

19th – 29th July 2018
Bratislava, SLOVAKIA
Prague, CZECH REPUBLIC

www.50icho.eu

PROBA PRACTICĂ

| | |
|-----------------------------|--|
| Țara: | |
| Nume ca în pașaport: | |
| Cod de student: | |
| Limbă: | |



50th IChO 2018

International Chemistry Olympiad
SLOVAKIA & CZECH REPUBLIC

BACK TO WHERE IT ALL BEGAN



Instrucțiuni generale

- Această probă conține 26 pagini.
- Ai 15 minute pentru citirea subiectelor înainte de începerea experimentelor. Nu lucra, scrie sau calculează în acest timp, altfel ești descalificat.
- Începe să lucrezi după ce se dă comanda **Start**.
- Ai la dispoziție 5 ore pentru efectuarea probei practice.
- Poți rezolva problemele în orice ordine, însă este recomandat să începi cu Problema P1.
- Toate rezultatele și răspunsurile trebuie scrise clar **cu stiloul/pixul în spațiul destinat de pe foile de examen**. Răspunsurile scrise în afara casuțelor de răspuns nu vor fi evaluate.
- Nu folosi creioane sau marker pentru a scrie răspunsurile. Folosește doar stiloul/pixul și calculatorul pus la dispoziție.
- Ai la dispoziție 3 foi ca ciorne. Dacă mai ai nevoie, folosește paginile verso ale foilor de examen. Nu uita că orice scrii în afara spațiilor destinate nu va fi evaluat.
- **Versiunea oficială în limba engleză** este disponibilă la cerere numai pentru clarificări.
- Dacă ai nevoie să părăsești laboratorul (pentru toaletă sau pentru apă și gustări), anunță supraveghetorul. El sau ea te va însoți.
- Regulile de securitate în muncă ale IChO **trebuie respectate**. Încălcarea regulilor de securitate ale IChO se avertizează o dată de către supraveghetor. Orice altă încălcare după o avertizare conduce la descalificare și acordarea a zero puncte pentru întreaga probă practică.
- Substanțele și sticlăria pot fi înlocuite sau reumplute fără penalizare o singură dată, dacă nu este specificat altfel. Fiecare incident ulterior conduce la penalizarea cu un punct din totalul de 40 acordat probei practice.
- Supraveghetorul anunță cu 30 de minute înainte de comanda **Stop**.
- Trebuie să te oprești din lucru imediat ce se anunță comanda **Stop**, altfel, întârzierea cu un minut sau mai mult conduce la anularea probei practice.
- După anunțarea comenzii **Stop** supraveghetorul va veni să semneze foile de examen. După ce semnați amândoi, introdu foile de examen în plic și predă lucrarea pentru evaluare împreună cu produșii și plăcuțele CSS.



Reguli de securitate în laborator

- Trebuie să porți tot timpul un halat de laborator închis. Încălțăminte trebuie să acopere întreg piciorul.
- Ochelarii de protecție sau de vedere trebuie purtați tot timpul în laborator. Lentilele de contact sunt interzise.
- În laborator, nu se mănâncă și nu se bea. Guma de mestecat este interzisă.
- Lucrează doar în spațiul destinat. Păstrați masa de lucru și cele la comun curate.
- Experimentele neautorizate sunt interzise. Nu este permisă nicio modificare a experimentelor.
- Nu pipeta cu gura. Folosește întotdeauna para.
- Curăță imediat dacă verși sau spargi ceva pe masă sau pe jos.
- Toate deșeurile trebuie aruncate la locul potrivit pentru a preveni contaminarea sau rănirea. Deșeurile apoase care nu sunt periculoase pot fi aruncate la chiuvetă. Alte deșeuri trebuie aruncate în recipientele special destinate.



Definiția frazelor de pericol GHS

Frazele de pericol GHS (fraze H) asociate cu materialele folosite sunt indicate în probleme. Însemnătatea lor este următoarea.

Pericole fizice

- H225 Lichid și vapori foarte inflamabili.
- H226 Lichid și vapori inflamabili.
- H228 Solid inflamabil.
- H271 Poate provoca un incendiu sau o explozie; oxidant puternic.
- H272 Poate agrava un incendiu; oxidant.
- H290 Poate fi corosiv pentru metale.

Pericole de sănătate

- H301 Toxic în caz de înghițire.
- H302 Nociv în caz de înghițire.
- H304 Poate fi mortal în caz de înghițire și de pătrundere în căile respiratorii.
- H311 Toxic în contact cu pielea.
- H312 Nociv în contact cu pielea.
- H314 Provoacă arsuri grave ale pielii și lezarea ochilor.
- H315 Provoacă iritarea pielii.
- H317 Poate provoca o reacție alergică a pielii.
- H318 Provoacă leziuni oculare grave.
- H319 Provoacă o iritare gravă a ochilor.
- H331 Toxic în caz de inhalare.
- H332 Nociv în caz de inhalare.
- H333 Poate fi nociv în caz de inhalare.
- H334 Poate provoca simptome de alergii sau astm sau dificultăți de respirație în caz de inhalare.
- H335 Poate provoca iritarea căilor respiratorii.
- H336 Poate provoca somnolență sau amețeală.
- H351 Susceptibil de a provoca cancer
- H361 Susceptibil de a dăuna fertilității sau fătului
- H371 Poate provoca leziuni ale organelor
- H372 Provoacă leziuni ale organelor prin expunere repetată.
- H373 Poate provoca leziuni ale organelor prin expunere prelungită sau repetată.

Pericole de mediu

- H400 Foarte toxic pentru mediul acvatic.
- H402 Nociv pentru mediul acvatic.
- H410 Foarte toxic pentru mediul acvatic cu efecte pe termen lung.
- H411 Toxic pentru mediul acvatic cu efecte pe termen lung.
- H412 Nociv pentru mediul acvatic cu efecte pe termen lung.



Substanțe

Pentru toate problemele

| Substanțe | Etichetat ca | Fraze de pericol GHS ¹ |
|---|--------------|-----------------------------------|
| Apă deionizată în: Piseta (masă) Sticlă de plastic (masă) Bidon de plastic (nișă) | Water | Fără pericole |

Pentru Problema P1 (în coșul alb dacă nu este altfel specificat)

| Substanțe | Etichetat ca | Fraze de pericol GHS ² |
|---|--|---|
| Etanol , 100 cm ³ în piseta (masă) | Ethanol | H225, H319 |
| 2-Acetonafona: ca. 0.002 g în flacon de sticlă, standard pentru CSS 0.500 g în flacon de sticlă | Standard A | H302, H315, H319, H335, H411 |
| | Reactant A | |
| 2,4-Dinitrofenilhidrazina , conținând 33% (w/w) apă, 0.300 g în flacon de sticlă | DNP | H228, H302 |
| Soluție de înălbitor conținând 4.7% NaClO , 13.5 cm ³ în flacon de sticlă culoare închisă | Bleach | H290, H314, H400 |
| Acetat de etil , 15 cm ³ în flacon de sticlă culoare închisă | EtOAc | H225, H319, H336 |
| Eluent pentru cromatografia în strat subțire, hexans/acetat de etil 4:1 (v/v), 5 cm ³ în flacon de sticlă culoare închisă | TLC eluent | H225, H304, H315, H336, H411 ³ |
| Soluție apoasă Na₂CO₃ 5%, 20 cm ³ în flacon de plastic | 5% Na₂CO₃ | H319 |
| Soluție apoasă HCl 20%, 15 cm ³ în flacon de plastic | 20%HCl | H290, H314, H319, H335 și celelalte |

Pentru Problema P2 (în coșul verde)

| Substanțe | Etichetat ca | Fraze de pericol GHS ⁴ |
|---|---|-----------------------------------|
| 8 mmol dm ⁻³ luminol în soluție apoasă NaOH 0.4 mol dm ⁻³ , 50 cm ³ în flacon de plastic | Luminol in NaOH | H290, H315, H319 |
| Soluție apoasă CuSO₄ 2.00 mmol dm ⁻³ , 25 cm ³ în flacon de plastic | Cu | Fără pericole |
| Soluție apoasă H₂O₂ 2.00 mol dm ⁻³ , 12 cm ³ în flacon de plastic | H₂O₂ conc. | H302, H315, H318 |
| Soluție apoasă clorhidrat de cisteină 0.100 mol dm ⁻³ , 12 cm ³ în flacon de plastic | Cys conc. | Fără pericole |
| Apă , 50 cm ³ în flacon de plastic | Water | Fără pericole |

¹A se vedea pagina 3 pentru definiția frazelor de pericol GHS.

²A se vedea pagina 3 pentru definiția frazelor de pericol GHS.

³Frazele de pericol GHS pentru hexan

⁴A se vedea pagina 3 pentru definiția frazelor de pericol GHS.



Pentru Problema P3 (în coșul gri dacă nu este altfel specificat)

| Substanțe | Etichetat ca | Fraze de pericol GHS ⁵ |
|--|---------------|-----------------------------------|
| Probă de apă minerală Sample of mineral water , 400 cm ³ în flacon de plastic (masă) | Sample | Fără pericole |
| 3 mol dm ⁻³ NH₄Cl / 3 mol dm ⁻³ NH₃ soluție în apă, 15 cm ³ în flacon de plastic | Buffer | H302, H319, H314, H400 |
| NaCl , solid, 10 g în flacon de plastic | NaCl | H319 |
| Eriochrome black T , amestec indicator în flacon de plastic | EBT | H319 |
| Bromothymol blue , soluție indicator în flacon de plastic | BTB | H302, H315, H319 |
| 5.965 × 10 ⁻³ mol dm ⁻³ soluție standard de tetracetat disodiuetilendiamina , 200 cm ³ în flacon de plastic (masă) | EDTA | H302, H315, H319, H335 |
| Soluție standard NaOH 0.2660 mol dm ⁻³ , 250 cm ³ în flacon de plastic (masă) | NaOH | H314 |
| Rășină schimbătoare de cationi în forma H ⁺ , 50 cm ³ material umflat spălat cu apă deionizată în flacon de plastic | Catex | H319 |

Echipament

Pentru toate problemele (pe raft dacă nu este altfel specificat)

| Echipament la comun | Cantitate |
|---|----------------------|
| Șervețele | 1 cutie pentru 2–4 |
| Coș de deșeuri de hârtie (masă, aproape de chiuveță) | 1 pentru 4 |
| Mănuși de nitril (nișă) | 1 cutie pe laborator |
| Echipament individual | |
| Ochelari de protecție | 1 |
| Stativ de pipete (masă) | 1 |
| Pară cu trei căi | 1 |
| Pahar de sticlă, 100 cm ³ , conținând baghetă de sticlă, spatulă, linguriță de plastic, pensetă, marker, creion, riglă | 1 (fiecare) |

Pentru Problema P1 (în coșul alb dacă nu este altfel specificat)

| Echipament la comun | Cantitate |
|--|---------------------|
| Lampa UV (nișă) | 1 pentru până la 12 |
| Sursă de vid (valvă de plastic pe furtun de vid, masă) | 1 pentru 2 |
| Echipament individual | |
| Plită magnetică prevăzută cu agitare (masă) cu: | 1 (fiecare) |

⁵A se vedea pagina 3 pentru definiția frazelor de pericol GHS.



| | |
|---|-------------|
| Senzor de temperatură, Cristalizor cu agrafă metalică | |
| Stativ (masă) cu: Clemă mică și mufă Clemă mare și mufă | 1 (fiecare) |
| Bidon de plastic pentru deșeuri etichetat Organic waste (masă) | 1 |
| Inel de metal deschis | 1 |
| Balon cu fund rotund, 50 cm ³ , prevăzut cu bară magnetică | 1 |
| Cilindru gradat, 10 cm ³ | 1 |
| Refrigerent ascendent | 1 |
| Pâlnie de separare, 100 cm ³ , cu dop | 1 |
| Pahar Erlenmeyer fără șlif, 50 cm ³ | 1 |
| Pahar Erlenmeyer fără șlif, 25 cm ³ | 1 |
| Pahar Erlenmeyer cu șlif, 50 cm ³ | 1 |
| Pâlnie de filtrare de sticlă | 1 |
| Vas de trompă, 100 cm ³ | 1 |
| Adaptor de cauciuc pentru filtrare la vid | 1 |
| Pâlnie de filtrare cu frită porozitate S2 (etichetă albă) | 1 |
| Pâlnie de filtrare cu frită porozitate S3 (etichetă portocalie) | 1 |
| Pahar Berzelius, 50 cm ³ , cu capac vas Petri | 1 |
| Pahar Berzelius, 150 cm ³ | 1 |
| Capilare pentru CSS 5 μl | 3 |
| Săculeț cu fermoar cu 5 fâșii de hârtie indicatoare de pH și o scală de pH | 1 |
| Săculeț cu fermoar cu 2 plăcuțe CSS | 1 |
| Pipete Pasteur de sticlă | 4 |
| Pară pentru pipete Pasteur | 1 |
| Flacon de sticlă etichetat Student code B pentru produsul reacției haloformă | 1 |
| Flacon de sticlă etichetat Student code C pentru produsul reacției cu reactiv Brady | 1 |

Pentru Problema P2 (în coșul verde dacă nu este altfel specificat)

| Echipament individual | Cantitate |
|---|-----------|
| Cronometru | 1 |
| Termometru digital cu card și constanta de calibrare | 1 |
| Balon cotat, 50 cm ³ | 1 |
| Pipetă cu bulă, 5 cm ³ (masă, în stativul de pipete) | 1 |
| Pipete gradate, 5 cm ³ (masă, în stativul de pipete) | 3 |
| Pipete gradate, 1 cm ³ (masă, în stativul de pipete) | 2 |
| Flacon de plastic etichetat cu H₂O₂ dil. pentru soluția diluată de H ₂ O ₂ , 50 cm ³ | 1 |



| | |
|--|---|
| Flacon de plastic etichetat cu Cys dil. pentru soluția diluată de clorhidrat de cisteină 50 cm ³ | 1 |
| Eprubetă neagră din plastic, 15 cm ³ | 1 |
| Tub de centrifugă fără capac, 1.5 cm ³ | 1 |
| Pahar Berzelius din plastic, 25 cm ³ | 1 |
| Pahar Erlenmeyer, 100 cm ³ | 1 |

Pentru Problema P3 (în coșul gri dacă nu este altfel specificat)

| Echipament individual | Cantitate |
|--|-------------|
| Stativ (masă) cu: Coală albă de hârtie Clemă pentru biuretă Biuretă, 25 cm ³ | 1 (fiecare) |
| Pipetă cu bulă, 50 cm ³ (masă, în stativul de pipete) | 1 |
| Pipetă cu bulă, 10 cm ³ (masă, în stativul de pipete) | 1 |
| Pâlnie de sticlă | 1 |
| Cilindru gradat, 5 cm ³ | 1 |
| Pahar de titrare (balon cu fundul plat), 250 cm ³ | 2 |
| Pahar Erlenmeyer, 250 cm ³ | 1 |
| Pâlnie de filtrare cu frită cu porozitatea S1 (etichetă albastră) | 1 |
| Pahar Berzelius de sticlă, 100 cm ³ | 2 |
| Pahar Berzelius de sticlă, 250 cm ³ | 1 |
| Pipete Pasteur din plastic mici fără gradație, | 2 |
| Pipetă Pasteur din plastic mare gradată | 1 |
| Săculeț cu fermoar cu 5 fâșii de hârtie indicatoare de pH și o scală de pH | 1 |
| Săculeț cu fermoar cu 5 fâșii de hârtie de filtru | 1 |
| Flacon de plastic pentru deșeuri etichetat Waste catex (masă) | 1 |

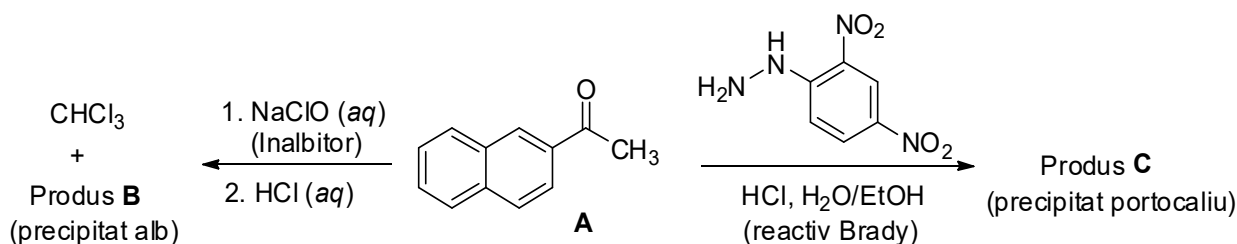


| Problema Practică P1 | Întrebare | 1.1 | 1.2 | randament | t.t. | Total |
|-------------------------|---------------|--------|-----|-----------|------|-------|
| | 14% din total | Puncte | 4 | 16 | 20 | 10 |
| | Punctaj | | | | | |

Problema P1. Reacția haloformă cu înălbitor

Reacțiile de identificare s-au dezvoltat ca o modalitate de recunoaștere a grupelor funcționale din compușii necunoscuți. În prezenta problemă, veți explora două exemple de reacții de identificare la nivel preparativ, pornind de la (2-naftil)etanona (**A**, 2-acetonaftona):

- Reacția haloformă reprezintă o transformare tipică a metilcetonelor în prezența unei soluții apoase bazice de sare a unui acid hipohalogenos, pentru a forma un acid carboxilic (produsul **B**) și o moleculă de haloform (trihalometan).
- Reacția reactivului Brady (soluție acidă de 2,4-dinitrofenilhidrazină) cu grupa carbonil a unei aldehide sau cetone conduce la formarea unei hidrazone ca precipitat portocaliu (produsul **C**).



P1.1 Scrie structurile produșilor **B** și **C**.

| | |
|-----------------|-----------------|
| Produs B | Produs C |
|-----------------|-----------------|

Note:

- Punctajul final se va baza pe valorile R_f ale compușilor **A** și **B** calculate din plăcuța CSS 1 predată și pe puritatea și cantitatea produșilor predați **B** și **C**.
- Puritatea produșilor se va nota pe baza CSS și a temperaturilor de topire.
- Cantitatea de hipoclorit pusă la dispoziție nu este suficientă pentru conversia totală a reactantului **A** în produsul **B**. Vei recupera compusul nereacționat **A** printr-o extracție acido-



bazică și izolarea după reacția cu reactivul Brady ca hidrazona **C**. Evaluarea se bazează pe randamentele combinate de obținere ale produșilor **B** și **C**.

Mod de lucru

I. Reacția haloformă

1. Pornește agitatorul și ajustează viteza la 540 rpm. Imersează senzorul de temperatură în baia de apă până aproape de fundul băii, sprijinindu-l de clema superioară și setează temperatura la 80 °C.
2. Introdu 0.500 g 2-acetonaftonă din flaconul etichetat **Reactant A** în balonul cu fund rotund de 50 cm³ prevăzut cu bară magnetică. Măsoară 3 cm³ de etanol (din pipetă) cu cilindrul gradat și folosește-l pentru a prelua cantitativ reactantul **A** cu ajutorul unei pipete Pasteur.
3. Imersează balonul cu fund rotund în baia de apă preîncălzită. Atașează refrigerentul de aer (nu este necesară conectarea la apă) și asigură-l cu clema de sus, după cum este prezentat în Figura 1. Se agită până la dizolvarea compusului **A**.

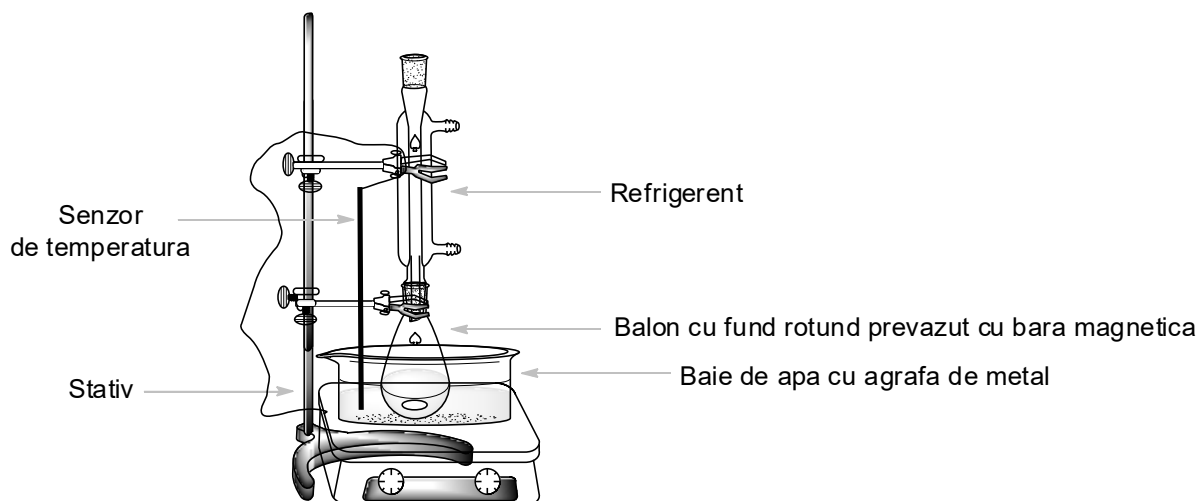


Figura 1. Instalația de încălzire a amestecului de reacție în baia de apă.

4. Când temperatura băii de apă atinge 75°C, adăugă încet în balonul de reacție toată soluția de NaClO (etichetată **Bleach**) prin partea de sus a refrigerentului, folosind o pâlnie de sticlă mică. Încălzește amestecul de reacție, sub agitare, timp de 60 de minute, menținând temperatura între 75 și 80 °C.
5. Oprește încălzirea plitei. Slăbește clema superioară și ridică balonul din baia de apă. (*Atenție!* Atinge doar clemele, balonul este fierbinte.) Lasă amestecul de reacție să se răcească timp de 15 minute.

II. Prelucrarea reacției

1. Așează pâlnia de separare în inelul metalic și asigură-te că sub ea ai plasat un pahar Erlenmeyer fără șlif, cu volum de 50 cm³. Transvazează amestecul de reacție în pâlnia de separare, folosind o pâlnie de sticlă. Îndepărtează bara magnetică cu ajutorul pensetei. Măsoară 5 cm³ de acetat de etil (etichetat **EtOAc**) și folosește acest volum pentru a prelua din balonul de reacție. Adaugă acest volum în pâlnia de separare folosind o pipetă Pasteur.



- Realizează extracția. Așteaptă să se separe straturile. Colectează stratul apos în paharul Erlenmeyer fără șlif, cu volum de 50 cm³. Folosind o pâlnie de sticlă mică, scoate stratul organic pe partea superioară a pâlniei într-un pahar Erlenmeyer, cu volum de 25 cm³. Păstrează ambele faze!
- Reintrodu faza apoasă din paharul Erlenmeyer de 50 cm³ în pâlnia de separare, folosind o pâlnie de sticlă mică, Măsoară un alt volum de 5 cm³ de acetat de etil și repetă extracția (punctul II.2). Reunește fazele organice în Erlenmeyer de 25 cm³. Păstrează ambele faze!
- Pregătește o plăcuță CSS. Verifică plăcuța înainte de folosire. Plăcuțele nefolosite pătate vor fi înlocuite la cerere fără penalizare. Desenează cu creionul linia de start și marchează pozițiile în care vei depune probele. Scrie numărul 1 încercuit și codul de student în partea de sus a plăcuței CSS, după cum este prezentat în Figura 2. Dizolvă proba de 2-acetonafonă din flacon (**Standard A**) adăugând cca. 2 cm³ etanol (aproximativ o pipetă Pasteur). Cele trei poziții se notează **A**, **O1** și **O2**. Depune 1 μl (o picătură/diviziune din capilarul de 5μl) din proba **A** și din fazele organice reunite de la punctul II.3 (**O1**). Proba **O2** o vei adăuga mai târziu.

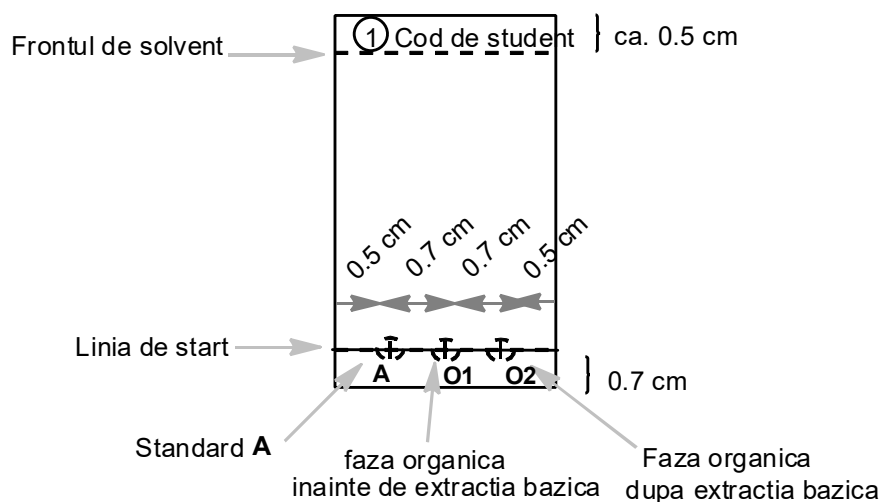


Figura 2. Instrucțiuni pentru pregătirea plăcuței CSS.

- Extrage fazele organice reunite de două ori cu câte 5 cm³ de soluție Na₂CO₃ 5%. Colectează faza apoasă în același pahar Erlenmeyer fără șlif, cu volum de 50 cm³ de la prima extracție.
- Spală faza organică din pâlnie cu 5 cm³ apă deionizată. Reunește fazele apoase. Scoate faza organică (**O2**) din pâlnie pe partea superioară într-un pahar Erlenmeyer cu șlif, cu volum de 50 cm³. Depune 1 μl din soluția **O2** pe plăcuța CSS pregătită la punctul II.4 (Plăcuța CSS 1).
- Realizează analiza CSS. Introdu cca. 2 cm³ eluent (din flaconul etichetat **TLC eluent**) în paharul Berzelius cu volum de 50 cm³. Imersează plăcuța CSS, acoperă paharul cu vasul Petri și lasă plăcuța să migreze până la aproximativ 0,5 cm de celălalt capăt. Scoate plăcuța folosind penseta, marchează frontul de solvent și așteptați să se usuce. Vizualizează sub lampa UV din nișă. Marchează cu creionul spoturile și calculează valorile R_f pentru reactantul **A** și produsul **B**. Păstrează plăcuța CSS în săculețul de plastic.



Nota 1: Produsul **B** poate lăsa coadă pe plăcuța CSS. În consecință, evită supraîncărcarea cu probă.

Nota 2: În unele cazuri, în fazele organice **O1** și **O2** pot fi observate două spoturi de produși secundari cu o intensitate foarte mică. În aceste cazuri, calculează valorile R_f pentru cel mai intens/cele mai intense spot(uri).

Nota 3: Dacă stratul organic **O2** încă conține materie primă **A** și produs **B**, repetă extracția cu soluție de Na_2CO_3 și apă (punctele II.5 și II.6). În acest caz, trebuie să predai și cea de a doua plăcuță CSS realizată după repetarea extracției (Plăcuța CSS 2), depunând doar compusul standard **A** și faza organică **O2**. Notează plăcuța cu 2 încercuit și scrie codul de student la partea superioară a plăcuței. Folosiți un eluent nou pentru dezvoltarea plăcuței CSS 2.

P1.2 Răspunde la următoarele întrebări despre plăcuțele CSS. Folosind plăcuța CSS 1, calculează valorile R_f ale standardului **A** și produsului **B**. Dă răspunsurile rotunjite la două zecimale.

| | | |
|--|--------------------------|--------------------------|
| Pe baza analizei CSS, stratul organic O1 conține: | | |
| | YES | NO |
| Materie primă A | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Produs B | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Pe baza analizei CSS, stratul organic final O2 conține: | | |
| | YES | NO |
| Materie primă A | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Produs B | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| Calcul $R_f(\mathbf{A})$ | | |
| $R_f(\mathbf{A}) =$ | | |
| Calcul $R_f(\mathbf{B})$ | | |
| $R_f(\mathbf{B}) =$ | | |

III. Reacția cu reactiv Brady

Atenție: Folosește mănuși! Reactivul Brady colorează pielea și toate suprafețele. Spală imediat petele cu etanol! Schimbă mănușile ori de câte ori este necesar.

Preîncălzește baia de apă la 80 °C. Introdu bara magnetică în faza organică **O2** de la punctul II.6 și adăugă 0,300 g 2,4-dinitrofenilhidrazină (din flaconul etichetat **DNPH**). Măsoară 10 cm³ etanol cu cilindrul gradat. Folosind o pipetă Pasteur din sticlă, spală flaconul cu porții de câte 2 cm³ etanol (5 x 2 cm³) pentru a asigura transferul complet de **DNPH** în paharul Erlenmeyer. Imersează paharul Erlenmeyer în baia de apă fierbinte, atașează refrigerentul spălat cu etanol (similar cu instalația din Figura 1). Adăugă 3 cm³ soluție HCl 20% prin partea superioară a refrigerentului, folosind o pâlnie, și agită amestecul de reacție la 80 °C, timp de 2 minute. Cristale fine portocalii de produs **C** încep să se formeze. Oprește încălzirea plitei. Ridică amestecul de reacție din baia de apă. (*Atenție!* Atinge doar clemele, paharul este fierbinte.) Așteaptă răcirea amestecului de reacție



timp de 15 minute și apoi imersează-l într-o baie de apă rece (realizată prin introducerea de apă rece în paharul Berzelius cu volum de 150 cm³).

IV. Izolarea produșilor

1. Verifică pH-ul straturilor apoase combinate la punctul. II.6. Acidulează prin adăugarea cu atenție de soluție de HCl 20%, agitând amestecul cu bagheta de sticlă (aprox. 2 cm³ soluție de HCl ar trebui să fie suficient), până la pH 2 (verifică cu hârtie de pH). Se formează un precipitat alb de produs **B**.
2. Realizează o instalație de filtrare la vid (Figura 3) folosind o pâlnie cu frită cu porozitate **S2** (cu eticheta albă) și asigură de un stativ cu o clemă. Conectează vasul de trompă la sursa de vid. Toarnă suspensia de produs **B** (punctul IV.1) în pâlnie și apoi deschide valva de vid. *Atenție:* notifică supraveghetorul înainte și după manevrarea valvei! Spală solidul de două ori cu câte 6 cm³ apă deionizată, până la pH 6 a filtratului. Așteaptă uscarea precipitatului pentru 5 minute. Deconectează sursa de vid. Folosește spatula pentru a transfera produsul alb B în flaconul etichetat **Student code B** și păstrează-l neacoperit pe masa de lucru pentru a se usca. Aruncă filtratul la chiuvetă și spală vasul de trompă.

Notă: A nu se zgâria frită pentru a impurifica produsul,

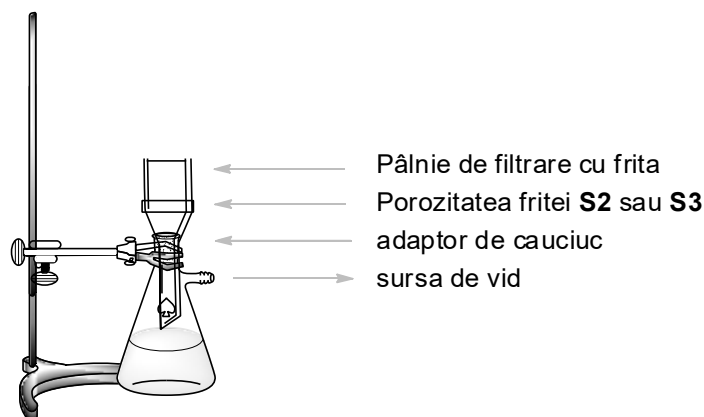


Figura 3. Instalație pentru filtrarea la vid.

3. Realizează o instalație de filtrare la vid folosind o pâlnie de sticlă cu frită cu porozitatea **S3** (cu eticheta portocalie) similar celei de la punctul IV.2. Toarnă suspensia de produs **C** (punctul III) în pâlnie, așteaptă un minut și apoi deschide valva de vid. Nu folosi spatula pentru a răscoli solidul din pâlnie în timpul filtrării și spălării, pentru a evita ca solidul să treacă prin frită. Spală precipitatul de trei ori cu câte 5 cm³ etanol (15 cm³ în total) până la pH neutru a filtratului. Așteaptă să se usuce solidul timp de 5 minute, apoi deconectează sursa de vid. Folosește spatula pentru a transfera produsul portocaliu C în flaconul etichetat **Student code C** și păstrează-l neacoperit pe masa de lucru pentru a se usca. Aruncă filtratul în recipientul etichetat **Organic waste**.

Notă: Dacă produsul trece prin frită, filtrează suspensia încă o dată. Dacă suspensia tot trece, cere ajutorul unui supraveghetor.

Supraveghetorul va prelua următoarele și va semna pe foaia de răspuns.

- Flacoane de sticlă cu produșii etichetate **Student code B** și **Student code C**.
- Plăcuțele CSS în săculeți de plastic etichetate cu codul de student.



Predat:

Probus **B**

Probus **C**

Plăcuța CSS 1

Plăcuța CSS 2 (opțional)

Semnături:

Elev

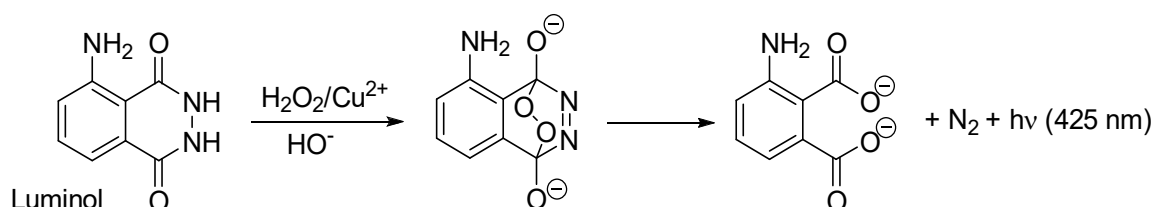
Supraveghetor



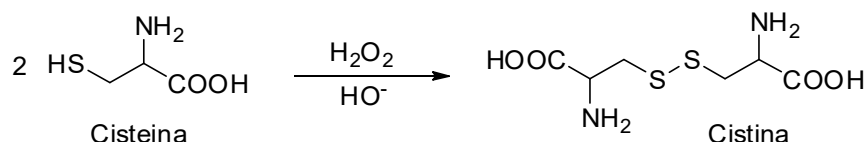
| Problema Practica P2 | Întrebare | 2.1 | 2.2 | 2.3 | 2.4 | 2.5 | 2.6 | Total |
|-------------------------|---------------|--------|-----|-----|-----|-----|-----|-------|
| | 13% din total | Puncte | 30 | 30 | 7 | 3 | 4 | 6 |
| | Punctaj | | | | | | | |

Problema P2. O reacție oscilantă (*clock reaction*) strălucitoare

Luminolul este o binecunoscută sursă de chemiluminescență. În prezența unui catalizator redox potrivit, de ex. Cu^{2+} , el poate reacționa cu agenți oxidanți, cel mai cunoscut fiind H_2O_2 , cu formare de produși în stări electronice excitate. Aceștia eliberează excesul de energie prin emisie de lumină albastră:



Acest proces poate fi transformat într-o reacție oscilantă, în care lumina apare după o anumită perioadă de inducție. Prin adăugare de cisteină, Cu(II) este redus la Cu(I) și captat sub forma unui complex Cu(I) -cisteină, care nu facilitează oxidarea luminolului. Cu toate acestea, inhibarea este numai temporară. Un ciclu de reacții alimentat de către H_2O_2 duce la oxidarea gradată a cisteinei:



În cele din urmă, toată cisteina este consumată, Cu(I) este reoxidat la Cu(II) , și activitatea sa catalitică este redobândită. Acest fapt este indicat de apariția unui *flash* de chemiluminescență albastră. Timpul necesar pentru apariția *flash*-ului poate fi utilizat pentru studiul vitezei reacției de oxidare a cisteinei, în prezența catalizatorului Cu(II) .

Mod de lucru

Atentie: Toate soluțiile și pipetele trebuie ținute departe de orice sursă de încălzire!

Schimbările rezonabile de temperatură nu reprezintă o problemă, deoarece rezultatele tale vor fi notate (punctate/evaluate) pe baza temperaturilor de reacție reale pe care le raportezi. Nu vei pierde puncte dacă datele tale sunt înregistrate la diferite temperaturi. Cu toate acestea, trebuie să eviți încălzirea excesivă, de exemplu prin plasarea soluțiilor și pipetelor lângă plită.

Notă: Raportează toate valorile cu numărul cerut de cifre semnificative sau zecimale. Rotunjirea excesivă poate face imposibilă alegerea dintre un răspuns corect și unul incorect.



Structura generală a experimentului

În Partea I, vei dilua două soluții *stock* concentrate care îți sunt furnizate. În partea a II-a vei măsura timpii de reacție ai reacției oscilante pentru două seturi diferite de concentrații, așa cum sunt definite în tabelul de mai jos

| | Volum in eprubeta neagră | | | În tubul de centrifugă | |
|---------------------|--------------------------|----------------------|----------------------|------------------------|------------------------------------|
| | Water | Luminol in NaOH | Cys dil. | Cu | H ₂ O ₂ dil. |
| Conc. set #1 | 3.00 cm ³ | 2.50 cm ³ | 3.30 cm ³ | 0.50 cm ³ | 0.70 cm ³ |
| Conc. set #2 | 3.30 cm ³ | 2.50 cm ³ | 3.30 cm ³ | 0.50 cm ³ | 0.40 cm ³ |

Se recomandă ca, înainte de a începe măsurarea datelor pe care le raportezi, să te familiarizezi cu procedeul de urmat printr-un experiment de încercare.

Întrucât viteza de reacție depinde de temperatură, trebuie să notezi temperaturile reale în toate experimentele efectuate. Temperaturile în amestecurile de reacție trebuie să fie măsurate IMEDIAT DUPĂ ce ai notat timpul de reacție necesar pentru a se produce *flash*-ul albastru.

În evaluarea datelor, fiecare temperatură înregistrată de pe *display*-ul termometrului trebuie să fie corectată prin însumarea ei cu constanta de calibrare a termometrului. Această constantă este tipărită pe o bucată de hartie din coșul alocat Problemei P2.

Apoi, fiecare timp de reacție $t(x\text{ }^\circ\text{C})$ observat la $x\text{ }^\circ\text{C}$ (corectat) trebuie convertit la timpul $t(25\text{ }^\circ\text{C})$ care ar fi observat la $25\text{ }^\circ\text{C}$. Această normalizare a timpilor de reacție la $25\text{ }^\circ\text{C}$ este o simplă multiplicare a $t(x\text{ }^\circ\text{C})$ cu coeficientul de normalizare $n_{x \rightarrow 25}$:

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

Valorile coeficienților de normalizare $n_{x \rightarrow 25}$ corespunzând diferitelor temperaturi sunt cuprinse în Tabelul P2 la sfârșitul acestei probleme.

I. Diluarea soluțiilor *stock* concentrate

Soluții concentrate de H₂O₂ (2.00 mol dm⁻³) și cisteina (0.100 mol dm⁻³) sunt puse la dispoziție în sticlule cu etichetele **H₂O₂ conc.** și **Cys conc.** Utilizând pipeta cu bula de 5 cm³ și balonul cotat de 50 cm³, diluează 5.00 cm³ din fiecare la 50.00 cm³ cu apă deionizată și păstrează soluțiile diluate în sticlulele cu etichetele **H₂O₂ dil.** și **Cys dil.**

Pentru măsurarea volumelor soluțiilor în următoarele etape, atribuie câte o pipetă gradată pentru fiecare sticlulă. Pipetele de 5 cm³ sunt pentru **Luminol in NaOH**, **Cys dil.**, și **Water**. Pipetele de 1 cm³ sunt pentru **Cu** (2.00 mmol dm⁻³) și **H₂O₂ dil.**

II. Mod de lucru pentru reacția oscilantă

Notă: Citește întreaga secțiune II cu atenție, înainte de a începe experimentul.

- Plasează eprubeta neagră în interiorul unui flacon Erlenmeyer care servește drept suport. Utilizând pipetele atribuite, încarcă eprubeta cu volumele prescrise de **Water**, **Luminol in NaOH** și soluție **Cys dil.**



- Plasează tubul mic de centrifugă în interiorul paharului mic de plastic și încarcă-l cu volumele prescrise de soluții **Cu** și **H₂O₂ dil.**
- Imediat** introdu tubul mic de centrifugă în interiorul eprubetei negre, **cu grijă** pentru a nu amesteca cele două soluții!
- Închide eprubeta cu un dop cu filet. Asigură-te că eprubeta este închisă bine, pentru că o vei agita. **Atenție! Nu forța dopul pentru închidere**, întrucât lichidul din eprubetă începe să se scurgă. Dacă aceasta se întâmplă, trebuie să ceri imediat o nouă eprubetă (vei fi penalizat).
- Fii pregătit în mână cu cronometrul (*timing mode*). În momentul în care începi să agiți eprubeta, începe să cronometrezi. Trebuie să agiți viguros primele 10 secunde, astfel încât soluțiile să se amestece perfect. Este foarte important să nu reduci timpul de agitare!
- Pune la loc eprubeta în flaconul Erlenmeyer, deschide capacul și privește soluția din interior de aproape. Pentru a vedea mai bine, folosește mâna pentru a ecrana lumina de afară. În cele din urmă, vei vedea un *flash* de lumină albastră în întreaga soluție. În acest moment, oprește cronometrul.
- Introdu imediat tija termometrului digital în eprubeta neagră. Așteapta pentru stabilizarea citirii (10–30 s) și notează timpul de reacție și temperatura de reacție.
- Utilizând penseta, scoate tubul mic de centrifuga din eprubeta neagră. După fiecare experiment, golește și spală ambele eprubete și usucă-le cu servetele de hârtie.

Măsurarea datelor și evaluarea lor

P2.1 În tabelul următor înregistrează rezultatele tale experimentale pentru setul de concentrație #1. La temperatura afișată adaugă constanta de calibrare a termometrului. Caută valorile coeficienților de normalizare $n_{x \rightarrow 25}$ pentru fiecare temperatură în Tabelul P2 și calculează timpii de reacție normalizați la 25 °C. În cazul puțin probabil când temperaturile tale nu se găsesc în Tabelul P2, cere valorile pentru $n_{x \rightarrow 25}$ de la asistentul de laborator.

Nota: La fel ca în cazul titrării, toleranța pentru valorile corecte este $\pm 0.1 \text{ cm}^3$; toleranța pentru valorile corecte ale timpilor normalizați pentru setul de concentrație #1 este $\pm 2.3 \text{ s}$.

(Efectuează atâtea experimente câte consideri necesare, nu este nevoie să completezi toate rândurile. Se vor acorda puncte numai pentru valorile acceptate)

| | Experiment | Timp de reacție [s] 1 zecimala | Temperatura afișată [°C] 1 zecimala | Temperatura corectată [°C] 1 zecimala | Timpul de reacție normalizat la 25 °C [s] 3 cifre semnificative |
|---------------------|---|-----------------------------------|--|--|--|
| Conc. set #1 | 1 | | | | |
| | 2 | | | | |
| | 3 | | | | |
| | Valoarea acceptată a timpului de reacție normalizat pentru setul de concentrație #1 | | | | |



P2.2 În tabelul următor, înregistrează datele tale experimentale, temperatura corectată și calculează timpii de reacție normalizați la 25 °C pentru setul de concentrație #2.

Nota: La fel ca în cazul titrării, toleranța pentru valorile corecte este $\pm 0.1 \text{ cm}^3$; toleranța pentru valorile corecte ale timpilor normalizați pentru setul de concentrație #2 este $\pm 3.0 \text{ s}$.

(Efectuează atâtea experimente (*replicates*) câte consideri necesare, nu este nevoie să completezi toate rândurile. Se vor acorda puncte numai pentru valorile acceptate)

| | Experimente | Timp de reacție [s] 1 zecimală | Temperatura afișată [°C] 1 zecimală | Temperatura corectată [°C] 1 zecimală | Timpul de reacție normalizat la 25 °C [s] 3 cifre semnificative |
|---------------------|---|-----------------------------------|--|--|--|
| Conc. set #2 | 1 | | | | |
| | 2 | | | | |
| | 3 | | | | |
| | Valoarea acceptată a timpului de reacție normalizat pentru setul de concentrație #2 | | | | |

P2.3 Bazându-te pe procedura descrisă și pe concentrațiile soluțiilor *stock* specificate în lista de reactivi și în Partea I a modului de lucru), calculează concentrațiile inițiale ale cisteinei, cuprului și H_2O_2 în ambele seturi de concentrație.

Exprimă valorile acceptate pentru timpii de reacție (t_1 și t_2) de la P2.1 și P2.2 în minute și calculează valorile corespunzătoare ale vitezei de reacție (v_1 și v_2), exprimate ca viteze ale consumului de cisteină, în $\text{mmol dm}^{-3} \text{ min}^{-1}$. Poți să asumi că viteza consumării cisteinei în timpul reacției este constantă.

Dacă nu poți găsi răspunsul, scrie valoarea 11,50, care va fi utilizată în calculele următoare.

| | Concentrații inițiale [mmol dm^{-3}] 3 cifre semnificative | | | Timp de reacție acceptat [min] 4 cifre semnificative | Viteza de reacție [$\text{mmol dm}^{-3} \text{ min}^{-1}$] 4 cifre semnificative |
|---------------------|---|-------------|------------------------|--|--|
| | Cysteine | Copper [Cu] | H_2O_2 | | |
| Conc. set #1 | | | | | |
| Conc. set #2 | | | | | |

P2.4 Presupunând că viteza de reacție poate fi exprimată ca:

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

Utilizează datele tale experimentale pentru a calcula ordinul parțial de reacție p față de H_2O_2 . Scrie răspunsul cu două zecimale și arată modul de calcul.



Răspuns: $p =$

Calcul:

O expresie a vitezei de reacție pentru consumul cisteinei care este mai aproape de realitate este mai complicată și are următoarea formă:

$$v = k_1/[H_2O_2]/[Cu] + k_2/[Cu]$$

P2.5 Utilizând datele de la P2.3, evaluează dependența v de $[H_2O_2]$ ca o funcție liniară pentru a găsi panta și ordonata la origine. Scrie ambele rezultate cu 4 cifre semnificative. Dacă nu poți găsi răspunsul, utilizează valoarea 11.50 pentru calculele ulterioare ale lui a și b :

Răspunsuri (nu include calculele, dar include unitățile):

$$v = a/[H_2O_2] + b$$

$$a =$$

$$b =$$

P2.6 Utilizează valorile numerice de la P2.5 pentru a evalua constantele de viteză k_1 și k_2 . Scrie valorile lor cu 3 cifre semnificative.

Răspunsuri (incluzând unitățile):

$$k_1 =$$

$$k_2 =$$

Calcul:



Tabel P2. Coeficienții de normalizare $n_{x \rightarrow 25}$ pentru convertirea timpilor de reacție măsurați la variate temperaturi la timpi reprezentând reacțiile la 25.0 °C

| Temp. °C | Set #1 | Set #2 |
|----------|--------|--------|
| 22.0 | 0.8017 | 0.8221 |
| 22.1 | 0.8076 | 0.8274 |
| 22.2 | 0.8135 | 0.8328 |
| 22.3 | 0.8195 | 0.8382 |
| 22.4 | 0.8255 | 0.8437 |
| 22.5 | 0.8316 | 0.8492 |
| 22.6 | 0.8377 | 0.8547 |
| 22.7 | 0.8438 | 0.8603 |
| 22.8 | 0.8500 | 0.8659 |
| 22.9 | 0.8563 | 0.8715 |
| 23.0 | 0.8626 | 0.8772 |
| 23.1 | 0.8690 | 0.8829 |
| 23.2 | 0.8754 | 0.8887 |
| 23.3 | 0.8818 | 0.8945 |
| 23.4 | 0.8884 | 0.9004 |
| 23.5 | 0.8949 | 0.9063 |
| 23.6 | 0.9015 | 0.9122 |
| 23.7 | 0.9082 | 0.9182 |
| 23.8 | 0.9149 | 0.9242 |
| 23.9 | 0.9217 | 0.9303 |
| 24.0 | 0.9285 | 0.9364 |
| 24.1 | 0.9354 | 0.9425 |
| 24.2 | 0.9424 | 0.9487 |
| 24.3 | 0.9494 | 0.9550 |
| 24.4 | 0.9564 | 0.9613 |
| 24.5 | 0.9636 | 0.9676 |
| 24.6 | 0.9707 | 0.9740 |
| 24.7 | 0.9780 | 0.9804 |
| 24.8 | 0.9852 | 0.9869 |
| 24.9 | 0.9926 | 0.9934 |
| 25.0 | 1.0000 | 1.0000 |
| 25.1 | 1.0075 | 1.0066 |
| 25.2 | 1.0150 | 1.0133 |
| 25.3 | 1.0226 | 1.0200 |
| 25.4 | 1.0302 | 1.0268 |
| 25.5 | 1.0379 | 1.0336 |
| 25.6 | 1.0457 | 1.0404 |

| Temp. °C | Set #1 | Set #2 |
|----------|--------|--------|
| 25.7 | 1.0536 | 1.0474 |
| 25.8 | 1.0614 | 1.0543 |
| 25.9 | 1.0694 | 1.0613 |
| 26.0 | 1.0774 | 1.0684 |
| 26.1 | 1.0855 | 1.0755 |
| 26.2 | 1.0937 | 1.0827 |
| 26.3 | 1.1019 | 1.0899 |
| 26.4 | 1.1102 | 1.0972 |
| 26.5 | 1.1186 | 1.1045 |
| 26.6 | 1.1270 | 1.1119 |
| 26.7 | 1.1355 | 1.1194 |
| 26.8 | 1.1441 | 1.1268 |
| 26.9 | 1.1527 | 1.1344 |
| 27.0 | 1.1614 | 1.1420 |
| 27.1 | 1.1702 | 1.1497 |
| 27.2 | 1.1790 | 1.1574 |
| 27.3 | 1.1879 | 1.1651 |
| 27.4 | 1.1969 | 1.1730 |
| 27.5 | 1.2060 | 1.1809 |
| 27.6 | 1.2151 | 1.1888 |
| 27.7 | 1.2243 | 1.1968 |
| 27.8 | 1.2336 | 1.2049 |
| 27.9 | 1.2430 | 1.2130 |
| 28.0 | 1.2524 | 1.2212 |
| 28.1 | 1.2619 | 1.2294 |
| 28.2 | 1.2715 | 1.2377 |
| 28.3 | 1.2812 | 1.2461 |
| 28.4 | 1.2909 | 1.2545 |
| 28.5 | 1.3008 | 1.2630 |
| 28.6 | 1.3107 | 1.2716 |
| 28.7 | 1.3207 | 1.2802 |
| 28.8 | 1.3307 | 1.2889 |
| 28.9 | 1.3409 | 1.2976 |
| 29.0 | 1.3511 | 1.3064 |
| 29.1 | 1.3615 | 1.3153 |
| 29.2 | 1.3719 | 1.3243 |
| 29.3 | 1.3823 | 1.3333 |

| Temp. °C | Set #1 | Set #2 |
|----------|--------|--------|
| 29.4 | 1.3929 | 1.3424 |
| 29.5 | 1.4036 | 1.3515 |
| 29.6 | 1.4143 | 1.3607 |
| 29.7 | 1.4252 | 1.3700 |
| 29.8 | 1.4361 | 1.3793 |
| 29.9 | 1.4471 | 1.3888 |
| 30.0 | 1.4582 | 1.3983 |
| 30.1 | 1.4694 | 1.4078 |
| 30.2 | 1.4807 | 1.4175 |
| 30.3 | 1.4921 | 1.4272 |
| 30.4 | 1.5035 | 1.4369 |
| 30.5 | 1.5151 | 1.4468 |
| 30.6 | 1.5267 | 1.4567 |
| 30.7 | 1.5385 | 1.4667 |
| 30.8 | 1.5503 | 1.4768 |
| 30.9 | 1.5623 | 1.4869 |
| 31.0 | 1.5743 | 1.4972 |
| 31.1 | 1.5865 | 1.5075 |
| 31.2 | 1.5987 | 1.5179 |
| 31.3 | 1.6111 | 1.5283 |
| 31.4 | 1.6235 | 1.5388 |
| 31.5 | 1.6360 | 1.5495 |
| 31.6 | 1.6487 | 1.5602 |
| 31.7 | 1.6614 | 1.5709 |
| 31.8 | 1.6743 | 1.5818 |
| 31.9 | 1.6872 | 1.5927 |
| 32.0 | 1.7003 | 1.6038 |
| 32.1 | 1.7135 | 1.6149 |
| 32.2 | 1.7268 | 1.6260 |
| 32.3 | 1.7402 | 1.6373 |
| 32.4 | 1.7536 | 1.6487 |
| 32.5 | 1.7673 | 1.6601 |
| 32.6 | 1.7810 | 1.6716 |
| 32.7 | 1.7948 | 1.6833 |
| 32.8 | 1.8087 | 1.6950 |
| 32.9 | 1.8228 | 1.7068 |
| 33.0 | 1.8370 | 1.7186 |



| | | | | | | | |
|---|-----------|-----|-----|-----|-----|------|--------------|
| Problema practică 3 13% din total | Întrebare | 3.1 | 3.2 | 3.3 | 3.4 | 3.5 | |
| | Puncte | 3 | 20 | 2 | 2 | 16 | |
| | Punctaj | | | | | | |
| | Întrebare | 3.6 | 3.7 | 3.8 | 3.9 | 3.10 | Total |
| | Puncte | 4 | 20 | 2 | 4 | 2 | 75 |
| | Punctaj | | | | | | |

Problema P3. Identificarea apei minerale

În Slovacia sunt înregistrate multe izvoare de apă minerală și termală. Apele minerale cu o compoziție echilibrată și naturale sau cu un conținut de dioxid de carbon modificat sunt comercializate pentru consumul zilnic. Aceste ape nu conțin azotiți, azotați, fosfați, fluoruri și sulfuri și sunt, de asemenea, fără fier și mangan.

Concentrația de masă a celor mai importanți ioni este prezentată pe etichetă.

Sarcina ta este să identifici *brand*-ul comercial (din Tabelul P3.1) al probei tale de apă minerală.

Notă: CO₂ a fost eliminat din probă.

Tabelul P3.1. Concentrațiile de masă ale ionilor în apele minerale slovace selectate. (Conform datelor furnizorilor.)

| Nr. | Brand-ul comercial | Concentrația de masă a ionilor, mg dm ⁻³ | | | | | | |
|-----|--------------------|---|------------------|-----------------|----------------|-----------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | | Ca ²⁺ | Mg ²⁺ | Na ⁺ | K ⁺ | Cl ⁻ | SO ₄ ²⁻ | HCO ₃ ⁻ |
| 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 |

**Note:**

- Utilizează simbolurile prescrise în notațiile de calcul.
- Ai la dispoziție o rășină schimbătoare de cationi (**Catex**) în forma H^+ . Utilizează o pipetă Pasteur mare pentru a o transfera. Poți adăuga la rășină mai mult apă deionizată dacă este necesar (nu trebuie să fie uscată).
- Concentrațiile soluțiilor standard:
 $c(NaOH) = 0.2660 \text{ mol dm}^{-3}$ $c(EDTA) = 5.965 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$

Mod de lucru

- 1.a Măsoară $5,00 \text{ cm}^3$ de catex cu cilindrul gradat (volumul V_1). Apoi, folosind apă deionizată, transferă cantitativ catexul într-un pahar de titrare. Adaugă o cantitate adecvată de apă deionizată, astfel încât suspensia să poată fi bine agitată și să poți observa culoarea soluției peste catex.
- 1.b Adaugă 3-4 picături de indicator albastru de bromthymol (**BTB**) și aproximativ 1 g (jumătate de spatulă) de NaCl solidă. Când NaCl se dizolvă, se titrează toată suspensia cu soluție standardizată de hidroxid de sodiu (volumul V_2) de la galben la albastru. În apropierea punctului de echivalență, se titrează încet și se rotește bine, astfel încât orice analit din interiorul scheletului icatex să poată difuza în soluție. Repetă experimentul, dacă este necesar.
- 1.c După titrare, se decantează și varsă cea mai mare parte din soluția apoasă de deasupra catexului din paharul de titrare și transferă suspensia în vasul pentru deșeuri catex (**Waste catex**).
- P3.1 Scrie toate ecuațiile reacțiilor chimice care apar în etapa 1. Utilizează R-H ca formulă pentru catex în forma H^+ și HInd pentru indicator.



P3.2 Scrie în tabel valorile experimentale și acceptate de la etapa 1.

(Nu trebuie să completezi toate liniile.)

| Analiza No. | Volumul Catex V1 [cm ³] | NaOH consumat V2 [cm ³] |
|--|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 1 | 5.00 | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| Valoarea acceptată V2 4 cifre semnificative | | |

P3.3 Utilizând valoarea acceptată V2, calculează capacitatea volumetrică de schimb ionic (the ion exchange volume capacity) $Q_V(\text{H}^+)$ în mmol cm^{-3} .

Calcule:

Dacă nu ai putut determina valoarea $Q_V(\text{H}^+)$, utilizează $1,40 \text{ mmol cm}^{-3}$ pentru calculele următoare.

2.a Folosind un cilindru gradat, măsoară $5,00 \text{ cm}^3$ din catexul umflat (volumul V3). Transferă cantitativ catexul măsurat în paharul de 250 cm^3 . Folosind o pipetă, adaugă $50,00 \text{ cm}^3$ din probă (volumul V4). Agită amestecul, prin rotire, din când în când timp de aproximativ 5 minute. Utilizează paharul Erlenmeyer ca suport pentru pâlnie și colectează filtratul. Apoi, filtrează catexul printr-o pâlnie cu frită (porozitatea S1) și spală-l cu apă deionizată până la pH neutru (verifică folosind hârtie de pH). Aruncă filtratul.

2.b Utilizând apă deionizată, transferă cantitativ catexul din pâlnie într-un pahar de titrare.

2.c Adaugă 3–4 picături de indicator albastru de bromothymol și aproximativ 1 g (jumătate de spatulă) de NaCl solid și titrează suspensia cu soluție de hidroxid de sodiu standardizată (volum V5) de la galben la albastru. Repetă experimentul, dacă este nevoie.

2.d După titrare, se decantează și se varsă cea mai mare parte din soluția apoasă de deasupra catexului din paharul de titrare, prin transferarea suspensiei în recipientul cu deșeuri (**Waste catex**).

P3.4 Notează mai jos ecuațiile pentru reacțiile de schimb ionic. Ionii monovalenți și divalenți trebuie să fie notați M^+ , respectiv M^{2+} .



P3.5 Scrie valorile experimentale și acceptate la etapa 2 în tabel.

(Nu trebuie să completezi toate rândurile.)

| Nr. analiza | Volum de Catex V_3 [cm ³] | Volum de probă V_4 [cm ³] | NaOH consumat V_5 [cm ³] |
|--|--|--|---|
| 1 | 5.00 | 50.00 | |
| 2 | | | |
| 3 | | | |
| Valoare acceptată V_5 4 cifre semnificative | | | |

P3.6 Consideră că toți ionii din soluția ta sunt M^+ . Pentru valoarea acceptată pentru V_5 , calculează concentrația molară de cationi (exprimată în concentrație molară M^+) în 1 dm³ de apă minerală. Arată calculele pentru concentrația echivalentă totală a cationilor, $c^*(M^+)$ în mmol dm⁻³.

Calcule:

Dacă nu ai putut să determini valoarea $c^*(M^+)$, utilizează 35,00 mmol dm⁻³ pentru determinările următoare.



În etapa următoare, vei efectua o analiză complexometrică pentru a determina concentrația totală de Ca^{2+} și Mg^{2+} (denumită în continuare M^{2+}).

3. Pipetează $10,00 \text{ cm}^3$ (V6) de probă în paharul de titrare și adaugă aproximativ 25 cm^3 de apă deionizată. Reglează pH-ul adăugând 3 cm^3 de soluție tampon. Adaugă indicator Eriochrom negru T (EBT, un vârf de spatulă) și titrează cu soluția standard de EDTA de la roșu-vin la albastru (V7).

P3.7 Introdu în tabel valorile experimentale și acceptate din etapa 3.

(Nu trebuie să completezi toate rândurile.)

| Nr. analiză | Volumul de probă V6 [cm^3] | EDTA consumat, V7 [cm^3] |
|---|--|--|
| 1 | 10,00 | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| Valoare acceptată V7 4 cifre semnificative | | |

P3.8 Pentru volumul acceptat V7, calculează concentrația molară a cationilor M^{2+} din apa minerală, $c(\text{M}^{2+})$, în mmol dm^{-3} .

Calcule:

Dacă nu poți să determini valoarea $c(\text{M}^{2+})$, utilizează $15,00 \text{ mmol dm}^{-3}$ pentru soluțiile următoare.

4. Utilizează Tabelul P3.2 în următoarea procedură de identificare.

P3.9 În Tabelul P3.2, scrie valorile experimentale găsite la problemele P3.6 și P3.8 și bifează (✓) toate liniile care se potrivesc aproximativ ($\pm 10\%$) parametrilor aflați pentru $c(\text{M}^{2+})$ și $c^*(\text{M}^+)$ cu valorile din tabel.



Tabel P3.2

| Apă minerală | | Datele furnizorilor | | | Potrivire cu datele experimentului | |
|-----------------------------|-----------------|---|--------------------------------------|---|------------------------------------|--------------------------------|
| No. | Brand comercial | $c(M^{2+})$ [mmol dm ⁻³] | $c(M^+)$ [mmol dm ⁻³] | Concentrația echivalentă totală a cationilor $c^+(M^+)$ [mmol dm ⁻³] | Conformitate Pentru $c(M^{2+})$ | Conformitate Pentru $c^+(M^+)$ |
| Valorile tale experimentale | | | 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 Pe baza rezultatelor tale, decide care apă minerală este proba ta. Bifează (✓) numărul (numerele) corespunzătoare al (a) apei (apelor) minerale.

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



Substanțe și echipamente înlocuite

| Item sau incident | Penalizare | Semnătura | |
|-------------------|------------|-----------|---------------|
| | | Elev | Supraveghetor |
| | 0 pt | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |