet og kvantitet af de afleverede produkter **B** og **C**.
- Kvaliteten af dine produkter vil blive bedømt ud fra TLC og smeltepunkter.
- Mængden af den udleverede hypochloritopløsning er ikke tilstrækkelig til at omsætte al startmateriale **A** til produkt **B**. Resten af startmateriale **A** vil du efterfølgende udvinde ved syre-



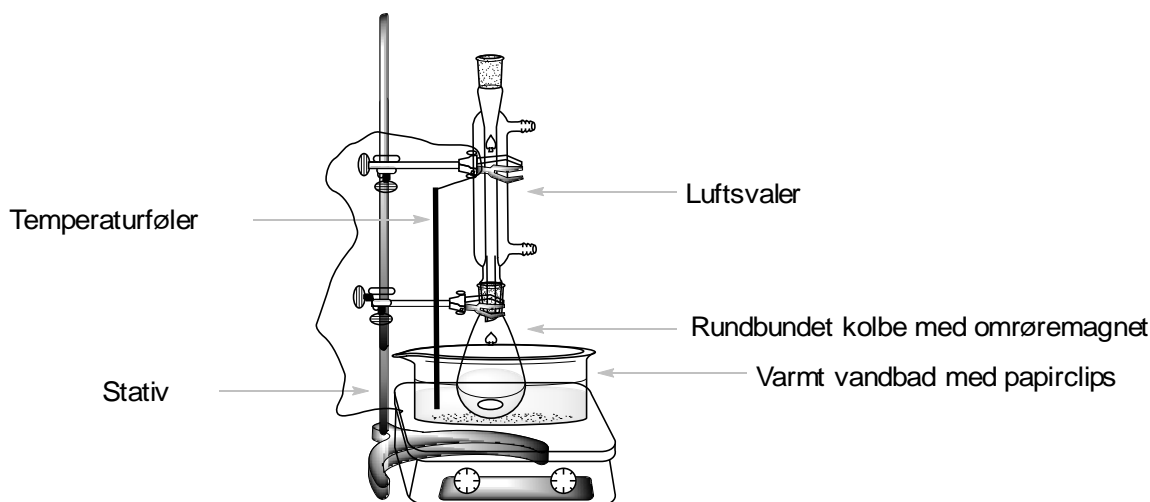
base-ekstraktion og derefter isolere det efter reaktion med Bradys reagens som den tilsvarende hydrazon. Scoren udregnes baseret på det kombinerede udbytte af produkt **B** og **C**.

## Forskrift

### I. Haloform-reaktion

1. Tænd for magnetomrøreren og sæt omrøringshastigheden på 540 rpm. Monter temperaturføleren så ledningen hviler på den øverste klemme og spidsen er godt nede i vandet, men dog lidt over bunden. Sæt temperaturen til 80 °C og tænd for varmen.
2. Overfør de 0,500 g 2-acetonaphthon fra glasset mærket **Reactant A** til en 50 mL rundbundet kolbe indeholdende en omrøremagnet. Afmål 3 mL ethanol (fra sprøjteflasken) i et måleglas og anvend det til at overføre resten af reaktant **A** kvantitativt til den rundbundede kolbe ved hjælp af en pasteurpipette af glas.
3. Monter den rundbundede kolbe i det varme vandbad. Sæt en svaler på (vandkøling er ikke nødvendig) og støt opstillingen med en stor klemme i toppen. Den øverste klemme skal ikke strammes til. Se figur 1.

Lad reaktant **A** gå i opløsning under omrøring.



Figur 1. Opstilling til at opvarme reaktionsblandingen i vandbad.

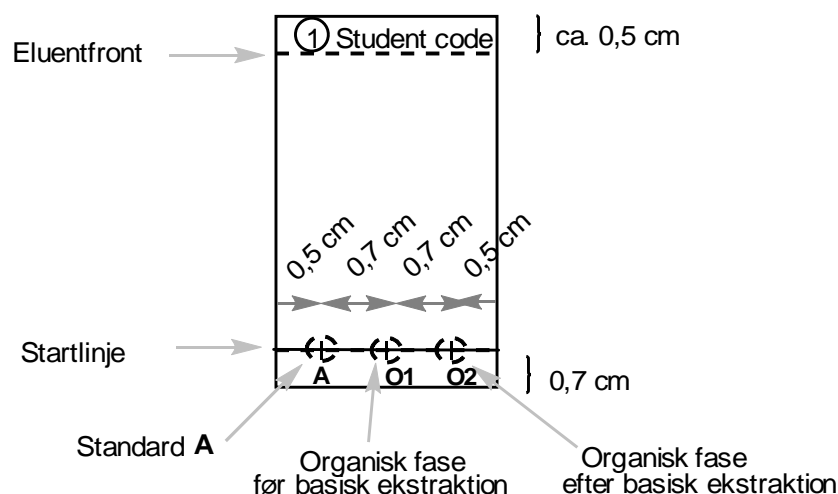
4. Lad vandbadets temperatur nå 75 °C og tilsæt derefter langsomt NaClO opløsningen (**Bleach**) til reaktionsblandingen gennem toppen af svaleren. Brug en lille glastragt. Varm blandingen under omrøring i 60 minutter ved en temperatur på 75 til 80 °C.
5. Sluk for varmen. Løsn den øverste klemme og løft kolbe og svaler ud af vandbadet. (*Pas på!* Rør kun ved klemmerne, kolben er varm). Lad reaktionsblandingen køle af i 15 minutter.

### II. Oparbejdning af reaktionsblandingen

1. Monter en skilletragt i metalringen og sæt en 50 mL konisk kolbe (uden slib) under. Ved brug af en glastragt, hæld den afkølede reaktionsblanding i skilletragten. Tag omrøremagneten op med pincetten. Afmål 5 mL ethylacetat (**EtOAc**) og anvend det portionsvis til at skylle den rundbundede kolbe efter med. Skyllevæsken opsamles med en pasteurpipette af glas og tilsættes væsken i skilletragten.



- Udfør ekstraktionen. Lad faserne skille. Opsaml den vandige fase i den 50 mL koniske kolbe (uden slib). Hæld den organiske fase fra toppen af skilletragten og over i en 25 mL konisk kolbe. Brug en lille glastragt. Husk at gemme begge faser!
- Hæld den vandige fase fra den 50 mL koniske kolbe tilbage i skilletragten. Afmål endnu en portion ethylacetat (5 mL) og gentag ekstraktionen (trin II.2). Hæld de to organiske faser sammen i den 25 mL koniske kolbe. Husk at gemme begge faser!
- Gør din TLC plade klar. Kig pladen efter inden brug. Ubrugte beskadigede plader byttes uden pointstraf, hvis du beder om det. Brug en blyant til at tegne startlinjen og marker hvor prøverne skal spottes. Skriv tallet 1 i en cirkel samt din Student code på toppen af pladen som vist på figur 2. Opløs den givne mængde 2-acetonaphton i glasset (**Standard A**) i ca. 2 mL ethanol (dette svarer ca. til en fuld pasteurpipette af glas.) Marker de 3 spotpositioner **A**, **O1** og **O2**. Spot 1  $\mu\text{l}$  (1 streg på 5  $\mu\text{l}$  kapillarrøret) af standard **A** og af den kombinerede organiske fase fra trin II.3 (**O1**). Spot **O2** kommer vi til senere.



Figur 2. Vejledning til TLC-plade

- Ekstraher den organiske fase 2 gange med 5 mL 5 %  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  opløsning. Saml den vandige fase i den samme 50 mL koniske kolbe (uden slib) som brugt til den vandige fase i foregående trin.
- Vask den organiske fase i skilletragten med 5 mL demineraliseret vand. Tilsæt den vandige fase til det kombinerede vandige ekstrakt. Hæld den organiske fase (**O2**) fra toppen af skilletragten over i en 50 mL konisk kolbe med slib. Spot 1  $\mu\text{l}$  af opløsning **O2** på din TLC plade fra trin II.4 (Plade 1).
- Udfør TLC analysen: Tag et 50 mL bægerglas og tilsæt 2 mL **TLC eluent**. Nedsænk TLC pladen forsigtigt, tildæk toppen med en petriskål og lad eluenten nå til ca. 0,5 cm under topkanten af pladen. Brug pincet til at tage TLC-pladen ud. Tegn eluent-frontlinjen og lad pladen lufttørre. Læg TLC-pladen under UV-lampen i stinkskaftet. Tegn en cirkel om alle synlige pletter med blyant. Beregn  $R_f$ -værdier for standard **A** og produkt **B**. Læg din TLC plade i en plastik zippose.

Note 1: Produkt **B** kan danne en hale på TLC-pladen. Derfor: Undgå at spotte for meget af prøven.



*Note 2:* I nogle tilfælde kan der dannes to ekstra svage pletter grundet biprodukter i de organiske faser **O1** og **O2**. Hvis det er tilfældet, så beregn  $R_f$ -værdien for de(n) mest tydelige plet(ter).

*Note 3:* Hvis den organiske fase **O2** stadig indeholder både startmateriale **A** og produkt **B**, så gentag ekstraktionen med  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  opløsningen og vandet (trin II.5 og II.6). Hvis dette var nødvendigt så udfør TLC-analysen igen på endnu en TLC-plade efter ekstraktionen og aflever denne (plade 2) som er lavet efter yderligere ekstraktion. Plade 2 skal kun indeholde pletter svarende til standard **A** og organisk fase **O2**. Marker denne TLC-plade i toppen med **2** i en cirkel samt din student code. Brug en portion frisk eluent til TLC-plade 2.

P1.2 Besvar følgende spørgsmål for din(e) TLC-plade(r).

Ud fra TLC-plade 1, beregn  $R_f$  for standard **A** og produkt **B**. Angiv resultatet med 2 decimaler.

|                                                                |                          |                          |
|----------------------------------------------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Ud fra TLC-analysen: indeholder din organiske fase <b>O1</b> : |                          |                          |
|                                                                | JA                       | NEJ                      |
| Startmateriale <b>A</b>                                        | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Produkt <b>B</b>                                               | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Ud fra TLC-analysen: indeholder din endelige fase <b>O2</b> :  |                          |                          |
|                                                                | YES                      | NO                       |
| Startmateriale <b>A</b>                                        | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Produkt <b>B</b>                                               | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Beregning af $R_f(\mathbf{A})$                                 |                          |                          |
| $R_f(\mathbf{A}) =$                                            |                          |                          |
| Beregning af $R_f(\mathbf{B})$                                 |                          |                          |
| $R_f(\mathbf{B}) =$                                            |                          |                          |

### III. Reaktion med Bradys reagens

*Pas på:* Brug handsker! Bradys reagens pletter på hud og alle overflader. Vask pletter med ethanol med det samme. Skift handsker hvis nødvendigt.

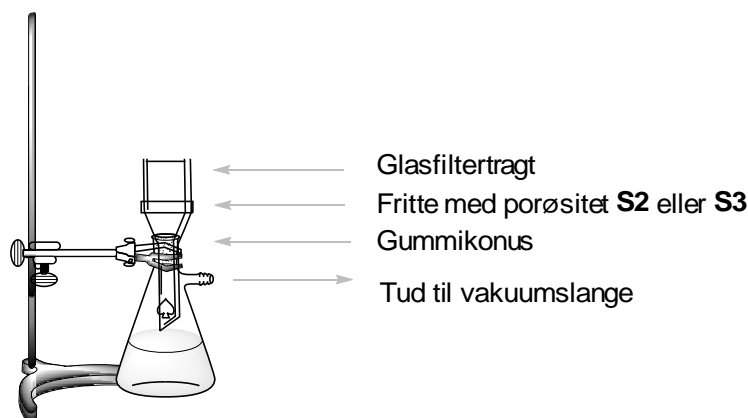
Opvarm vandbadet til 80 grader på forhånd. Læg en omrøremagnet i den 50 mL koniske kolbe med slib der indeholder den organiske fase **O2** fra trin II.6 og tilsæt 0,300 g 2,4-dinitrophenylhydrazin (**DNPH**). Afmål 10 mL ethanol i et måleglas. Overfør al **DNPH** til den koniske kolbe ved at skylle med 5 x 2 mL ethanol ved brug af en pasteurpipette af glas. Sæt den koniske kolbe i det varme vandbad og monter svaleren (skyl den liige først med ethanol inden du bruger den igen) på samme måde som opstillingen i figur 1. Tilsæt 3 mL 20% HCl gennem toppen af svaleren ved brug af tragt og omrør reaktionsblandingen i 2 minutter. Der dannes straks små orange krystaller af produkt **C**. Sluk for varmen og løft kolben op ad vandbadet. (*Pas på!* Rør kun ved klemmerne, kolben er varm). Lad reaktionsblandingen køle i 15 minutter og sæt det derefter i et koldt vandbad. Et koldt vandbad laves elegant ved at hælde koldt postevand i et 150 mL bægerglas.



#### IV. Isolering af produkter

1. Check pH af den kombinerede vandige fase fra trin II.6. Gør den sur ved at tilsætte 20 % HCl opløsning gradvist under omrøring med en glaspind (ca. 2 mL af HCl opløsningen skulle være passende), indtil pH af opløsningen er 2 (check med pH indikatorpapir hvis lasersynet svigter). Der dannes nu et hvidt bundfald af produkt **B**.
2. Sæt op til sugefiltrering (figur 3). Brug glasfiltertragt med porøsitet **S2** (med hvid markering) og fastgør det til stativet med en lille klemme. Forbind sugekolben til vakuumslangen Hæld suspensionen indeholdende produkt **B** (trin IV.1) i glasfiltertragten. Lad bundfaldet sætte sig og tænd for suget ved at dreje ventilen. (*OBS:* Kontakt din Lab assistant før og efter du bruger ventilen) Vask bundfaldet 2 gange med 6 mL demineraliseret vand. En dråbe af filtratet (opsaml en dråbe fra spidsen af tragten) skal til sidst have pH på omkring 6. Lad luft suge igennem bundfaldet i 5 minutter for at tørre produktet delvist. Tag vakuum fra. Brug spatlen til at overføre hvidt produkt B til glasset mærket **Student code B** og lad det stå utildækket på bordet til frivillig tørring. Hæld filtratet ud i vaskens afløb og vask sugekolben.

*Note:* Pas på ikke at krads i glasfiltertragten med spatlen så du undgår glaspartikler i dit produkt!



**Figur 3.** Opstilling til sugefiltrering.

3. Sæt op til sugefiltrering med en glasfiltertragt med porøsitet **S3** (med orange mærkning) på samme måde som i trin IV.2. Hæld opslemningen af produkt **C** (trin III) i glasfiltertragten, vent et minut og tænd så for suget. *OBS:* Der må ikke røres eller kradses med spatlen under filtrering og vask da bundfaldet ellers kan finde på at passere gennem filteret. Vask bundfaldet 3 gange med 5 mL ethanol (ialt 15 mL) indtil indikatorpapir anvendt på filtratet giver neutral reaktion. Lad luft suge gennem bundfaldet i 5 minutter. Tag suget fra. Brug spatlen til at overføre orange produkt C til glasset mærket **Student code C** og stil det på bordet utildækket til frivillig tørring. Filtratet overføres til flasken mærket **Organic waste**.

*Note:* Hvis produktet passerer gennem glasfilteret så filtrer opslemningen endnu en gang. Hvis det stadig passerer igennem så kontakt din lab assistant.

Din kære lab assistant vil samle de følgende ting sammen og underskrive på dit svarark:

- Glas med mærkning **Student code B** og **C** med dine produkter
- TLC plader i zipposer mærket **Student code**



**Afleverede ting og sager:**

- Produkt **B**
- Produkt **C**
- TLC-plade 1
- TLC-plade 2 (hvis nødvendig)

**Underskrifter:**

---

Student

---

Lab assistant





### Generel oversigt over forsøget

I Del I, skal du fortynde to stamopløsninger, der er udleveret som koncentrerede opløsninger. I Del II skal du måle reaktionstiderne for to forskellige sæt koncentrationer, som er angivet i tabellen herunder:

|              | Volumen i det sorte testrør |                 |          | I eppendorfrøret |                                    |
|--------------|-----------------------------|-----------------|----------|------------------|------------------------------------|
|              | Vand (Water)                | Luminol in NaOH | Cys dil. | Cu               | H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> dil. |
| Konc. sæt #1 | 3,00 mL                     | 2,50 mL         | 3,30 mL  | 0,50 mL          | 0,70 mL                            |
| Konc. sæt #2 | 3,30 mL                     | 2,50 mL         | 3,30 mL  | 0,50 mL          | 0,40 mL                            |

Det anbefales, at du starter med en testmåling inden du starter på de målinger, du ønsker bedømt. Dette er for at blive bekendt med proceduren.

Da reaktionshastigheden afhænger af temperaturen skal du måle temperaturen i alle forsøg. Temperaturen skal måles MED DET SAMME EFTER det første blå lysglimt ses.

I databehandlingen skal hver målt temperatur korrigeres ved at lægge den målte temperatur sammen med dit termometers kalibreringskonstant. Konstanten for netop dit termometer står på et stykke papir, der ligger i kurven med ting til Opgave 2.

Derefter skal den målte reaktionstid  $t(x\text{ }^\circ\text{C})$  hørende til  $x\text{ }^\circ\text{C}$  (korrigeret), konverteres til den tid  $t(25\text{ }^\circ\text{C})$ , den ville svare til ved  $25\text{ }^\circ\text{C}$ . Denne normering af reaktionstiderne til  $25\text{ }^\circ\text{C}$  er en simpel multiplikation af  $t(x\text{ }^\circ\text{C})$  med en normeringskoefficient  $n_{x \rightarrow 25}$ :

$$t(25\text{ }^\circ\text{C}) = n_{x \rightarrow 25} t(x\text{ }^\circ\text{C})$$

Værdierne for normeringskoefficienterne ved forskellige temperaturer står i tabel P2, som findes til sidst i beskrivelsen af Opgave 2.

### I. Fortynding af koncentrerede stamopløsninger

Opløsninger af H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (2,00 M) og cystein (0,100 M) er givet som koncentrerede opløsning, disse er mærket **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> conc.** og **Cys conc.** Brug en 5 mL fuld pipette og en 50 mL målekolbe til at fortynde 5,00 mL af hver opløsning til 50,00 mL (fyld op til strengen med demineraliseret vand) og gem de fortyndede opløsninger i plastikflaskerne mærket med **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.** og **Cys dil.** Vær opmærksom på, at du kun har 1 målekolbe til at lave begge fortyndinger. For at afmåle bestemte volumener af opløsninger i de næste trin, skal de graduerede fuld pipetter bruges – én til hver opløsning. 5 mL pipetterne er til opløsningerne af **Luminol in NaOH**, **Cys dil.**, og **Water**. 1 mL pipetterne er til **Cu** (2,00 mM) og **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.**





## II. Fremgangsmåden for den oscillerende reaktion

*Note:* Læs hele Del II før du begynder på forsøget.

1. Placér det sorte testrør i en konisk kolbe, så det har støtte, mens du fylder det. Brug de førnævnte pipetter til at fylde de angivne volumener af **Water**, **Luminol in NaOH** og **Cys dil.** i testrøret.
2. Placér eppendorfrøret i det lille plastikbægerglas og fyld det med de angivne volumener af **Cu**-opløsning og **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.**-opløsning.
3. **Øjeblikkeligt derefter**, anbring eppendorfrøret inde i det sorte testrør – **forsigtigt, opløsningen i eppendorfrøret må ikke blandes med væsken i det sorte rør** endnu!
4. Skru låget på det sorte testrør. Sørg for at låget er helt skruet på, da du skal ryste røret. *Advarsel: Hvis låget skrues for hårdt på, begynder det at lække.* Sker dette skal du med det samme spørge efter et nyt (husk det koster point).
5. Hav et stopur klar (parat til tidtagning) i din hånd. Samtidig med at du begynder at ryste testrøret skal tiden startes. Du skal ryste grundigt/voldsomt i *mindst* 10 sek. så de to opløsninger blandes grundigt. Det er yderst vigtigt, at du ikke skærer ned på omrystningstiden.
6. Anbring igen testrøret i den koniske kolbe, åben låget og iagttag blandingen indeni. Det kan være nødvendigt at skærme med din hånd (på grund af dagslyset). På et tidspunkt ser du et blå lysglimt – når det sker skal du stoppe tidstagningen.
7. Øjeblikkeligt herefter skal du ved hjælp af digitaltermometeret måle temperaturen. Sørg for at aflæsningen er stabil (typisk efter ca. 10-30 sek.) og anfør både reaktionstid og reaktionstemperatur.
8. Brug pincetten til at hive eppendorfrøret op af det sorte testrør. Efter hvert forsøg, tøm og vask begge rør godt og tør dem med papirservietter.

### Måledata og efterbehandling

P2.1 I nedenstående skema skal du anføre dine forsøgsdata for koncentrationssæt #1. Læg termometerets kalibreringskonstant til den målte temperatur. Slå værdien af normeringskoefficienten  $n_{x \rightarrow 25}$  op for hver temperatur i tabel P2 og beregn den normerede reaktionstid ved 25 °C. Skulle det ske at din(e) temperatur(er) ikke står i tabel P2, kan du få en værdi for  $n_{x \rightarrow 25}$  fra den laboratorieansvarlige.

*Note:* Ligesom ved en titrering hvor usikkerheden for de korrekte  $\pm 0.1$  mL, er aflæsningsusikkerheden for de korrekte reaktionstider, efter normering  $\pm 2.3$  sek. for koncentrationssæt #1. Ergo, forvent ikke målinger der ligger super tæt på hinanden

(Lav så mange forsøg, som du synes er nødvendigt, du behøver ikke udfylde hele tabellen. Der gives kun point for den accepterede værdi)



|                     | Forsøg                                                                  | Reaktionstid [s]<br>1 decimal | Målt temperatur [°C]<br>1 decimal | Korrigeret temperatur [°C]<br>1 decimal | Reaktionstid Normeret til 25 °C [s]<br>3 betydende cifre |
|---------------------|-------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| <b>Konc. sæt #1</b> | 1                                                                       |                               |                                   |                                         |                                                          |
|                     | 2                                                                       |                               |                                   |                                         |                                                          |
|                     | 3                                                                       |                               |                                   |                                         |                                                          |
|                     | Accepteret værdi af den normerede reaktionstid for koncentrationssæt #1 |                               |                                   |                                         |                                                          |

P2.2 I nedenstående skema skal du anføre dine forsøgsdata, de korrigerede temperaturer og beregne den normerede reaktionstid for koncentrationssæt #2.

*Note:* Ligesom ved en titrering hvor usikkerheden for de korrekte værdier  $\pm 0.1$  mL, er aflæsningsusikkerheden for de korrekte reaktionstider, efter normering  $\pm 3,0$  sek. for koncentrationssæt #2.

(Lav så mange forsøg, som du synes er nødvendig, du behøver ikke udfylde hele tabellen. Der gives kun point for den accepterede værdi)

|                     | Forsøg                                                                  | Reaktionstid [s]<br>1 decimal | Målt temperatur [°C]<br>1 decimal | Korrigeret temperatur [°C]<br>1 decimal | Reaktionstid Normeret til 25 °C [s]<br>3 betydende cifre |
|---------------------|-------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| <b>Konc. sæt #2</b> | 1                                                                       |                               |                                   |                                         |                                                          |
|                     | 2                                                                       |                               |                                   |                                         |                                                          |
|                     | 3                                                                       |                               |                                   |                                         |                                                          |
|                     | Accepteret værdi af den normerede reaktionstid for koncentrationssæt #2 |                               |                                   |                                         |                                                          |

P2.3 Ud fra fremgangsmåden og koncentrationerne af stamopløsningerne (specificeret i kemikalielisten og i Del I. af forskrift) beregn da koncentrationerne af henholdsvis cystein, kobber og  $H_2O_2$  i begge koncentrationssæt.

Udtryk de accepterede reaktionstider ( $t_1$  og  $t_2$ ) fra P2.1 og P2.2 i minutter og beregn de korresponderende reaktionshastigheder ( $v_1$  og  $v_2$ ). Disse skal udtrykkes som hastigheden



hvormed cysteinkoncentrationen forbruges i mM/min. Du kan antage, at hastigheden hvormed cystein forbruges er konstant under reaktionen.

Hvis du ikke kan finde svaret, skriv da følgende værdier for reaktionshastighederne; 11,50 for koncentrationssæt #1 og 5,500 for koncentrationssæt #2 (værdierne skal bruges i senere beregninger).

|              | Startkoncentrationer [mM]<br>3 betydende cifre |             |                               | Accepteret reaktionstid [min]<br>4 betydende cifre | Reaktionshastighed [mM/min]<br>4 betydende cifre |
|--------------|------------------------------------------------|-------------|-------------------------------|----------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
|              | Cystein                                        | Copper [Cu] | H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> |                                                    |                                                  |
| Konc. sæt #1 |                                                |             |                               |                                                    |                                                  |
| Konc. sæt #2 |                                                |             |                               |                                                    |                                                  |

P2.4 Antag af hastighedsudtrykket kan skrives som

$$v = k [\text{H}_2\text{O}_2]^p$$

Brug dine forsøgsdata til at beregne pseudoreaktionsordenen  $p$  af H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Angiv dit svar med 2 decimaler og vis din beregning.

Svar:  $p =$

Beregning:



Et hastighedsudtryk, der er tættere på virkeligheden, er langt mere kompliceret og ser således ud:

$$v = k_1[\text{H}_2\text{O}_2][\text{Cu}] + k_2[\text{Cu}]$$

- P2.5 Brug data fra P2.3 til at finde afhængigheden af  $v$  som funktion af  $[\text{H}_2\text{O}_2]$ . Antag at der er tale om en lineær sammenhæng og find hældning og skæring med  $y$ -aksen. Angiv begge resultater med 4 betydende cifre. Hvis du ikke kan finde svaret, skriv da værdien 11,50 ud for både  $a$  og  $b$  (til brug ved senere beregninger).

Svar (medtag ikke beregningen, men husk enheder):

$$v = a[\text{H}_2\text{O}_2] + b \quad a = \quad b =$$

- P2.6 Brug de numeriske værdier fra P2.5 til at finde hastighedskonstanterne  $k_1$  og  $k_2$ . Angiv deres værdier med 3 betydende cifre.

Svar (inklusive enheder):

$$k_1 = \quad k_2 =$$

Beregninger:



**Tabel P2.** Normeringskoefficienter  $n_{x \rightarrow 25}$  til brug ved konvertering af målte reaktionstider ved forskellige temperaturer til reaktionstider ved 25,0 °C.

| Temp, °C | Sæt #1 | Sæt #2 | Temp, °C | Sæt #1 | Sæt #2 | Temp, °C | Sæt #1 | Sæt #2 |
|----------|--------|--------|----------|--------|--------|----------|--------|--------|
| 22,0     | 0,8017 | 0,8221 | 25,7     | 1,0536 | 1,0474 | 29,4     | 1,3929 | 1,3424 |
| 22,1     | 0,8076 | 0,8274 | 25,8     | 1,0614 | 1,0543 | 29,5     | 1,4036 | 1,3515 |
| 22,2     | 0,8135 | 0,8328 | 25,9     | 1,0694 | 1,0613 | 29,6     | 1,4143 | 1,3607 |
| 22,3     | 0,8195 | 0,8382 | 26,0     | 1,0774 | 1,0684 | 29,7     | 1,4252 | 1,3700 |
| 22,4     | 0,8255 | 0,8437 | 26,1     | 1,0855 | 1,0755 | 29,8     | 1,4361 | 1,3793 |
| 22,5     | 0,8316 | 0,8492 | 26,2     | 1,0937 | 1,0827 | 29,9     | 1,4471 | 1,3888 |
| 22,6     | 0,8377 | 0,8547 | 26,3     | 1,1019 | 1,0899 | 30,0     | 1,4582 | 1,3983 |
| 22,7     | 0,8438 | 0,8603 | 26,4     | 1,1102 | 1,0972 | 30,1     | 1,4694 | 1,4078 |
| 22,8     | 0,8500 | 0,8659 | 26,5     | 1,1186 | 1,1045 | 30,2     | 1,4807 | 1,4175 |
| 22,9     | 0,8563 | 0,8715 | 26,6     | 1,1270 | 1,1119 | 30,3     | 1,4921 | 1,4272 |
| 23,0     | 0,8626 | 0,8772 | 26,7     | 1,1355 | 1,1194 | 30,4     | 1,5035 | 1,4369 |
| 23,1     | 0,8690 | 0,8829 | 26,8     | 1,1441 | 1,1268 | 30,5     | 1,5151 | 1,4468 |
| 23,2     | 0,8754 | 0,8887 | 26,9     | 1,1527 | 1,1344 | 30,6     | 1,5267 | 1,4567 |
| 23,3     | 0,8818 | 0,8945 | 27,0     | 1,1614 | 1,1420 | 30,7     | 1,5385 | 1,4667 |
| 23,4     | 0,8884 | 0,9004 | 27,1     | 1,1702 | 1,1497 | 30,8     | 1,5503 | 1,4768 |
| 23,5     | 0,8949 | 0,9063 | 27,2     | 1,1790 | 1,1574 | 30,9     | 1,5623 | 1,4869 |
| 23,6     | 0,9015 | 0,9122 | 27,3     | 1,1879 | 1,1651 | 31,0     | 1,5743 | 1,4972 |
| 23,7     | 0,9082 | 0,9182 | 27,4     | 1,1969 | 1,1730 | 31,1     | 1,5865 | 1,5075 |
| 23,8     | 0,9149 | 0,9242 | 27,5     | 1,2060 | 1,1809 | 31,2     | 1,5987 | 1,5179 |
| 23,9     | 0,9217 | 0,9303 | 27,6     | 1,2151 | 1,1888 | 31,3     | 1,6111 | 1,5283 |
| 24,0     | 0,9285 | 0,9364 | 27,7     | 1,2243 | 1,1968 | 31,4     | 1,6235 | 1,5388 |
| 24,1     | 0,9354 | 0,9425 | 27,8     | 1,2336 | 1,2049 | 31,5     | 1,6360 | 1,5495 |
| 24,2     | 0,9424 | 0,9487 | 27,9     | 1,2430 | 1,2130 | 31,6     | 1,6487 | 1,5602 |
| 24,3     | 0,9494 | 0,9550 | 28,0     | 1,2524 | 1,2212 | 31,7     | 1,6614 | 1,5709 |
| 24,4     | 0,9564 | 0,9613 | 28,1     | 1,2619 | 1,2294 | 31,8     | 1,6743 | 1,5818 |
| 24,5     | 0,9636 | 0,9676 | 28,2     | 1,2715 | 1,2377 | 31,9     | 1,6872 | 1,5927 |
| 24,6     | 0,9707 | 0,9740 | 28,3     | 1,2812 | 1,2461 | 32,0     | 1,7003 | 1,6038 |
| 24,7     | 0,9780 | 0,9804 | 28,4     | 1,2909 | 1,2545 | 32,1     | 1,7135 | 1,6149 |
| 24,8     | 0,9852 | 0,9869 | 28,5     | 1,3008 | 1,2630 | 32,2     | 1,7268 | 1,6260 |
| 24,9     | 0,9926 | 0,9934 | 28,6     | 1,3107 | 1,2716 | 32,3     | 1,7402 | 1,6373 |
| 25,0     | 1,0000 | 1,0000 | 28,7     | 1,3207 | 1,2802 | 32,4     | 1,7536 | 1,6487 |
| 25,1     | 1,0075 | 1,0066 | 28,8     | 1,3307 | 1,2889 | 32,5     | 1,7673 | 1,6601 |
| 25,2     | 1,0150 | 1,0133 | 28,9     | 1,3409 | 1,2976 | 32,6     | 1,7810 | 1,6716 |
| 25,3     | 1,0226 | 1,0200 | 29,0     | 1,3511 | 1,3064 | 32,7     | 1,7948 | 1,6833 |
| 25,4     | 1,0302 | 1,0268 | 29,1     | 1,3615 | 1,3153 | 32,8     | 1,8087 | 1,6950 |
| 25,5     | 1,0379 | 1,0336 | 29,2     | 1,3719 | 1,3243 | 32,9     | 1,8228 | 1,7068 |
| 25,6     | 1,0457 | 1,0404 | 29,3     | 1,3823 | 1,3333 | 33,0     | 1,8370 | 1,7186 |



|                                                    |           |     |     |     |     |      |              |
|----------------------------------------------------|-----------|-----|-----|-----|-----|------|--------------|
| <b>Praktisk<br/>Opgave 3</b><br>13 % af det totale | Spørgsmål | 3.1 | 3.2 | 3.3 | 3.4 | 3.5  |              |
|                                                    | Point     | 3   | 20  | 2   | 2   | 16   |              |
|                                                    | Score     |     |     |     |     |      |              |
|                                                    | Spørgsmål | 3.6 | 3.7 | 3.8 | 3.9 | 3.10 | <b>Total</b> |
|                                                    | Point     | 4   | 20  | 2   | 4   | 2    | <b>75</b>    |
|                                                    | Score     |     |     |     |     |      |              |

## Opgave P3. Mineralvandsanalyse

Der findes mange mineralvandskilder i Slovakiet. Mineralvand med en bestemt mineralsammensætning og med naturlig eller tilsat carbondioxid sælges i daglig handel. Disse mineralvandsforekomster indeholder ikke nitrit, nitrat, fosfat, fluorid eller sulfid og ej heller jern og mangan.

Massekoncentration af de vigtigste ioner angives ofte på flasken.

Din opgave er at bestemme hvilket varemærke (se tabel P3.1) din udleverede mineralvandsprøve svarer til.

*Note:* CO<sub>2</sub> er fuldstændigt fjernet fra din mineralvandsprøve.

**Tabel P3.1.** Massekoncentrationer af ioner i udvalgte slovakiske mineralvand (som det er angivet af producenten).

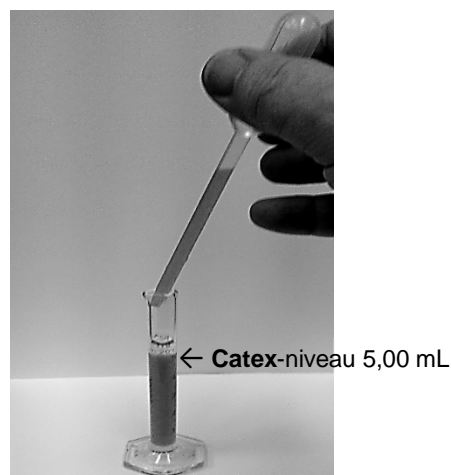
| No. | Varemærke    | Massekoncentration af ion, mg/L |                  |                 |                |                 |                               |                               |
|-----|--------------|---------------------------------|------------------|-----------------|----------------|-----------------|-------------------------------|-------------------------------|
|     |              | Ca <sup>2+</sup>                | Mg <sup>2+</sup> | Na <sup>+</sup> | K <sup>+</sup> | Cl <sup>-</sup> | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> |
| 1   | Kláštorná    | 290                             | 74               | 71              | 16             | 15              | 89                            | 1 341                         |
| 2   | Budišská     | 200                             | 50               | 445             | 50             | 25              | 433                           | 1 535                         |
| 3   | Baldovská    | 378                             | 94               | 90              | 0              | 78              | 215                           | 1 557                         |
| 4   | Santovka     | 215                             | 67               | 380             | 45             | 177             | 250                           | 1 462                         |
| 5   | Slatina      | 100                             | 45               | 166             | 40             | 104             | 168                           | 653                           |
| 6   | Fatra        | 45                              | 48               | 550             | 16             | 36              | 111                           | 1 693                         |
| 7   | Ľubovnianska | 152                             | 173              | 174             | 5              | 10              | 20                            | 1 739                         |
| 8   | Gemerka      | 376                             | 115              | 85              | 0              | 30              | 257                           | 1 532                         |
| 9   | Salvator     | 473                             | 161              | 214             | 30             | 116             | 124                           | 2 585                         |
| 10  | Brusnianska  | 305                             | 101              | 187             | 35             | 59              | 774                           | 884                           |
| 11  | Maxia        | 436                             | 136              | 107             | 18             | 37              | 379                           | 1 715                         |

**Noter:**

- Anvend de i opgaven givne symboler i dine beregninger.
- Du får udleveret en udblødt kationbytter-resin (**Catex**) på dens  $H^+$ -form. Anvend en pasteurpipette med tyk hals til at overføre den. Du kan evt. tilsætte mere demineraliseret vand til resinen, hvis det er nødvendigt (resinen må ikke tørre ud).
- Koncentrationerne af standardopløsningerne er:  
 $c(NaOH) = 0,2660 \text{ mol/L}$        $c(EDTA) = 5,965 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$

**Forskrift**

1.a Afmål 5,00 mL af catex'en i måleglasset, det skal være som på billedet (volumen  $V_1$ ). Anvend demineraliseret vand til kvantitativt at overføre catex'en til titrerkolben. Tilsæt en passende portion demineraliseret vand, så opslemningen kan omrystes og farven af væsken over catex'en tydeligt kan ses.



1.b Tilsæt 3–4 dråber af bromthymolblåt-indikator (**BTB**) og ca. 1 g (en halv skefuld) fast NaCl. Når alt NaCl er blevet opløst, titreres opslemningen med standard natriumhydroxidopløsning (volumen  $V_2$ ) til omslag fra gul til blå. Når du er tæt på ækvivalenspunktet skal du tilsætte langsomt og omryste grundigt så det, der gemmer sig inde i catex-snasket kan nå at komme ud i opløsningen. Gentag ovenstående indtil du er tilfreds med resultatet.

1.c Efter hver titrering hældes væsken over catex'en forsigtigt i vasken og resten af opslemningen overføres til **Waste catex** beholderen.

P3.1 Opskriv alle de reaktioner der foregår i trin 1. Anvend R–H som formelen for catex'en på  $H^+$  form og HInd for indikatoren.



P3.2 Noter dine resultater og din endelige værdi fra trin 1 i nedenstående tabel.

(Du behøver ikke udfylde alle rækker)

| Analyse Nr.                                   | Catex-volumen $V_1$ [mL] | NaOH-forbrug $V_2$ [mL] |
|-----------------------------------------------|--------------------------|-------------------------|
| 1                                             | 5,00                     |                         |
| 2                                             |                          |                         |
| 3                                             |                          |                         |
| Din endelige værdi $V_2$<br>4 betydende cifre |                          |                         |

P3.3 Anvend din endelige værdi af  $V_2$ , til at beregne ionbytter-volumekapaciteten  $Q_v(\text{H}^+)$  angivet i mmol/mL.

Beregning:

Hvis du ikke kan bestemme en værdi for  $Q_v(\text{H}^+)$ , så anvend 1,40 mmol/mL i de videre udregninger.

- 2.a Brug igen et måleglas til at udtage 5,00 mL af den udblødte catex (volumen  $V_3$ ). Overfør den afmålte catex kvantitativt til et 250 mL bægerglas. Ved hjælp af en fuld pipette tilsættes 50,00 mL af din vandprøve (volumen  $V_4$ ). Omryst blandingen/opslemningen med mellemrum i ca. 5 minutter. Brug en konisk kolbe som holder for glasfiltertragten (porøsitet **S1**, blå mærkning) og til at opsamle filtratet. Hæld blandingen/opslemningen på glasfiltertragten og vask med demineraliseret vand til neutral pH (check med pH-papir). Hæld filtratet i vasken.
- 2.b Anvend demineraliseret vand til kvantitativt at overføre catex'en fra tragten til titrerkolben.
- 2.c Tilsæt 3–4 dråber af bromthymolblåt-indikator og ca. 1 g (en halv skefuld) fast NaCl og titrer opslemningen med standard natriumhydroxid-opløsning (volumen  $V_5$ ) til omslag fra gul til blå. Gentag ovenstående til du er tilfreds med resultatet.
- 2.d Efter hver titrering hældes væsken over catex'en forsigtigt i vasken og resten af opslemningen overføres til **Waste catex** beholderen.







I næste trin skal du udføre en kompleksimetrisk titrering for at bestemme den samlede koncentration af  $\text{Ca}^{2+}$  og  $\text{Mg}^{2+}$  (herefter skrevet som  $\text{M}^{2+}$ ).

3. Udtag med pipette 10,00 mL (V6) af vandprøven og overfør den til en titrerkolbe og tilsæt ca. 25 mL demineraliseret vand. Juster pH ved at tilsætte 3 mL pufferopløsning. Tilsæt lidt (det der kan ligge på spidsen af spatlen) Eriochromsort T-indikator (**EBT**) og titrer med standard EDTA-opløsning til omslag fra vinrød (Château Margaux 1982) til blå (V7).

P3.7 Noter dine resultater og din endelige værdi fra trin 3 i nedenstående tabel.

(Du behøver ikke udfylde alle rækker)

| Analyse Nr.                                | Prøvevolumen V6 [mL] | EDTA-forbrug, V7 [mL] |
|--------------------------------------------|----------------------|-----------------------|
| 1                                          | 10,00                |                       |
| 2                                          |                      |                       |
| 3                                          |                      |                       |
| Din endelige værdi V7<br>4 betydende cifre |                      |                       |

P3.8 Brug din endelige værdi for V7 til at beregne den totale stofmængdekonzentration af  $\text{M}^{2+}$ -kationer i mineralvand,  $c(\text{M}^{2+})$  i mmol/L.

Beregning:

Hvis du ikke kan bestemme en værdi for  $c(\text{M}^{2+})$  så anvend 15,00 mmol/L i det videre arbejde.

4. Anvend tabel P3.2 til den næste identifikation.

P3.9 I tabel P3.2, skal du skrive dine eksperimentelt bestemte værdier fra opgave P3.6 og P3.8 og sæt et flueben (✓) alle de steder, hvor der er et tilnærmelsesvis match ( $\pm 10\%$ ) mellem de bestemte  $c(\text{M}^{2+})$  og  $c^*(\text{M}^+)$  og producentens etiket.



Tabel P3.2

| Mineralvand                   |              | Producentdata           |                      |                                                                                | Passer ca, med dit eksperiment                |                                              |
|-------------------------------|--------------|-------------------------|----------------------|--------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|----------------------------------------------|
| Nr,                           | Varemærke    | $c(M^{2+})$<br>[mmol/L] | $c(M^+)$<br>[mmol/L] | Total<br>stofmængde-<br>koncentration<br>af kationer<br>$c^+(M^+)$<br>[mmol/L] | Tilnærmel-<br>sesvis match<br>med $c(M^{2+})$ | Tilnærmel-<br>sesvis match<br>med $c^+(M^+)$ |
| Dine eksperimentelle, værdier |              |                         | XXX                  |                                                                                | XXX                                           | XXX                                          |
| 1                             | Kláštorná    | 10,30                   | 3,50                 | 24,1                                                                           |                                               |                                              |
| 2                             | Budišská     | 7,06                    | 20,63                | 34,7                                                                           |                                               |                                              |
| 3                             | Baldovská    | 13,32                   | 3,91                 | 30,5                                                                           |                                               |                                              |
| 4                             | Santovka     | 8,13                    | 17,67                | 33,9                                                                           |                                               |                                              |
| 5                             | Slatina      | 4,35                    | 8,25                 | 16,9                                                                           |                                               |                                              |
| 6                             | Fatra        | 3,11                    | 24,32                | 30,5                                                                           |                                               |                                              |
| 7                             | Ľubovnianska | 10,92                   | 7,70                 | 29,5                                                                           |                                               |                                              |
| 8                             | Gemerka      | 14,13                   | 3,70                 | 32,0                                                                           |                                               |                                              |
| 9                             | Salvator     | 18,46                   | 10,07                | 47,0                                                                           |                                               |                                              |
| 10                            | Brusnianska  | 11,79                   | 9,03                 | 32,6                                                                           |                                               |                                              |
| 11                            | Maxia        | 16,50                   | 5,11                 | 38,1                                                                           |                                               |                                              |

P3.10 Baseret på dine resultater skal du bestemme, hvilket mineralvand du har i din vandprøve. Sæt et flueben (✓) ved det mineralvand du har.

| No. |  | Varemærke | No. |  | Varemærke    |
|-----|--|-----------|-----|--|--------------|
| 1   |  | Kláštorná | 7   |  | Ľubovnianska |
| 2   |  | Budišská  | 8   |  | Gemerka      |
| 3   |  | Baldovská | 9   |  | Salvator     |
| 4   |  | Santovka  | 10  |  | Brusnianska  |
| 5   |  | Slatina   | 11  |  | Maxia        |
| 6   |  | Fatra     | 12  |  | other        |



## Replaced chemicals and equipment

| Item or incident | Penalty | Signature |               |
|------------------|---------|-----------|---------------|
|                  |         | Student   | Lab assistant |
|                  | 0 pt    |           |               |
|                  |         |           |               |
|                  |         |           |               |
|                  |         |           |               |
|                  |         |           |               |