

PRAKTIČNI ISPIT



Making science together!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

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

Opće upute

- Test ima 27 stranica.
- Prije početka praktičnog dijela ispita pročitajte upute. Imate na raspolaganju 15 minuta za čitanje. Za to vrijeme smijete samo čitati, **ništa zapisivati niti koristiti kalkulator**.
- Počnite s radom nakon znaka **Start**. Na raspolaganju imate **5 sati**.
- Možete raditi pokuse bilo kojim redom, ali savjetujemo da počnete s prvim zadatkom.
- Svi rezultati i odgovori moraju biti napisani čitko **penkalom u za to predviđene prostore**.

Odgovori izvan tog područja neće se bodovati.

- Ako trebate dodatni papir za skicu/vježbu, koristite poledinu ispitnog testa.
- Na zahtjev možete dobiti i verziju testa na engleskom jeziku.
- Ako trebate napustiti laboratorij (zbog WC-a, pića ili jela), podignite odgovarajuću karticu. Asistent će vas pratiti.
- Police iznad radnog stola nemojte koristiti.
- Morate poštovati **sigurnosna pravila** IChO. Ako prekršite pravila, jednom ćete biti upozoreni. Ako se kršenje ponovi, bit ćete udaljeni s ispita i bodovani s nula bodova.
- Kemikalije i pribor, ako nije drugačije navedeno, moći ćete nadoknaditi ili zamijeniti prvi puta bez kaznenih bodova. Za svaki novi incident oduzet će vam se 1 bod od ukupno 40.
- 30 minuta prije kraja biti ćete upozoreni.
- Na znak **Stop** odmah prekinite s radom. Ako to ne učinite unutar jedne minute, ispit će biti ocijenjen s nula bodova.
- Nakon znaka **Stop**, asistent će doći i potpisati se na listu s odgovorima.
- Nakon što asistent i vi potpišete ispitni test, stavite ga u omotnicu i predajte zajedno s produktima i TLC pločicama.

Sigurnosna pravila

- Morate nositi kutu. Obavezno je zakopčajte. Obuća mora potpuno pokrivati stopala i pete.
- Stalno nosite zaštitne naočale ili naočale za vid. Ne smijete imati kontaktne leće.
- U laboratoriju ne smijete piti, jesti ili žvakati žvakaću gumu.
- Radite samo u radnom prostoru koji je predviđen za vas. Radni stol i zajedničke prostore održavajte urednim.
- Ne smijete izvoditi pokuse koji nisu autorizirani. Ne smijete modificirati eksperimente.
- Nemojte pipetirati ustima. Koristite propipetu.
- Prosute kemikalije ili razbijeni pribor odmah počistite s radnog stola ili poda.
- Otpadne tvari morate propisno zbrinuti. Vodene otopine smijete baciti u izljev. Organske otpadne tvari treba baciti u za to predviđene boce.

Physical constants and equations

In these tasks, we assume the activities of all aqueous species to be well approximated by their respective concentration in mol L⁻¹. To further simplify formulae and expressions, the standard concentration $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ is omitted.

Avogadro's constant:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Universal gas constant:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standard pressure:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmospheric pressure:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Zero of the Celsius scale:	273.15 K
Faraday constant:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowatt hour:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Planck constant:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Speed of light in vacuum:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementary charge:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Electrical power:	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency:	$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$
Planck-Einstein relation:	$E = hc / \lambda$
Ideal gas equation:	$pV = nRT$
Gibbs free energy:	$G = H - TS$

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

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

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

Reaction quotient Q for a reaction
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:

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

Henderson–Hasselbalch equation:

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

Nernst–Peterson equation:

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

where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction

$$\text{at } T = 298 \text{ K, } \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ V}$$

Beer–Lambert law:

$$A = \epsilon l c$$

Rate laws in integrated form:

- Zero order:

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

- First order:

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

- Second order:

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

Half-life for a first order process:

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

Number average molar mass M_n :

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

Mass average molar mass M_w :

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

Polydispersity index I_p :

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

Note

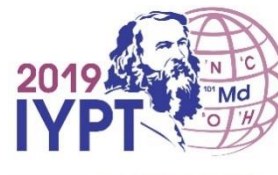
The unit of molar concentration is either “M” or “mol L⁻¹”:

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

Periodic table

1																	18		
1 H 1.008		2										13		14	15	16	17	2 He 4.003	
3 Li 6.94		4 Be 9.01										5 B 10.81		6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18	
11 Na 22.99		12 Mg 24.31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95	
19 K 39.10		20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80	
37 Rb 85.47		38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3	
55 Cs 132.9		56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -	
87 Fr -		88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -	

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



Definicija GHS oznaka

Izjave o opasnosti za GHS (H-fraze) povezane s korištenim materijalima navedene su u problemima. Njihova značenja su sljedeća:

Fizičke opasnosti

- H225 Lako zapaljiva tekućina i pare.
- H226 Zapaljiva tekućina i pare.
- H228 Zapaljiva krutina.
- H271 Može izazvati požar ili eksploziju; jaki oksidans.
- H272 Može pojačati požar; oksidans.
- H290 Može biti nagrizajuće za metale.

Opasnosti za zdravlje

- H301 Otrovno ako se proguta.
- H302 Štetno ako se proguta.
- H304 Može biti smrtonosno ako se proguta i uđe u dišne puteve.
- H311 Otrovno u dodiru s kožom.
- H312 Štetno u dodiru s kožom.
- H314 Uzrokuje teške opekline kože i oštećenje oka.
- H315 Nadražuje kožu.
- H317 Može izazvati alergijsku reakciju kože.
- H318 Uzrokuje teške ozljede oka.
- H319 Uzrokuje jako nadraživanje oka.
- H331 Otrovno ako se udiše.
- H332 Štetno ako se udiše.
- H333 Može biti štetno ako se udiše.
- H334 Može izazvati simptome alergije ili astme ili poteškoće s disanjem ako se udiše.
- H335 Može nadražiti dišni sustav.
- H336 Može izazvati pospanost ili vrtoglavicu.
- H351 Sumnja se da uzrokuje rak.
- H361 Sumnja na moguće štetno djelovanje na plodnost ili nerođeno dijete.
- H371 Može uzrokovati oštećenje organa.
- H372 Uzrokuje oštećenje organa tijekom produljene ili ponavljane izloženosti.
- H373 Može uzrokovati oštećenje organa tijekom produljene ili ponavljane izloženosti.

Opasnosti za okoliš

- H400 Vrlo otrovno za vodeni svijet.
- H402 Štetno za vodeni svijet.
- H410 Vrlo otrovno za vodeni svijet s dugotrajnim učincima.
- H411 Otrovno za vodeni svijet s dugotrajnim učincima.
- H412 Štetno za vodeni svijet s dugotrajnim učincima.

Kemikalije

Za sve zadatke

Kemikalije	Oznaka	GHS oznake
Deionizirana voda: - Boca za ispiranje (na stolu) - Plastična boca (na stolu) - Plastični spremnik (digestor)	Deionized Water	Not hazardous
Etanol, u boci za ispiranje	Etanol	H225, H319
Uzorak bijelog vina, 300 mL u smeđoj bočici.	Wine sample	H225, H319

Za zadatak P1

Kemikalije	Oznaka	GHS oznake
4-nitrobenzaldehyd, 1,51 g u smeđoj boci	4-nitrobenzaldehyd	H317, H319
Eluens A, 20 mL u staklenoj boci	eluens A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluens B, 20 mL u staklenoj boci	eluens B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (kalijev perokso-monosulfat), 7,87 g u plastičnoj boci	Oxone®	H314
Uzorak of 4-nitrobenzaldehyda za TLC	TLC standard	H317, H319

Za zadatak P2

Kemikalije	Oznaka	GHS oznake
1 M otopine kalijeva tiocijanata, 20 mL u plastičnoj boci	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M otopine kalijeva tiocijanata, 60 mL u plastičnoj boci	KSCN 0,00200 M	Not hazardous
1 M otopine perklorne kiseline, 10 mL u plastičnoj boci	HClO ₄	H290, H315, H319
0,00200 M otopine željezo(III), 80 mL u plastičnoj boci	Fe(III) 0,00200 M	Not hazardous
0,000200 M otopine željezo(III), 80 mL u plastičnoj boci	Fe(III) 0,000200 M	Not hazardous
0,3% otopine vodikovog peroksida, 3 mL u smeđoj boci	H ₂ O ₂	Not hazardous

Za zadatak P3

Kemikalije	Labeled as	GHS hazard statements
0,01 M otopina joda, 200 mL u smeđoj boci	I₂	H372
0,03 M otopina natrijeva tiosulfata, 200 mL u plastičnoj boci	Na₂S₂O₃	Not hazardous
1 M otopina NaOH, 55 mL u plastičnoj boci	NaOH	H290, H314
2,5 M otopina sumporne kiseline, 80 mL u plastičnoj boci	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M otopine kalijeva jodida, 25 mL u plastičnoj boci	KI	H372
Kalijev jodat, <i>ca</i> 100 mg (točna masa piše na oznaki), u staklenoj boci	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Otopina škroba, 25 mL u plastičnoj boci	Škrob	Not hazardous

Pribor

Osobni pribor	Količina
Propipeta	1
Zaštitne naočale	1
1 L plastična boca za organski otpad, označena s “ Organic waste ”	1
Papirnati ručnici	15 komada
Papirići za brisanje	30 komada
Špatula (velika)	1
Špatula (mala)	1
Zaporni sat	1
Olovka	1
Gumica	1
Penkala	1
Flomaster za staklo	1
Ravnalo	1

Zajednički pribor	Količina
UV lampa za TLC	2 po lab
Kolorimetar	5 po lab
Rukavice	Sve veličine (S, M, L, XL), zapišajte asistenta
Posuda za led	1 za cijeli lab

Za zadatak P1

Osobni pribor	Količina
Laboratorijski stalak s:	1
- Velikom klemom i mufom	2
- Malom klemom i mufom	1
Erlenmeyerova tikvica s brušenim grlom, 100 mL	1
Erlenmeyerova tikvica s brušenim grlom, 50 mL	1
Hladilo za refluks	1
Mješalica/grijalica	1
Posuda za kristalizaciju	1
Magnetič za miješanje	1
Boca sisaljka	1
Büchnerov lijevak s gumenim adapterom	1
Vrećica s 3 komada filter papira	1
Petrijeva posuda	1
Posuda za razvijanje TLC pločica, označena kao “ TLC elution chamber ”	1
Vrećica s 3 TLC pločice (s fluorescentnim indikatorom), s oznakom studentskog koda	1
Kapira za TLC (u Petrijevk)	4
Plastična pinceta	1
Stakleni štapić	1
Menzura, 25 mL	1
Čaša, 150 mL	2
Plastični lijevak za krutine	1
Plastične kapaljke	2

Tamne bočice, za TLC uzorke, 1,5 mL, s čepom, označene s C i R	2
Izvagana bočica od 10 mL, s čepom, označena s Student Code	1
Štapić za vađenje magnetića	1

Za zadatak P2

Osobni pribor	Količina
Trbušasta pipeta, 10 mL	1
Graduirana pipeta, 10 mL	3
Graduirana pipeta, 5 mL	3
Stalak za epruvete	1
Epruvete	15
Čepovi za epruvete	7
Kiveta, duljina puta 1,0 cm	2
Čaša, 100 mL	2
Plastične kapalice	15

Za zadatak P3

Osobni pribor	Količina
Stalak s klemom	1
Bireta, 25 mL	1
Stakleni lijevak	1
Erlenmeyerova tikvica, 100 mL	3
Erlenmeyerova tikvica, 250 mL	3
Čaša, 150 mL	1
Čaša, 100 mL	2
Odmjerna tikvica, 100 mL, s čepom	1
Trbušasta pipeta, 50 mL	1
Trbušasta pipeta, 25 mL	1
Trbušasta pipeta, 20 mL	1
Menzura, 25 mL	1
Menzura, 10 mL	1
Menzura, 5 mL	1
Plastične kapalice	3
Parafilm	20 komada

Zadatak P1	Pitanje	Iskorištenje	Čistoća	TLC	P1.1	P1.2	Ukupno
13% od ukupnog	Bodovi	12	12	8	2	3	37
	Rezultat						

Zadatak P1. Oksidacija nitrobenzaldehida

U svrhu smanjivanja opasnosti često se provodi oksidacija otpadnih tvari. U ovom zadatku, koristi se kalijev peroksošulfat (Oxone®) kao oksidans, jer daje netoksične sulfate. Nadalje, reakcija se provodi u smjesi vode i etanola, koji pripadaju zelenim otapalima.

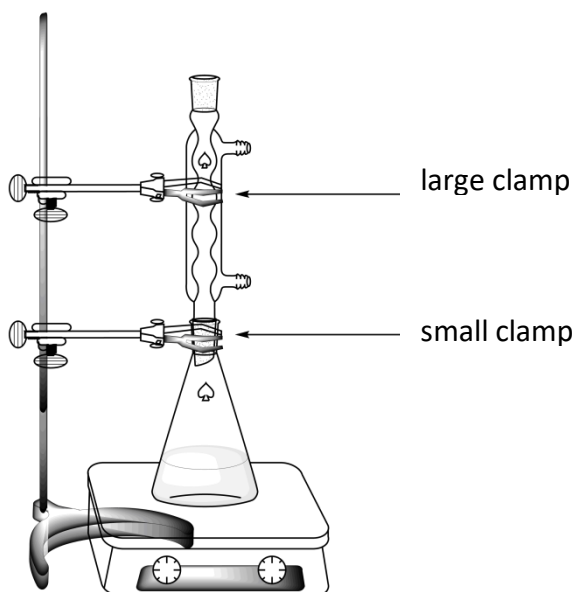
U ovom zadatku trebate oksidirati 4-nitrobenzaldehyd, prekrizalizirati produkt, usporediti TLC eluense i provjeriti čistocu produkta pomoću TLC.

Opaska: Otpadni etanol i eluens odbacite u bocu označenu s “Organic waste”.

Postupak

I. Oksidacija 4-nitrobenzaldehyda

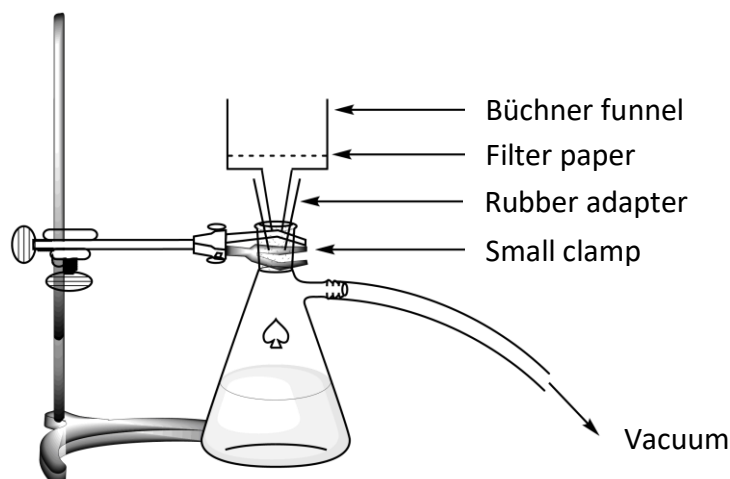
- Pomiješajte** 20 mL vode i 5 mL etanola.
- Ubacite** magnetič u Erlenmeyericu od 100 mL s **brušenim grlom**.
- Prebacite** 1,51 g 4-nitrobenzaldehyda u Erlenmeyerovu tikvicu. **Dodajte** pripremljenu smjesu vode i etanola. **Postavite** Erlenmeyericu na stalak. **Počnite miješati** smjesu, zatim **dodajte** prethodno izvaganu količinu Oxona® (7,87 g).
- Priključite** hladilo po uzoru na Sliku 1. **Podignite** HELP karticu. Asistent će doći i prikjučiti vam vodu i grijalicu.
- Zagrijte** reakcijsku smjesu i lagano je refluksirajte (ca 1 kap u jednoj sekundi) tijekom 45 minuta. Podesite jačinu grijača da postignete blagi refluks.



Slika 1. Aparatura za refluksiranje reakcijske smjese

6. **Isključite** miješanje i grijanje. **Uklonite** grijalicu i **pustite** da se reakcijska smjesa hladi 10 minuta. **Postavite** tikvicu da se hladi u smjesi vode i leda (u hladnoj kupelji u staklenoj posudi). **Neka stoji** dodatnih 10 minuta.

7. **Postavite** aparaturu za odsisavanje (slika 2) koristeći Büchnerov lijevjak, filter papir i bocu za odsisavanje. **Podignite** karticu HELP. Asistent će vam pokazati kako spojiti na vakum.



Slika 2. Odisavanje pomoću vakuma

8. **Nakvasite** filter papir vodom i pazite da papir pokrije sve rupice na Büchnerovom lijevku.
9. **Sipajte** suspenziju s produktom u Büchnerov lijevku i **priključite** vakum. **Isperite** talog koji ste odsisali deioniziranom vodom (najmanje 4×20 mL).
10. **Ostavite** aparaturu za odsisavanje na vakumu najmanje 5 minuta da se produkt prosuši. **Odspojite** vakum. Pomoću manje špatule prenesite malo produkta (na vrhu špatule) u tamnu bočicu od 1,5 mL, **s oznakom C**. **Zatvorite** bočicu i **spremite je** za dio III.
11. **Prenesite** svu preostalu količinu produkta u Erlenmeyerovu tikvicu od 50 mL s brušenim grlom.
12. **Bacite** filtrat u bocu s oznakom “Organic waste” i **isperite** Büchnerov lijevjak etanolom i vodom. Etanol bacite u bocu s oznakom “Organic waste”.

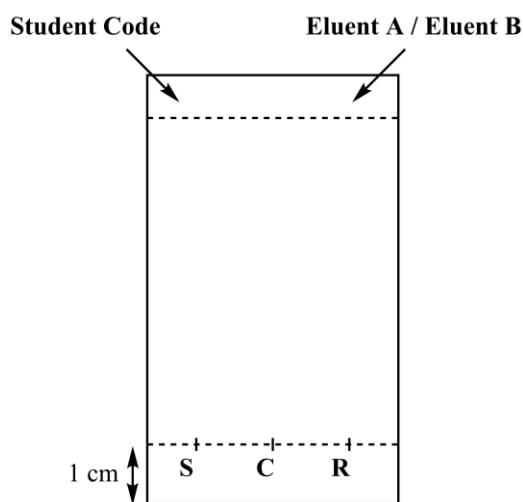
II. Prekristalizacija produkta

1. **Pomiješajte** 9 mL vode i 21 mL etanola.
2. **Prekristalizirajte** produkt u Erlenmeyerovoj tikvici od 50 mL iz odgovarajuće količine smjese vode i etanola, koristeći istu aparaturu kao za refluksiranje (slika 1). **Podignite** karticu HELP. Asistent će vam uključiti vodu i grijalicu. Ako je potrebno, **dodavajte** još otapala kroz hladilo – preko gornjeg dijela ne skidajući hladilo.
3. Nakon prekristalizacije, koristite isti postupak za odsisavanje kako je prethodno opisano (I.7 do I.10). Pomoću čiste male špatule prenesite prekristalizirani produkt u tamnu bočicu s oznakom R. Zatvorite bočicu i spremite je za dio III.

4. **Prenesite** pročišćeni produkt u prethodno izvaganu bočicu s oznakom Student Code. Zatvorite bočicu.
5. **Bacite** filtrat u bocu s oznakom "Organic waste" i **podignite** HELP karticu. Asistent će doći zatvoriti vodu u hladilu.

III. TLC analiza

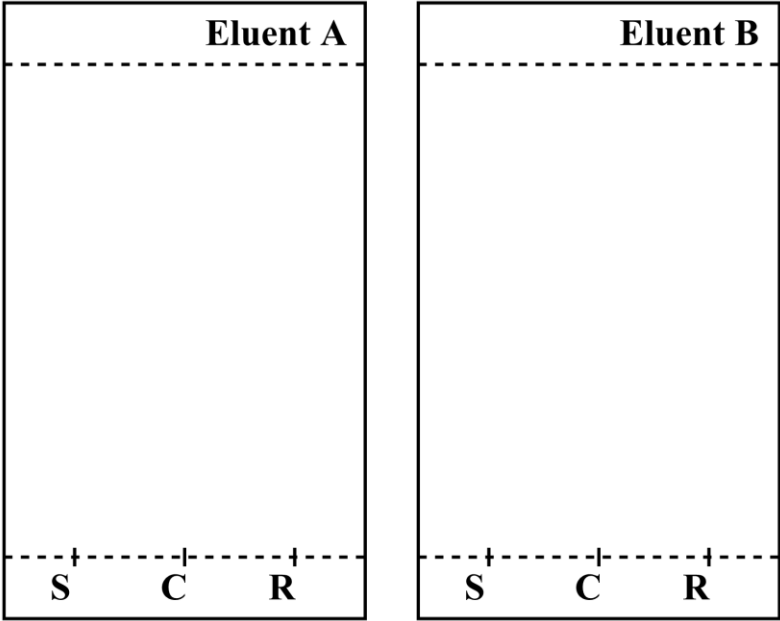
1. **Pripremite čašu za razvijanje TLC kromatograma.** **Stavite** eluens A do visine *ca* 0,5 cm. Pokrijte Petrijevom zdjelicom. **Pričekajte** da se zasiti atmosfera u čaši.
2. **Pripremite uzorke.** U bočici s oznakom **TLC standard** (na kromatografskoj pločici ga označite slovom **S**) nalazi se 4-nitrobenzaldehyd. Imate još malo sirovog produkta (oznaka **C**) i prekristaliziranog produkta (oznaka **R**). **Otopite** ih u *ca* 1 mL etanola.
3. **Pripremite TLC pločicu.** Olovkom pažljivo označite liniju start (1 cm iznad donjeg dijela pločice) i **označite** mjesta za 3 uzorka. **Označite ih sa S** (početni spoj), **C** (sirovi produkt) i **R** (prekristalizirani produkt), kako je prikazano na slici 3. Na gornjem lijevom uglu napišite svoj kod studenta. U desnom uglu upišite eluens (prvo **Eluens A**, zatim **Eluens B**). Nanesite uzorke na pločicu koristeći kapilarice.



Slika3. Priprema TLC pločice

4. **TLC analiza.** Pomoću pincete, unesite TLC pločicu u posudu za kromatografiju i **pokrijte** je Petrijevom zdjelicom. Nakon što eluens doputuje do približno 1 cm ispod vrha pločice, pomoću pincete uklonite pločicu, označite frontu olovkom i osušite pločicu na zraku.
5. **Vizualizacija.** **Postavite** TLC pločicu pod UV lampu koja se nalazi na zajedničkom stolu. Pomoću olovke **zaokružite** sve mrlje.
6. **Eluens bacite u bocu s oznakom "Organic waste".**
7. **Ponovite** korake 1, 3, 4, 5 i 6 s eluensom B.
8. **Spremite** pločice i vrećicu s oznakom vašeg studentskog koda.

Nacrtajte vaše kromatografske pločice). Možete koristiti donje crteže (upotpunite ih). Ovo se ne boduje.



Na kraju praktičnog dijela ispita asistent će pokupiti sljedeće:

- Staklenu bočicu s oznakom **Student Code** u kojoj se nalazi prekristalizirani produkt;
- TLC pločice A i B u plastičnoj vrećici s oznakom vašeg koda.

Predano	
Prekristalizirani produkt	☐
TLC pločica A	☐
TLC pločica B	☐
Potpis Student Asistent	

Pitanja

1. **Predložite** strukturnu formulu produkta oksidacije 4-nitrobenzaldehida pomoću Oxona[®].

2. Na temelju rezultata TLC analize, **odgovorite** na pitanja.

- Koji je eluens bolji za praćenje napredovanja reakcije?

☐ **A** ☐ **B**

- Sirovi produkt (C) sadrži tragove 4-nitrobenzaldehida.

☐ **Točno** ☐ **Netočno**

- Prekristalizirani produkt (R) sadrži tragove 4-nitrobenzaldehida.

☐ **Točno** ☐ **Netočno**

Zadatak P2 14% od ukupnog	Pitanje	Kalibracija	Određivanje željeza	P2.1	P2.2	P2.3	Određivanje stehiometrije	P2.4	P2.5	ukupno
	Bodovi	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Rezultat									

Problem P2. Željezno doba vina

Željezo je element koji se prirodno može naći u vinu. Kada njegova koncentracija prelazi 10 do 15 mg po litri, oksidacija željeza(II) u željezo(III) može dovesti do smanjenja kvalitete vina i stvaranja taloga. Stoga je potrebno procijeniti sadržaj željeza u vinu tijekom proizvodnje vina.

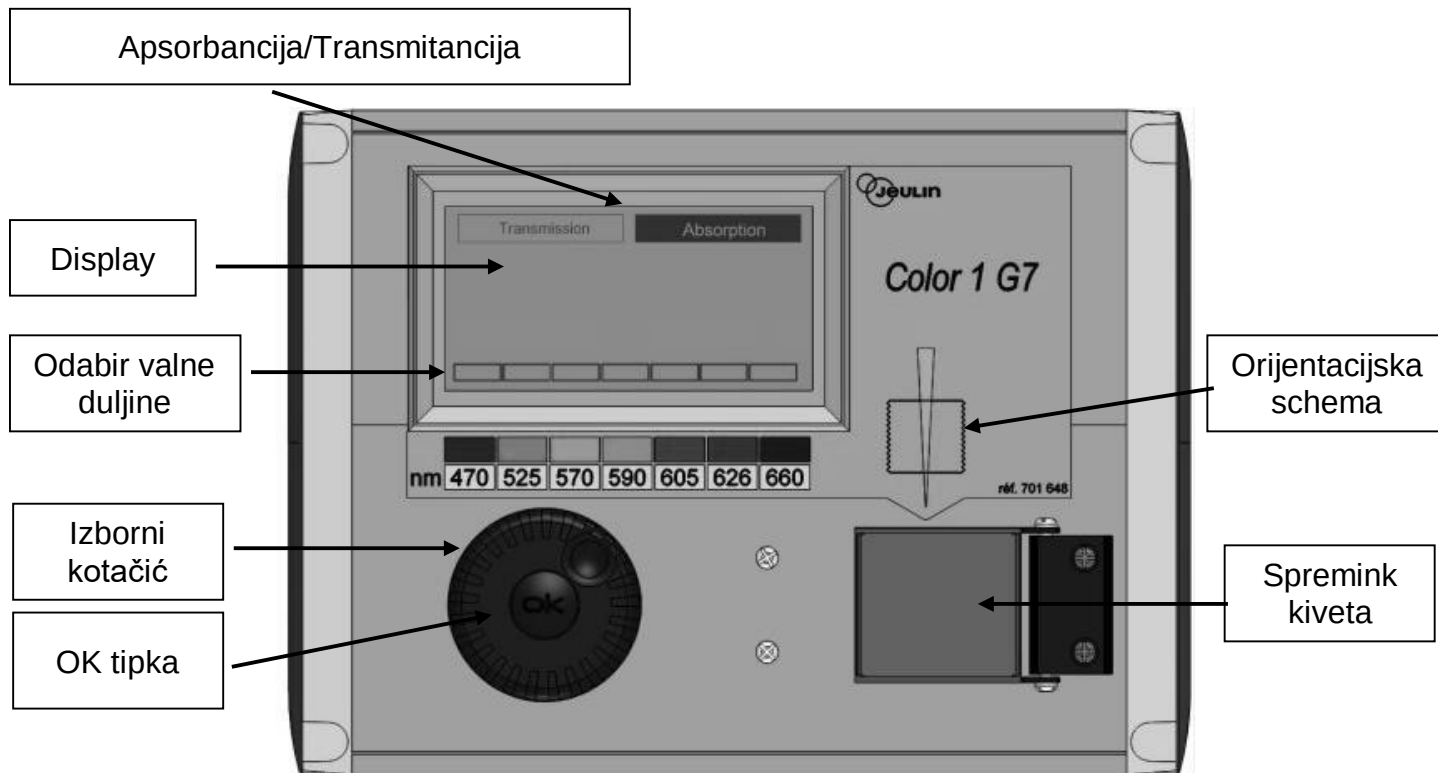
S obzirom na vrlo nisku koncentraciju željeza, obojeni kompleks željeza(III) s tiocijanatnim ionima SCN^- kao ligandom koristi se za kvantificiranje količine željeza spektrofotometrijskim mjerenjima.

Vaš zadatak je određivanje ukupne koncentracije željeza u uzorku bijelog vina uz pomoć spektrofotometrije i određivanje stehiometrije kompleksa tiocijanat - željezo(III).

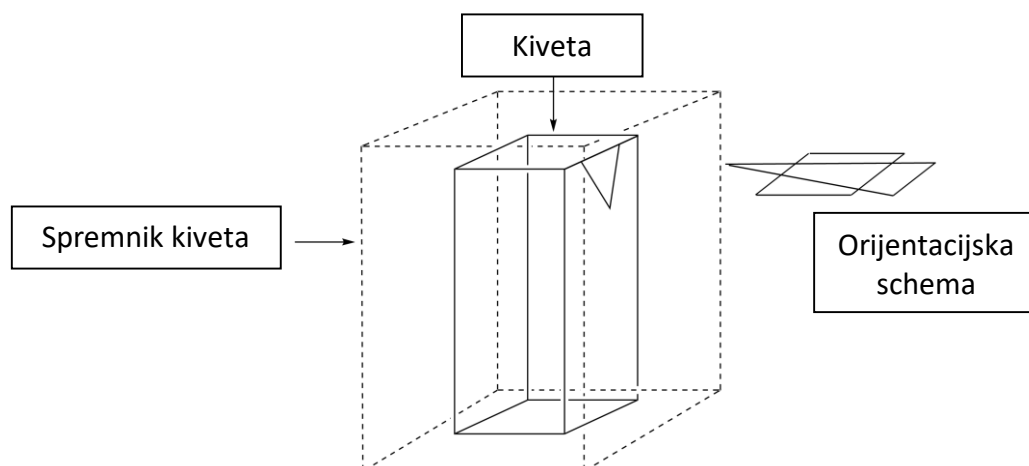
UPOZORENJE

- U ovom zadatku dobivate dvije otopine željeza(III) i dvije otopine kalijevog tiocijanata različitih koncentracija. Budite vrlo oprezni da ih zabunom ne pomiješate.
- Nakon što su otopine spremne za spektrofotometrijska mjerenja, zabilježite apsorbanciju najkasnije jedan sat nakon dodavanja tiocijanata.
- Kada vam je potreban kolorimetar, podignite karticu HELP. Laboratorijski asistent će vam dati označeni kolorimetar. Ovaj kolorimetar možete koristiti maksimalno 15 minuta. Asistent će ga vratiti čim završite ili nakon što istekne 15 minuta. Ako kolorimetar nije dostupan u trenutku kada ste ga zatražili, bit ćete dodani na listu čekanja.
- Upute za kolorimetar prikazane su na sljedećoj stranici.
- Kolorimetar možete zatražiti samo tri puta za potrebe ovog zadatka.

Upute za korištenje kolorimetra



- Uključite kolorimetar.
- Provjerite je li označena "Absorbance". Ako ne, okrećite izborni kotačić sve dok se ne pojavi isprekidana linija oko "Absorption" i zatim pritisnite gumb OK.
- Okrećite izborni kotač dok se ne pojavi isprekidana crta oko željene valne duljine (470 nm). Pritisnite gumb OK.
- Postavite kivetu s otprilike 3 cm visine slijepe probe u spremnik. Budite oprezni da odaberte ispravnu orijentaciju (pogledajte shemu orijentacije na kolorimetru, zraka je u smjeru žute strelice, pogledajte sliku dolje) i gurnite kivetu prema dolje do konačnog položaja. Zatvorite poklopac.
- Okrećite izborni kotačić sve dok se ne pojavi isprekidana linija oko oznake "Absorbance" i onda pritisnite tipku OK. Koristeći izborni kotačić, označite "Calibration" i pritisnite gumb OK.
- Pričekajte dok se na zaslonu ne prikaže 0.00 (ili -0.00).
- Postavite kivetu s otprilike 3 cm visine analizirane otopine u spremnik. Zatvorite poklopac.
- Očitajte vrijednost apsorbancije.



I. Određivanje sadržaja željeza u vinu

U ovom dijelu ispita potrebna vam je otopina željeza(III) koncentracije 0,000200 M i otopina kalijeva tijanocijanata koncentracije 1 M.

Postupak

3. **Pripremite** 6 epruveta na način da u svaku epruvetu dodate traženi volume otopina koje imate na raspolaganju prema tablici dolje.

Epruveta #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M otopina željeza(III)	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M otopina perkloratne kiseline	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Vino					10,0 mL	10,0 mL
Otopina vodikova peroksida					0,5 mL	0,5 mL
Deionizirana voda	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

4. **Začepite** epruvete i **homogenizirajte** sadržaj.

5. **Dodajte** 1,0 mL 1 M otopine kalijeva tijanocijanata u epruvete 1, 2, 3, 4 i 5. NE dodavajte u epruvetu 6. **Začepite** epruvete i **homogenizirajte** sadržaj.

6. Kada su sve epruvete spremne, **podignite** HELP karticu koju imate na stolu kako bi vam asistent pomogao oko kolorimetra.

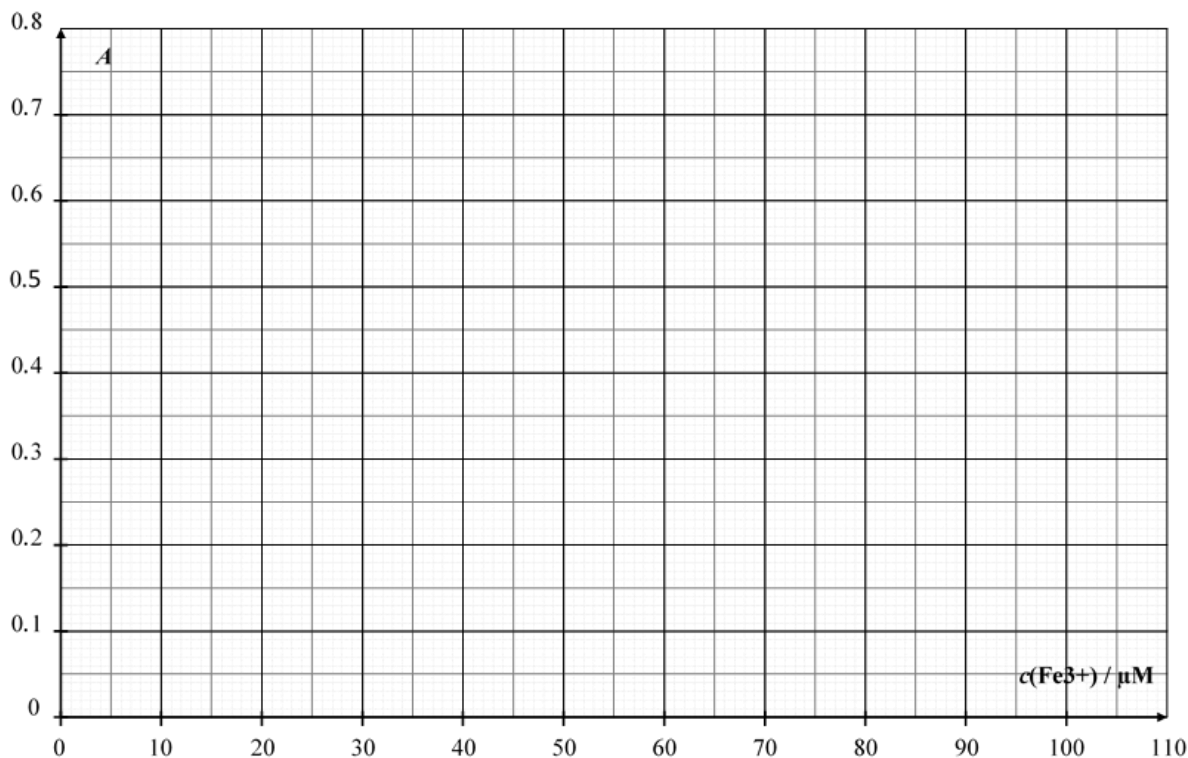
7. **Pripremite** kolorimetar prema prethodno opisanom postuku (vidi stranicu 16). **Namjestite** kolorimetar na valnu duljinu od 470 nm. **Koristite** deioniziranu vodu za slijepu probu.

8. **Snimite** apsorbanciju svake epruvete (1 do 6) pri danoj valnoj duljini. **Zabilježite** rezultate u priloženu tablicu. **Podignite** HELP karticu kako bi vratili kolorimetar.

Epruveta #	1	2	3	4	5	6
Apsorbancija (pri 470 nm)						
Analitička koncentracija Fe^{3+} u epruveti $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Kod kolorimetra						

Pitanja

1. **Grafički prikažite** ovisnost apsorbancije A epruveta **1** do **4** o analitičkoj koncentraciji Fe^{3+} u epruvetama.



U donju tablicu zabilježite vrijednosti koje ćete koristiti za kalibracijsku krivulju.

Epruveta #	1	2	3	4
Vrijednosti apsorbancija za kalibracijsku krivulju				

2. Koristeći prethodni graf i podatke koje ste izabrali, **nacrtajte** kalibracijski pravac na prethodni graf i **odredite** analitičku koncentraciju (u $\mu\text{mol L}^{-1}$) Fe^{3+} iona u epruveti **5**.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{epruveta 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol L}^{-1}$$

Ako niste uspjeli izračunati $c(\text{Fe}^{3+})$, koristite vrijednost $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ u ostatku zadatka.

3. **Izračunajte** masenu koncentraciju, u mg / L, željeza u pručavanom bijelom vinu.

$$c_{\text{m}}(\text{željezo}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

II. Odredite stehiometriju kompleksa

U ovom dijelu ispita, potrebna vam je 0,00200 M otopina željeza(III) i 0,00200 M otopina kalijeva tiocijanata.

Postupak

U prvom dijelu ovog zadatka, koristimo boju otopine kompleksa željezo(III)-tiocijanata kako bi odredili koncentraciju željeza u uzorku vina. Drugi dio zadatka cilja na istraživanje stehiometrije $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ kompleksa (koordinacija vode nije prikazana), gdje su a i b cijeli brojevi koji nisu veći od 3.

Na raspolagnju su vam slijedeće vodene otopine za ovaj dio zadatka:

- 0,00200 M otopina željeza(III) (već je zakiseljena) (80 mL)
- 0,00200 M otopina kalijeva tiocijanata (80 mL)

Tađoker imate testne epruvete (sa čepovima koje možete oprati i osušiti), graduirane pipete, kivete za spektrofotometar, kolorimetar (na zahtjev), i bilo koji drugi laboratorijski pribor koji nađete na svom radnom mjestu i smatrate potrebnim.

1. **Ispunite** prve tri linije slijedeće tablice s vrijednostima volumena koji će vam omogućiti određivanje stehiometrije kompleksa na temelju spektrofotometrijskih mjerenja. *Ne morate ispuniti sve kolone.* **Izračunajte** množinski udio željeza(III) u svakoj epruveti koristeći sljedeću formulu:

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

Epruveta #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volumen 0,00200 M otopine željeza(III) $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen 0,00200 M otopine kalijeva tiocijanata $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Množinski udio željeza(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Apsorbancija (pri 470 nm)									
Kod kolorimetra									

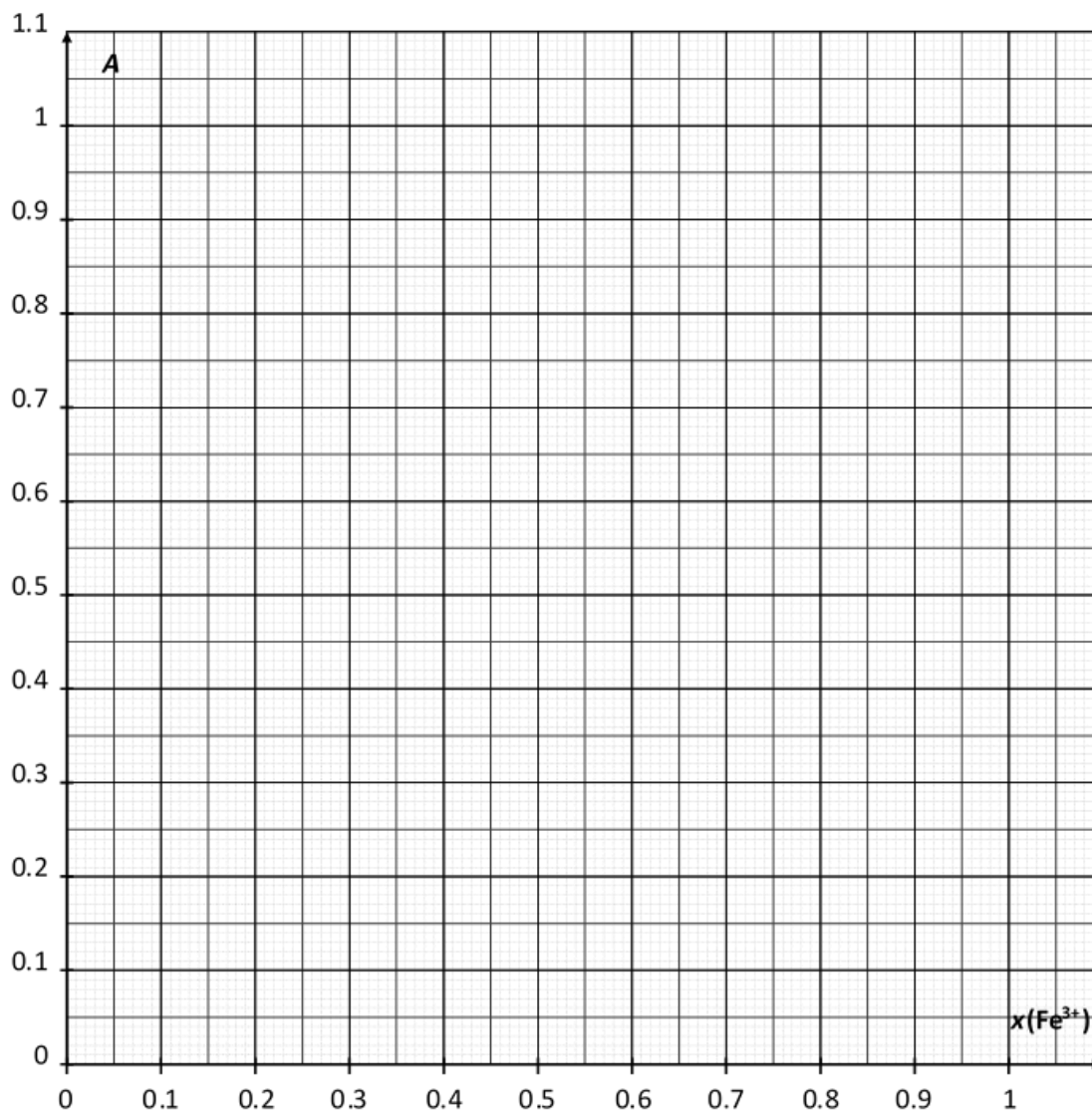
2. **Pripremite** epruvete. Kada su sve epruvete spremne, **podignite** vašu HELP karticu kako bi vam asistent pomogao oko kolorimetra.

3. **Pripremite** kolorimetar prema prethodno opisanoj proceduri (vidi stranicu 16). **Namjestite** kolorimetar na valnu duljinu od 470 nm. **Koristite** deioniziranu vodu za slijepu probu.

4. **Snimite** apsorbanciju svake epruvete pri danoj valnoj duljini. **Zabilježite** rezultate u prethodnu tablicu.

Pitanja

4. **Nacrtajte** ovisnost apsorbancije sadržaja epruvete A o množinskom udjelu željeza(III) $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Na temelju rezultata provedenih eksperimenata, **odredite** stehiometriju kompleksa $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

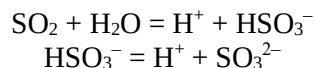
$a =$ _____

$b =$ _____

Zadatak P3 13 % od ukupnog	Pitanje	Titracija I	Titracija II	Titracija III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Ukup
	bodovi	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Rezultat									

Zadatak P3. Vino za čuvanje

Sumporov dioksid, SO_2 , koristi se kao konzervans u vinu. Kada se SO_2 doda vinu, on može reagirati s vodom što dovodi do nastanka hidrogensulfitnih iona, HSO_3^- , i protona, H^+ . Hidrogensulfit se može prevesti u sulfat, SO_3^{2-} , gubitkom drugog protona.



Ova tri različita oblika sumpornog dioksida u vodi mogu reagirati s kemikalijama u vinu, kao što su acetaldehid, pigmenti, šećeri, itd., stvarajući produkte P. Ukupna koncentracija sumporovog dioksida je zbroj koncentracije "slobodnih" oblika (SO_2 , HSO_3^- i SO_3^{2-}) i P.

Koncentracija konzervansa je regulirana jer sulfiti i sumporov dioksid mogu biti štetni za neke ljude. U EU, maksimalni sadržaj ukupnog sumporovog dioksida je 100 mg L^{-1} za crno vino i 150 mg L^{-1} za bijelo vino ili rosé.

Vaš zadatak je jodometrijskom titracijom odrediti ukupnu koncentraciju sumporova dioksida u bijelom vinu čiji ste uzorak dobili.

Postupak

I. Standardizacija otopine natrijeva tiosulfata

- Na raspolaganju vam je uzorak od oko 100 mg čista kalijeva jodata KIO_3 . Točna masa je napisana na naljepnici bočice. **Napišite** ju u donjoj tablici.
- Pripremite** 100 mL otopine kalijeva jodata u odmjernoj tikvici od 100 mL, koristeći cijeli uzorak čvrsta kalijeva jodata i deionizirane vode. Ovu otopinu ćemo zvati otopina S.
- U Erlenmeyerovu tikvicu od 100 mL **dodajte**:
 - 20 mL otopine S koristeći trbušastu pipetu;
 - 5 mL otopine kalijeva jodida (0,5 M) koristeći menzuru od 5 mL;
 - 10 mL otopine sumporne kiseline (2,5 M) koristeći menzuru od 10 mL.
- Lagano **promućkajte** kružnim pokretima Erlenmeyerovu tikvicu, **osigurajte** ju parafilmom i **držite** ju u ormariću najmanje pet minuta.
- Napunite** biretu dobivenom otopinom tiosulfata pomoću čaše. **Titrirajte** sadržaj Erlenmeyerove tikvice uz stalno vrtloženje. Kad tekućina postane blijedo žuta, **dodajte** deset kapi otopine škroba i **nastavite titrirati** dok otopina ne postane bezbojna. Zabilježite volumen titracije V_1 .
- Ponovite** postupak (korake 3-5) ukoliko smatrate potrebnim.

Masa kalijeva jodata (navedite vrijednost na naljepnici)	
Analiza br.	V_1 / mL
1	
2	
3	
Konačni V_1 / mL	

II. Standardizacija otopine joda

7. Volumetrijskom pipetom **prenesite** 25 mL otopine joda označenu s I_2 u Erlenmeyerovu tikvicu od 100 mL.
8. **Titrajte** sadržaj Erlenmeyerove tikvice s otopinom natrijeva tiosulfata. Kad tekućina postane blijedo žuta, **dodajte** deset kapi otopine škroba i **nastavite titrirati** dok otopina ne postane bezbojna. Zapišite volumen titracije V_2 .
9. **Ponovite** postupak (korake 1-2) ukoliko smatrate potrebnim.

Analiza br.	V_2 / mL
1	
2	
3	
Konačni V_2 / mL	

III. Određivanje ukupnog sumporovog dioksida

1. Volumetrijskom pipetom **prenesite** 50 ml vina u Erlenmeyerovu tikvicu od 250 ml.
2. **Dodajte** 12 mL otopine natrijevog hidroksida (1 M) s menzurom od 25 mL. **Osigurajte** tikvicu parafilmom, **kružnim pokretima promućkajte** sadržaj i ostavite da stoji najmanje 20 minuta.
3. **Dodajte** 5 mL otopine sumporne kiseline (2,5 M) i oko 2 mL otopine škroba pomoću plastične pipete za jednokratnu upotrebu.
4. **Titirajte** sadržaj Erlenmeyerove tikvice s otopinom joda u bireti, dok se ne pojavi tamna boja i traje najmanje 15 sekundi. **Zabilježite** volumen titracije V_3 .
5. **Ponovite** postupak (korake 1 – 4) ukoliko smatrate potrebnim.

Analiza br.	V_3 / mL
1	
2	
3	
Konačni V_3 / mL	

Pitanja

1. **Napišite** uravnotežene jednačbe svih kemijskih reakcija nastalih tijekom standardizacije otopine natrijevog tiosulfata.

2. **Izračunajte** množinsku koncentraciju otopine natrijeva tiosulfata. Molarna masa kalijeve jodata je $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$

Ako niste uspjeli izračunati $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, koristite vrijednost $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol L}^{-1}$ u ostatku zadatka.

3. **Izračunajte** množinsku koncentraciju otopine joda.

$$c(\text{I}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$$

Ako niste uspjeli izračunati $c(\text{I}_2)$, koristite vrijednost $c(\text{I}_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$ u ostatku zadatka.

4. **Napišite** jednadžbu kemijske reakcije između joda I_2 i sumporova dioksida SO_2 pod pretpostavkom da se sumporov dioksid oksidira u sulfatne ione SO_4^{2-} .

5. **Izračunajte** masenu koncentraciju, u mg / L , ukupna sumporova dioksida u vinu. Molarna masa sumporova dioksida je $M(\text{SO}_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

PENALTIES

Incident #	Student signature	Lab supervisor signature
1 (no penalty)		
2		
3		
4		
5		