

KOKEELLINEN OSUUS



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

Yleiset ohjeet

- Tämä kokeellisen osuuden kirjanen sisältää 28 sivua.
- Ennen kuin kokeellinen osuus alkaa, annetaan **Read (lue)** -komento. Sinulla on 15 minuuttia aika lukea tehtävävihkonen läpi. Voit ainoastaan **lukea** tänä aikana; **älä kirjoita tai käytä laskinta**.
- Voit alkaa työskennellä heti kun **Start**-komento annetaan. Sinulla on tästä hetkestä **5 tuntia** aikaa kokeen suorittamiseen.
- Voit tehdä tehtävät haluamassasi järjestyksessä, mutta on suositeltavaa **aloittaa tehtävästä P1**.
- Kaikki tulokset ja vastaukset tulee kirjoittaa selkeästi **kuulakärkikynällä kunkin tehtävän vastauslaatikoon**. Laatikoiden ulkopuolelle kirjoitettuja vastauksia ei arvostella.
- Jos tarvitset suttupaperia, käytä kokeen sivujen kääntöpuolia. Muista, että **mitään mikä on kirjoitettu vastausalueiden ulkopuolelle ei arvostella**.
- Virallinen englanninkielinen versio tehtävävihkosta on saatavilla pyynnöstä ja se on ainoastaan selkeyttämistä varten.
- Jos haluat poistua laboratorion (vessaan, syömään tai juomaan), nosta asianmukainen kortti, jolloin laboratorioassistentti tulee saattamaan sinut.
- Työpisteiden yläpuolella olevia hyllyjä ei saa käyttää kokeen aikana tasapuolisuuden vuoksi.
- Sinun tulee **noudattaa IChO:n säännöissä annettuja turvallisuusohjeita**. Turvallisuusohjeiden rikkomisesta saa vain yhden varoituksen laboratorioassistentilta. Minkä tahansa turvallisuusohjeen rikkomisen ensimmäisen varoituksen saamisen jälkeen johtaa poistamisesi laboratorion kokeellisen osuuden pisteiden menetykseen.
- Kemikaalit ja laboratoriotarvikkeet voidaan tarvittaessa korvata uusilla ilman pisteiden menetystä ensimmäisen vahingon osalta, ellei toisin ole ilmoitettu. Kustakin seuraavasta kerrasta seuraa yhden pisteen vähennys kokeellisen osuuden 40 pisteestä.
- Laboratorioassistentti antaa varoituksen, kun koeaikaa on jäljellä enää 30 minuuttia.
- Työskentely tulee lopettaa heti, kun **Stop**-komento annetaan. Komennon noudattamatta jättämisestä, eli työskentelyn tai kirjoittamisen jatkamisesta edelleen yli minuutilla seuraa kokeellisen osuuden hylkäys.
- **Stop**-komennon antamisen jälkeen laboratorioassistentti allekirjoittaa vastauslomakkeesi.
- Kun molemmat, sinä ja laboratorioassistentti, olette allekirjoittaneet kokeen, laita tämä koevihkonen kirjekuoreen ja anna se arvosteltavaksi yhdessä tuotteesi ja ohutlevykromatografialevyjesi (TLC-levyjesi) kanssa.

Laboratorion säännöt ja turvallisuus

- Laboratoriotakkia tulee käyttää ja se täytyy pitää napitettuna ylös asti. Kenkien täytyy peittää jalkaterät ja kantapää kokonaan.
- Suojalaseja tulee käyttää aina laboratoriossa työskennellessä. Piilolinssien käyttö ei ole sallittua.
- Syöminen ja juominen laboratoriossa on kielletty. Purkan syöminen ei myöskään ole sallittua.
- Työskentele ainoastaan määrättyllä alueella. Pidä oma työpisteesi ja yleiset tilat siistinä.
- Ylimääräiset kokeet, joita ei löydy vihkosta, ovat kiellettyjä. Myöskään vihkossa olevia kokeita ei tule muokata.
- Pipetointi suulla on kielletty. Pipetit täytetään aina pumpetin avulla.
- Siivoa läikkyneet kemikaalit ja rikkinäinen lasitavara välittömästi sekä työpöydältä että lattialta.
- Kaikki jäte tulee hävittää asianmukaisesti kontaminaation ja henkilövahinkojen välttämiseksi. Vesiliuokset voidaan kaataa viemäriin. Orgaaninen jäte tulee hävittää laittamalla se kannelliseen merkittyyn purkkiin.

Fysikaaliset vakiot ja kaavat

Tässä vihkosessa oletetaan, että kaikkien veteen liuenneiden spesiesten aktiivisuuksia voidaan hyvin approksimoida konsentraatioilla yksiköissä mol/l. Edelleen kaavojen ja lausekkeiden yksinkertaistamiseksi standardikonsentraatiota $c^\circ = 1 \text{ mol/l}$ ei merkitä.

Avogadron vakio:

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ 1/mol}$$

Yleinen kaasuvakio:

$$R = 8,314 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$$

Standardipaine:

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Ilmakehän paine:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Celsius-asteikon nollakohta:

$$273,15 \text{ K}$$

Faradayn vakio:

$$F = 9,6485 \cdot 10^4 \text{ C/mol}$$

Watti:

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J/s}$$

Kilowattitunti:

$$1 \text{ kWh} = 3,6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Planckin vakio:

$$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Valonnopeus tyhjiössä:

$$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m/s}$$

Alkeisvaraus:

$$e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Sähköteho:

$$P = \Delta E \times I$$

Tehon hyötysuhde:

$$\eta = P_{\text{havaittu}} / P_{\text{käytetty}}$$

Planckin ja Einsteinin yhteys:

$$E = hc/\lambda$$

Ideaalikaasun tilanyhtälö:

$$pV = nRT$$

Gibbsin energia:

$$G = H - TS$$

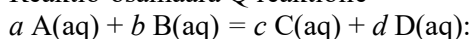
$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

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

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

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

Reaktio-osamäärä Q reaktiolle



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

Hendersonin ja Hasselbalchin yhtälö:

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

Nernstin yhtälö:

jossa Q on pelkistyspuolireaktion
reaktio-osamäärä

$$\text{lämpötilassa } T = 298 \text{ K, } \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0,059 \text{ V}$$

Lambertin ja Beerin laki:

$$A = \epsilon lc$$

Integroidut nopeuslait:

Nollas kertaluku:

$$[A] = [A]_0 - kt$$

Ensimmäinen kertaluku:

$$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$$

Toinen kertaluku:

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

Ensimmäisen kertaluvun prosessin
puoliintumisaika:

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

Lukumääräkeskimääräinen moolimassa M_n :

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

Massakeskimääräinen moolimassa M_w :

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

Polydispersiteetti-indeksi I_p :

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

Huomio

Molaarisen konsentraation yksikkö on joko "M" tai "mol/l":

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol/l}$$

$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol/l}$$

$$1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol/l}$$

Jaksollinen järjestelmä

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 -



Definition of GHS statements

The GHS hazard statements (H-phrases) associated with the materials used are indicated in the problems. Their meanings are as follows.

Physical hazards

H225 Highly flammable liquid and vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
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.

Kemikaalit**Kaikkiin tehtäviin**

Kemikaalit	Merkitty tekstillä	GHS hazard statements
Ionivaihdettua vettä: - Ruiskupullossa (työpisteellä) - Muovipullossa (työpisteellä) - Muovikanisterissa (vetokaapissa)	Deionized Water	Not hazardous
Etanolia ruiskupullossa	Ethanol	H225, H319
Valkoviininäyte, 300 ml tummassa muovipullossa	Wine sample	H225, H319

Tehtävään P1

Kemikaalit	Merkitty tekstillä	GHS hazard statements
4-nitrobentsaldehydi, 1,51 g tummassa lasivialissa	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluentti A, 20 ml lasivialissa	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluentti B, 20 ml lasivialissa	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (kaliumperoksimonosulfaatti), 7,87 g muovipullossa	Oxone[®]	H314
Näyte 4-nitrobentsaldehydiä TLC:tä varten	TLC standard	H317, H319

Tehtävään P2

Kemikaalit	Merkitty tekstillä	GHS hazard statements
1 M kaliumtiosyanaattiliuos, 20 ml muovipullossa	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M kaliumtiosyanaattiliuos, 60 ml muovipullossa	KSCN 0.00200 M	Not hazardous
1 M perkloorihappoliuos, 10 ml muovipullossa	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M rauta(III)liuos, 80 ml muovipullossa	Fe(III) 0.00200 M	Not hazardous
0,000200 M rauta(III)liuos, 80 ml muovipullossa	Fe(III) 0.000200 M	Not hazardous
0,3% vetyperoksidiliuos, 3 ml tummassa lasipullossa	H₂O₂	Not hazardous

Tehtävään P3

Kemikaalit	Merkitty tekstillä	GHS hazard statements
0,01 M jodiliuos, 200 ml tummassa muovipullossa	I₂	H372
0,03 M natriumtiosulfaattiliuos, 200 ml muovipullossa	Na₂S₂O₃	Not hazardous
1 M NaOH-liuos, 55 ml muovipullossa	NaOH	H290, H314
2,5 M rikkihappoliuos, 80 ml muovipullossa	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M kaliumjodidiliuos, 25 ml muovipullossa	KI	H372
Kaliumjodaatti, noin 100 mg (tarkka massa lukee etiketissä), lasivialissa	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Tärkkelysliuos, 25 ml muovipullossa	Starch	Not hazardous

Välineet**Kaikkia tehtäviä varten**

Henkilökohtaiset välineet	Lukumäärä
Pumpetti	1
Suojalasit	1
1 l muovipullo orgaaniselle jätteelle, merkitty tekstillä “Organic waste”	1
Paperipyyhkeitä	15 arkkia
Puhdistusliinat	30 arkkia
Spaatteli (iso)	1
Spaatteli (pieni)	1
Sekuntikello	1
Lyijykynä	1
Kumi	1
Musta kuulakärkikynä	1
Tussi lasitavaralle	1
Viivain	1

Yhteiset välineet	Lukumäärä
UV-lamppu TLC:n katselua varten	2 per laboratorio
Kolorimetri	5 per laboratorio
Kumihanskat	Kaiki koot (S, M, L, XL) saatavilta laboratorioassistentilta pyydettyäessä
Jää-ämpäri	1 per laboratorio

Tehtävään P1

Henkilökohtaiset välineet	Lukumäärä
Statiivi, jossa on:	1
- Pieni koura	2
- Iso koura	1
Hioksellinen erlenmeyerkolvi, 100 ml	1
Hioksellinen erlenmeyerkolvi, 50 ml	1
Pystyjäähdytin	1
Kuumentava sekoitin	1
Kiteytysmalja	1
Sekoitusmagneetti	1
Imupullo	1
Büchner-suppilo kumiadapterilla	1
Minigrip-pussi, jossa kolme suodatinpaperia	1
Petrimalja	1
TLC-kammio tekstillä “TLC elution chamber”	1
Minigrip-pussi, jossa 3 TLC-levyä (joissa fluoresenssi-indikaattoria) merkittyinä kilpailijatunnuksella	1
TLC-kapillaarit (petrimaljassa)	4
Muovipinsetit	1
Lasisauva	1
Mittalasi, 25 ml	1
Dekanterilasi, 150 ml	2
Muovinen kiinteänaineen suppilo	1
Kertakäyttöinen muovipipetti	2
Tumma, korkillinen 1,5 ml:n lasiviali TLC-näytteelle, merkittyinä kirjaimilla C ja R	2

Etukäteen punnittu tumma lasiviala korkilla, 10 ml, merkittynä kilpailijatunnuksella	1
Magneettinen sekoitusmagneetin poistaja	1

Tehtävään P2

Henkilökohtaiset välineet	Lukumäärä
Täyspipetti, 10 ml	1
Mittapipetti, 10 ml	3
Mittapipetti, 5 ml	3
Koeputkiteline	1
Koeputki	15
Koeputken korkki	7
Kolorimetrin kyveti, kyvetin leveys 1,0 cm	2
Dekantterilasi, 100 ml	2
Kertakäyttöinen muovipipetti	15

Tehtävään P3

Henkilökohtaiset välineet	Lukumäärä
Statiivi byretinpidikkeellä	1
Byretti, 25 ml	1
Lasisuppilo	1
Erlenmeyerkolvi, 100 ml	3
Erlenmeyerkolvi, 250 ml	3
Dekantterilasi, 150 ml	1
Dekantterilasi, 100 ml	2
Mittapullo, 100 ml, korkilla	1
Täyspipetti, 50 ml	1
Täyspipetti, 25 ml	1
Täyspipetti, 20 ml	1
Mittalasi, 25 ml	1
Mittalasi, 10 ml	1
Mittalasi, 5 ml	1
Kertakäyttöinen muovipipetti	3
Parafilmi	20 arkkia

Tehtävä P1 13% kokonais- pistemää- rystä	Kysymys	Saanto	Puhtaus	TLC	P1.1	P1.2	Yhteensä
	Pisteitä	12	12	8	2	3	37
	Saadut pisteet						

Tehtävä P1. Nitrobentsaldehydin hapetuksen vihertäminen

Vuosikymmenten ajan kemistit ovat yrittäneet korvata hapetusprosessien haitalliset reagenssit vaarallisen jätteen vähentämiseksi. Tässä tehtävässä hapettimeksi on valittu kaliumperoksimonosulfaatti, koska se tuottaa vain vaarattomia ja saastuttamattomia sulfaattisuoloja. Reagenssi on annettu kauppanimellään Oxone®.

Lisäksi reaktio suoritetaan vesi-etanoliseoksessa, jotka molemmat luokitellaan vihreiksi liuottimiksi.

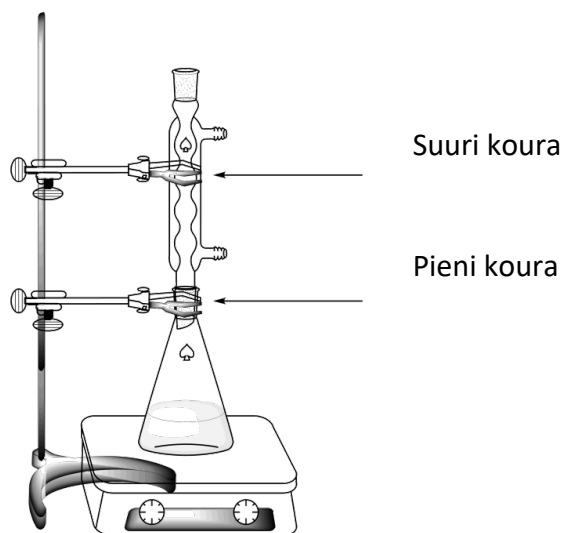
Tehtäväsi on hapettaa 4-nitrobentsaldehydi, uudelleenkiteyttää tuote, vertailla TLC-eluentteja ja tarkastaa tuotteen puhtaus TLC:n avulla.

Huomio: Etanolijäte ja eluentti täytyy hävittää kaatamalla ne "Organic Waste" -merkittyyn pulloon.

Työn suoritus

I. 4-Nitrobentsaldehydin hapetus

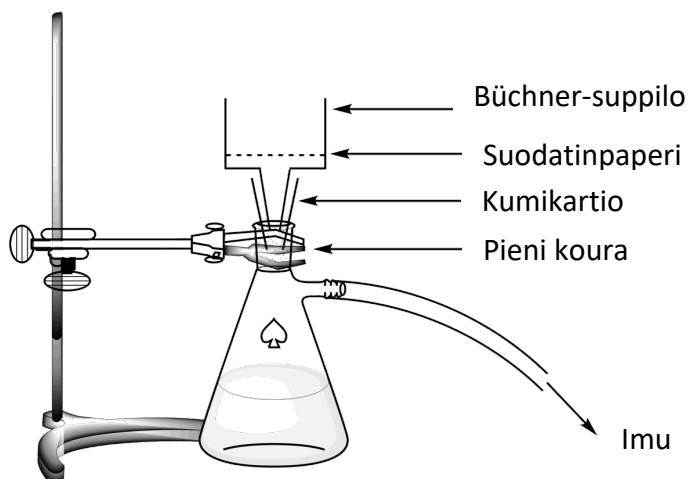
- Sekoita** 20 ml vettä ja 5 ml etanolia.
- Laita** sekoitusmagneetti 100 ml:n **hiokselliseen** erlenmeyerkolviin.
- Siirrä** ennaltapunnittu 1,51 g 4-nitrobentsaldehydiä erlenmeyerkolviin. **Lisää** valmistamasi vesi-etanoliseos kokonaan. **Kiinnitä** erlenmeyerkolvi kouralla stativiin. **Käynnistä sekoitus**, sitten **lisää** ennaltapunnittu 7,87 g Oxonea®.
- Kiinnitä** pallojähdytin löysäämällä suuri koura ja asettamalla hiokset kohdalleen (katso Kuva 1). **Nosta** HELP-korttisi. Assistentti tulee avaamaan vesikierron ja laittamaan lämmityksen päälle.
- Lämmitä** reaktioseosta niin, että se kevyesti refluksoituu (n. 1 pisara tiivistyy per sekunti) 45 minuutin ajan. Lämpölevyn merkinnän pitäisi täsmätä sopivaan refluksointilämpötilaan.



Kuva 1. Refluksointilaitteisto

6. **Sammuta** lämmitys. **Poista** lämpölevy ja **anna** reaktioseoksen jäähtyä 10 minuuttia. **Aseta** sitten erlenmeyerkolvi jää-vesiseoksella täytettyyn kiteytysmaljaan. **Anna** seoksen jäähtyä toiset 10 minuuttia.

7. **Kasaa** imusuodatuslaitteisto (katso Kuva 2) käyttäen Büchner-suppiloa, suodatinpaperia ja imupulloa, joka on kiinnitetty pienellä kouralla statiiviin. **Nosta** HELP-korttisi. Assistentti tulee näyttämään miten imupullosi yhdistetään imuun.



Kuva 2. Imusuodatuslaitteisto

8. **Kastele** suodatinpaperi vedellä ja **varmista**, että se peittää kaikki suppilon reiät.

9. **Kaada** raakatuotesuspensio Büchner-suppiloon ja **avaa** imu. **Pese** kiinteää tuotetta huolellisesti ionivaihdetulla vedellä (ainakin 4×20 ml).

10. **Anna** ilman virrata saostuman läpi 5 minuuttia. **Irrota** imuletku. **Käytä** pientä spaattelia siirtääksesi spaattelinkärjellisen raakatuotetta tummaan 1,5 ml:n vialiin, **merkitty C**. **Sulje** viali ja **säästä** se osioon III.

11. **Siirrä** kaikki jäljelle jäänyt kiinteä aine 50 ml:n hiokselliseen erlenmeyerkolviin.

12. **Hävitä** suodos “Organic waste” -pulloon, **pese** imupullo ja Büchner-suppilo etanolilla ja vedellä. **Käytä** “Organic waste” -pulloa etanolijätteen keräämiseen.

II. Tuotteen uudelleenkiteyttäminen

13. **Sekoita** 9 ml vettä ja 21 ml etanolia.

14. **Suorita** raakatuotteen uudelleenkiteyttäminen 50 ml:n hioksellisessa erlenmeyerkolvissa sopivalla määrällä vesi-etanoliseosta käyttäen samaa refluksointilaitteistoa (katso Kuva 1). **Nosta** HELP-korttisi. Assistentti tulee avaamaan vesikierron ja laittamaan lämmityksen päälle. **Lisää** liuotinta jäähdyttimen yläpäästä.

15. Kun tuote on kiteytynyt, **kerää** kiinteä aine kuten edellä (kohdasta I.7 kohtaan I.10). **Käytä** pientä spaattelia siirtääksesi spaattelinkärjellisen uudelleenkiteytettyä tuotetta 1,5 ml:n tummaan vialiin, **merkitty R**. **Sulje** viali ja **säästä** se osioon III.

16. **Siirrä** puhdistettu tuote ennaltapunnittuun vialiin, joka on merkitty kilpailijatunnuksellasi. **Sulje** viali.

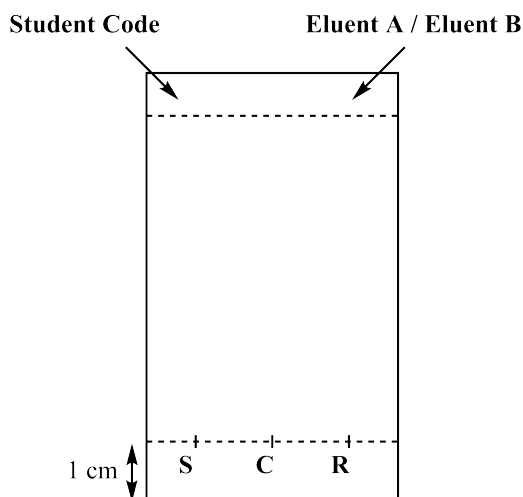
17. **Hävitä** suodos “Organic waste” -pulloon ja **nosta** HELP-korttisi. Assistentti tulee sammuttamaan vesikierron.

III. TLC-analyysi

1. **Valmistele eluutiokammio.** **Laita** eluutiokammion pohjalle noin 0,5 cm korkeuteen asti eluuttia A. Peitä kammio petrimaljalla. **Odota** hetki, että eluuttia haihtuu kammiossa kyllästäten kammion ilman eluutilla.

2. **Valmistele näytteesi.** Sinulle on annettu 4-nitrobentsaldehydinäyte pienessä tummassa vialissa, jossa on merkintä **TLC standard** (merkitään **S** TLC-levyllä). Olet säästänyt pienen näytteen raakatuotetta (viali **C**) ja uudelleenkiteytettyä tuotetta (viali **R**). **Lisää** noin 1 ml etanolia kuhunkin vialiin näytteiden liuottamiseksi.

3. **Valmistele TLC-levysi.** **Piirrä** lyijykynällä varovasti aloitusviiva (1 cm levyn alareunasta) ja **merkitse** paikat 3 näytteellesi. **Merkitse** ne kirjaimin **S** (lähtöaine), **C** (raakatuote) ja **R** (uudelleenkiteytetty tuote) kuten on esitetty Kuvassa 3. **Kirjoita** kilpailijatunnuksesi levyn vasempaan yläkulmaan. **Kirjoita** käytetty eluutti levyn oikeaan yläkulmaan (ensin **Eluent A**, sitten **Eluent B**). **Apliko** kolme näytettä levyllä käyttäen kapillaariputkia.



Kuva 3. TLC-levyn valmistelu

4. **Suorita TLC-analyysi.** **Aseta** TLC-levy pinseteillä eluutiokammioon ja **peitä** kammio petrimaljalla. **Anna** eluuttin **nousta** noin 1 cm päähän levyn yläreunasta. **Nosta** levy pinseteillä, merkitse lyijykynällä eluuttin saavuttama raja ja anna levyn kuivua.

5. **Merkitse TLC-levyn täplät.** **Aseta** TLC-levy UV-lampun alle, joka on yhteisellä pöydällä. **Ympyröi** kaikki näkyvät täplät lyijykynällä.

6. **Hävitä eluutti kaatamalla se “Organic waste” -pulloon.**

7. **Toista** kohdat 1, 3, 4, 5 ja 6 eluutilla B.

8. **Aseta** levysi kilpailijatunnuksellasi merkittyyn minigrip-pussiin.

TLC-analyysisi tulokset. (**täydennä** kuvat tuloksillasi). Voit käyttää näitä piirroksia apuna vastatessasi analyysiä koskeviin kysymyksiin. Piirroksia ei arvostella.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Kokeen lopuksi laboratorioassistentti kerää seuraavat asiat:

- Lasiviali merkittynä **kilpailijatunnuksellasi** sisältäen uudelleenkitetytyn tuotteen;
- TLC-levyt A ja B minigrip-pussissa merkittynä **kilpailijatunnuksellasi**.

Palautetut asiat		
Uudelleenkitetty tuote	☐	
TLC-levy A	☐	
TLC-levy B	☐	
Allekirjoitukset Kilpailija Assistentti		

Kysymykset

1. **Esitä** orgaanisen lopputuotteen rakenne, kun 4-nitrobentsaldehydi ja Oxone[®] reagoivat.

2. **Vastaa** TLC-analyysisi perusteella seuraaviin kysymyksiin.

- Kumpi eluentti on parempi reaktion etenemisen seuraamiseen?

☐ **A** ☐ **B**

- Raakatuote (C) sisältää jäämiä 4-nitrobentsaldehydistä.

☐ **Oikein** ☐ **Väärin**

- Uudelleenkiteytetty tuote (R) sisältää jäämiä 4-nitrobentsaldehydistä.

☐ **Oikein** ☐ **Väärin**

Tehtävä P2 14% kokonais- pisteistä	Kysymys	Kalibrointi	Raudan määrittys	P2.1	P2.2	P2.3	Stoikiometrian määrittys	P2.4	P2.5	Yhteensä
	Pisteitä	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Saadut pisteet									

Tehtävä P2. Viinin rautakausi

Rauta on alkuaine, jota löytyy viinistä luonnollisesti. Kun sen konsentraatio ylittää 10-15 mg litrassa, rauta(II):n hapettuminen rauta(III):ksi saattaa johtaa laadun heikkenemiseen saostumien muodostumisen vuoksi. Siksi on tärkeää määrittää viinin rautapitoisuus sen tuotannon aikana.

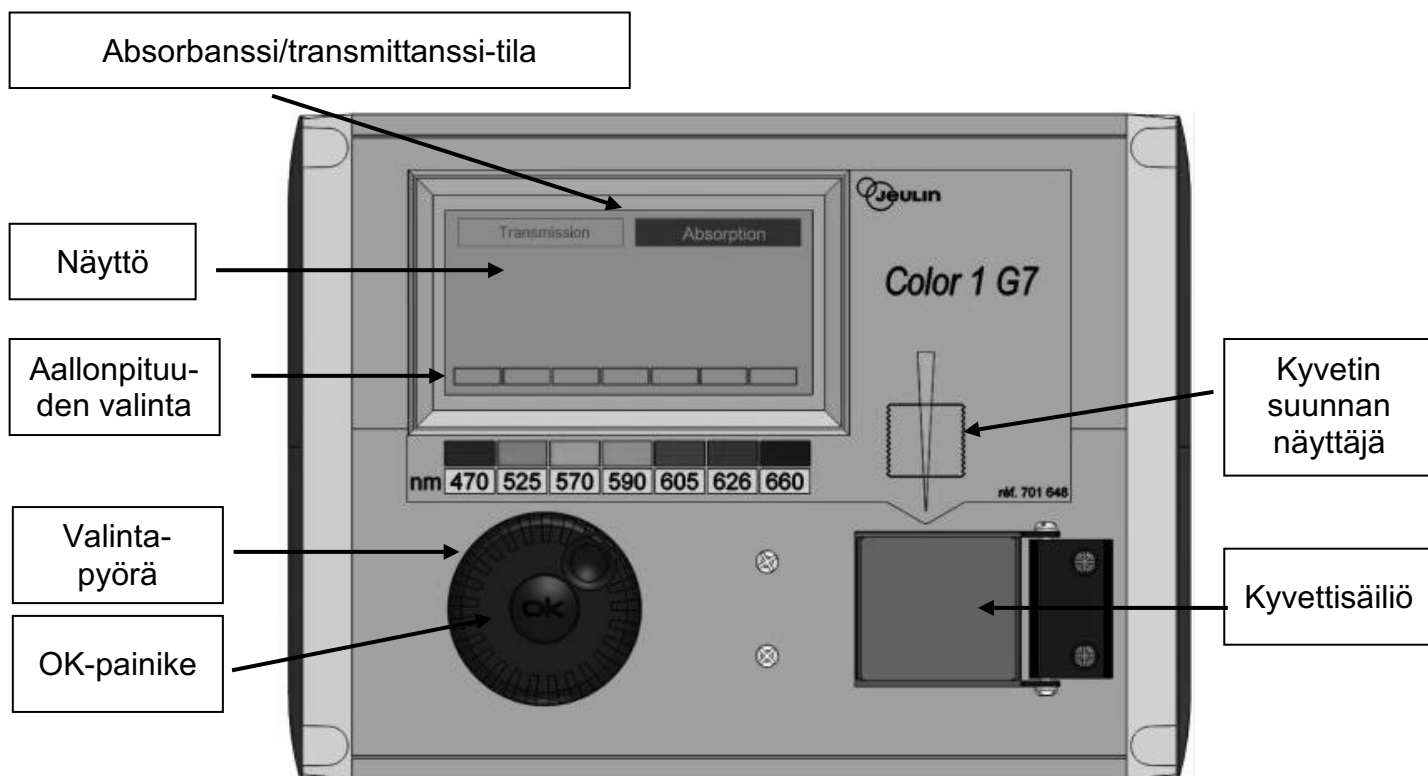
Koska raudan konsentraatio on hyvin pieni, raudan määrittämiseksi käytetään rauta(III):n värillistä kompleksia tiosyanaattiligandin SCN^- kanssa spektrofotometrisillä mittauksilla.

Tehtäväsi on määrittää raudan kokonaiskonsentraatio annetusta valkoviinistä käyttäen spektrofotometriä sekä määrittää tiosyanaatti-rauta(III)kompleksin stoikiometria.

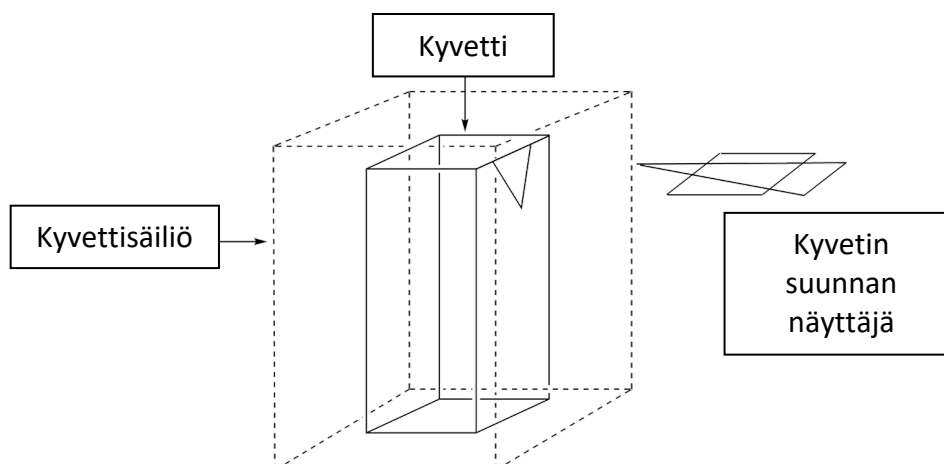
VAROITUS

- Tässä tehtävässä sinulle annetaan kaksi rauta(III)liuosta sekä kaksi kaliumtiosyanaattiliuosta, joilla on eri konsentraatiot. Ole hyvin tarkkana, ettet sekoita niitä.
- Kun liuokset ovat valmiita spektrofotometriin mittauksiin, mittaa absorbanssi viimeistään yksi tunti tiosyanaattiliuoksen lisäämisen jälkeen.
- Kun tarvitset kolorimetriä, nosta HELP-korttisi. Laboratorioassistentti antaa sinulle merkityn kolorimetrin. Tämä kolorimetri on omassa käytössäsi enintään 15 minuuttia. Laboratorioassistentti ottaa sen takaisin heti, kun olet lopettanut tai kun 15 minuuttia on kulunut. Jos yhtään kolorimetriä ei ole vapaana kyseisellä hetkellä, sinut lisätään odotuslistaan.
- Kolorimetrin käyttöohjeet on esitetty seuraavalla sivulla.
- Voit pyytää kolorimetriä vain kolmesti tässä tehtävässä.

Kolorimetrim käyttöohjeet



- Kytke kolorimetri seinään.
- Tarkista, että "Absorbance" on korostettu. Jos ei ole, käännä valintapyörää, kunnes katkoviiva ilmestyy "Absorbance"-kohdan ympärille ja paina sitten OK-painiketta.
- Käännä valintapyörää, kunnes katkoviiva ilmestyy halutun aallonpituuden ympärille (470 nm). Paina OK-painiketta.
- Aseta kyvettisäiliöön kyveti, jossa on noin 3 cm:n korkeuteen nollausliuosta. Ole huolellinen valitaksesi kyvetille oikean suunnan (katso kyvetin suunnan näyttäjää kolorimetrissä, säde on keltaisen nuolen suuntaisesti, katso alla olevaa kuvaa), ja painaaksesi kyvetin alas pohjaan asti. Sulje kansi.
- Käännä valintapyörää, kunnes katkoviiva ilmestyy "Absorbance"-kohdan ympärille ja paina sitten OK-painiketta. Valintapyörää käyttäen korosta "Calibration" ja paina sitten OK-painiketta.
- Odota kunnes näytöllä lukee 0.00 (tai -0.00).
- Aseta laitteeseen kyveti, jossa on analyysiliuosta noin 3 cm:n korkeuteen asti. Sulje kansi.
- Lue absorbanssin arvo.



I. Viinin rautapitoisuuden määrittäminen

Tässä osassa tarvitset 0,000200 M rauta(III)liuoksen sekä 1 M kaliumtiosyanaattiliuoksen.

Työn suoritus

1. **Valmistele** 6 koeputkea laittamalla jokaiseen putkeen tarvittavat tilavuudet annettuja liuoksia, kuten alla olevassa taulukossa on kuvattu.

Koeputki #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M rauta(III)liuos	1,0 ml	2,0 ml	4,0 ml	6,0 ml		
1 M perkloorihappoliuos	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml
Viini					10,0 ml	10,0 ml
Vetyperoksidiliuos					0,5 ml	0,5 ml
Ionivaihdettu vesi	9,5 ml	8,5 ml	6,5 ml	4,5 ml		1,0 ml

2. **Laita** koeputkiin korkit ja **homogenisoi** liuokset.

3. **Lisää** 1,0 ml 1 M kaliumtiosyanaattiliuosta koeputkiin 1, 2, 3, 4 ja 5. **Älä** lisää koeputkeen 6. **Laita** koeputkiin korkit ja **homogenisoi** liuokset.

4. Kun kaikki koeputket ovat valmiita, **nosta** HELP-korttisi saadaksesi kolorimetrin laboratorioassistentilta.

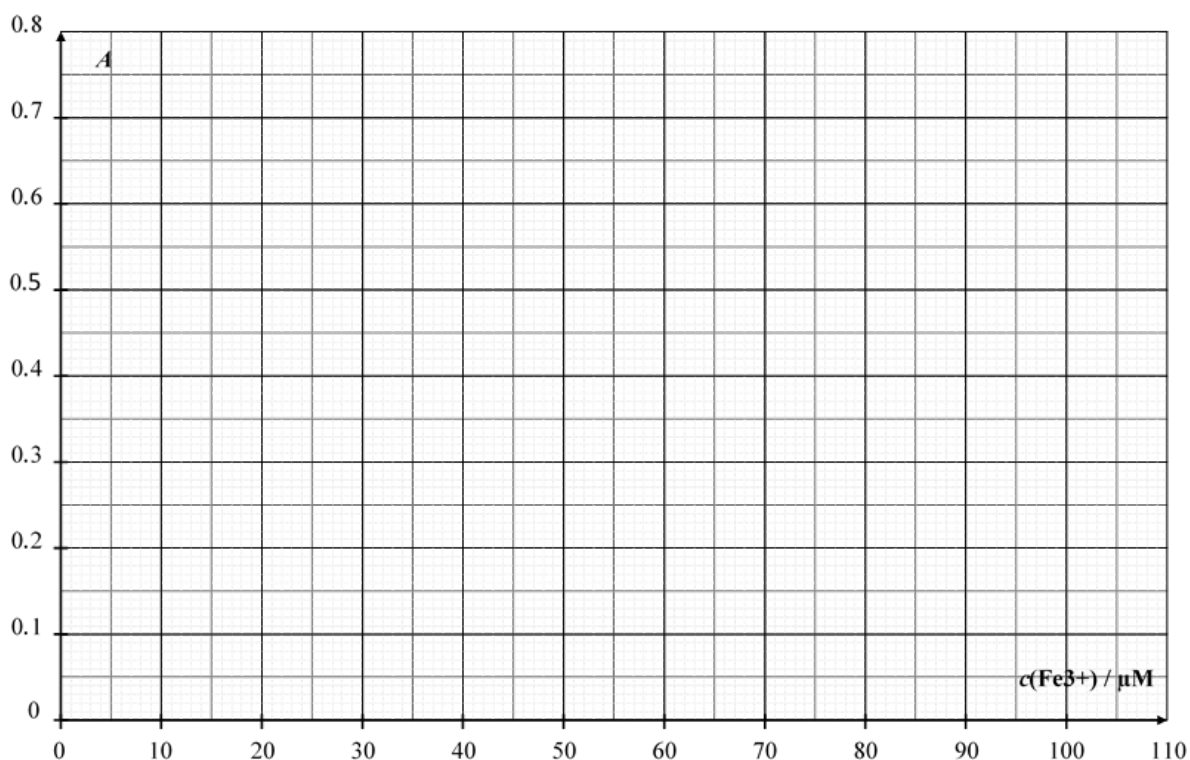
5. **Valmistele** kolorimetri edellä olevan ohjeen mukaan (katso sivu 16). **Aseta** aallonpituus 470 nm:iin. **Käytä** nollaukseen ionivaihdettua vettä.

6. **Mittaa** jokaisen koeputken absorbanssi (1:stä 6:een) tällä aallonpituudella. **Kirjoita** tulokset seuraavaan taulukkoon. **Nosta** HELP-korttisi palauttaaksesi kolorimetrin.

Koeputki #	1	2	3	4	5	6
Absorbanssi (470 nm:ssä)						
Fe ³⁺ :n analyttinen konsentraatio koeputkessa $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Kolorimetrin koodi						

Kysymykset

1. **Piirrä** kuvaaja koeputkien 1–4 absorbansseista A liuoksessa olevan Fe^{3+} :n analyttisen konsentraation funktiona.



- Seuraavassa taulukossa rastita datasta ne koeputket, jotka otat huomioon kalibraatiosuoraa laatiessasi.

Koeputki #	1	2	3	4
Kalibraatiosuoran laatimisessa käytetyt absorbanssiarvot				

2. Käyttäen edeltävää kuvaajaa ja valitsemaasi dataa, **piirrä** kalibraatiosuora edeltävään kuvaajaan ja **määritä** Fe^{3+} :n analyttinen konsentraatio (yksikkönä $\mu\text{mol/l}$) koeputkessa 5.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{KOEPUTKI 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol/l}$$

Jos et osannut laskea $c(\text{Fe}^{3+})$:ta, voit käyttää arvoa $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol/l}$ tehtävän loppuosassa.

3. **Laske** raudan massakonsentraatio tutkitussa viinissä (mg per litra).

$$c_m(\text{rauta}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

II. Kompleksin stoikiometrian määrittäminen

Tässä osassa tarvitset 0,00200 M rauta(III)liuoksen ja 0,00200 M kaliumtiosyanaattiliuoksen.

Työn suoritus

Tämän tehtävän osassa I käytimme rauta(III)tiosyanaattikompleksin väriä määrittääksemme raudan konsentraation viininäytteessä. Tämän tehtävän osassa II pyritään selvittämään $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ -kompleksin stoikiometria (veden koordinaatiota ei ole näytetty). Kompleksissa a ja b ovat kokonaislukuja, joiden arvot eivät ole suurempia kuin 3.

Tähän osaan sinulle annetaan seuraavat vesiliuokset:

- 0,00200 M rauta(III)liuos (tehty jo valmiiksi happamaksi) (80 ml)
- 0,00200 M kaliumtiosyanaattiliuos (80 ml)

Sinulla on myös koeputket (varustettuna korkeilla, jotka voit pestä ja kuivata), mittapipettejä, spektrofotometrin kyveti, kolorimetri (pyynnöstä) sekä kaikki muu paikallasi oleva laboratoriotavara, jonka ajattelet olevan hyödyksi.

1. **Täytä** seuraavan taulukon kaksi ensimmäistä riviä sellaisilla tilavuusarvoilla, joiden avulla pystyt määrittämään kompleksin stoikiometrian spektrofotometrisillä mittauksilla. *Sinun ei tarvitse täyttää kaikkia sarakkeita.* **Laske** kolmannelle riville rauta(III):n mooliosuus jokaisessa koeputkessa käyttäen seuraavaa yhtälöä.

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

Koeputki #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0,00200 M rauta(III)liuoksen tilavuus $V_{\text{Fe(III)}}$ / ml									
0,00200 M kaliumsyanaattiliuoksen tilavuus V_{SCN^-} / ml									
Rauta(III):n mooliosuus $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbanssi (470 nm:ssä)									
Kolorimetrin koodi									

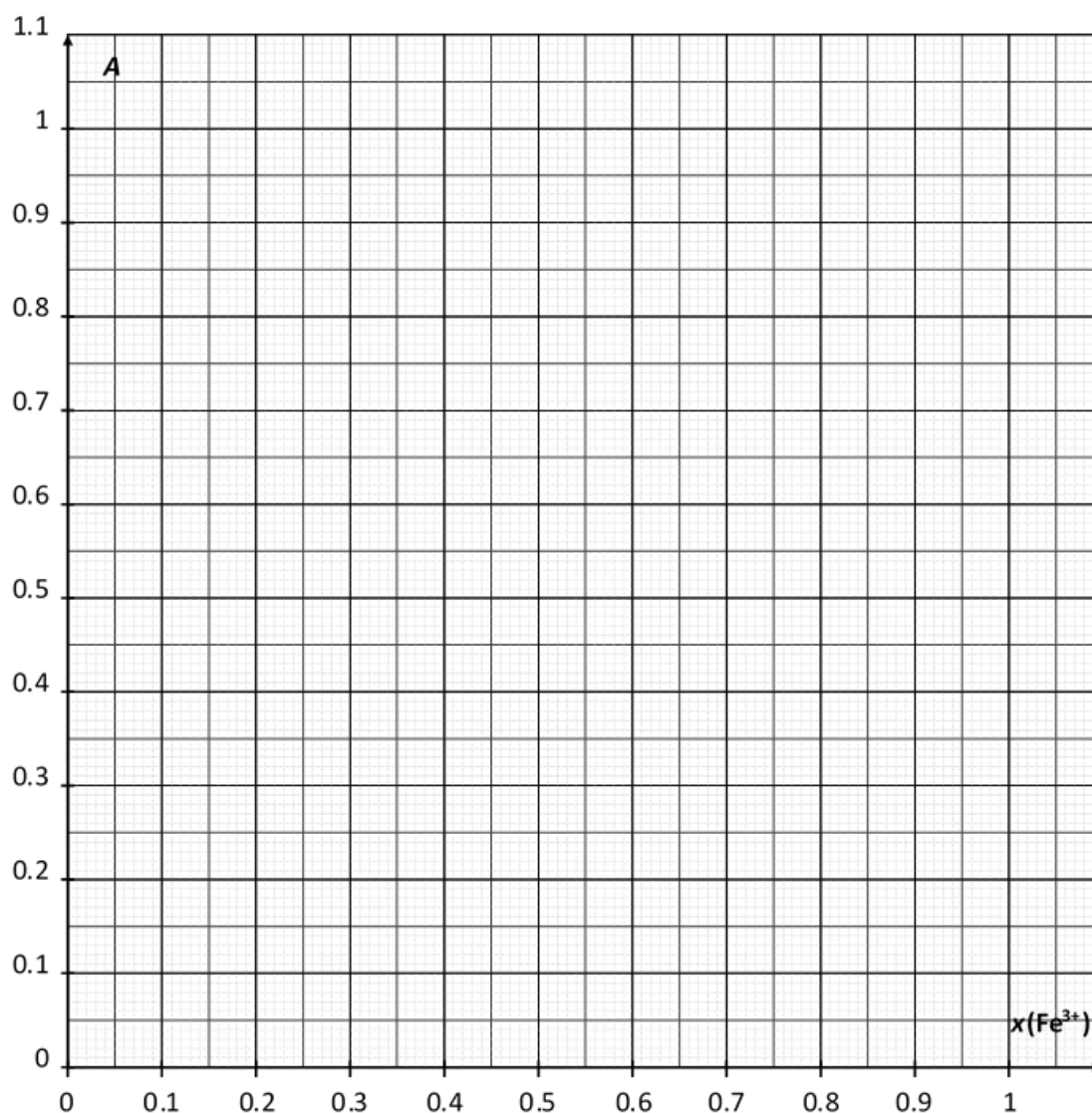
2. **Valmistele** koeputket. Kun kaikki koeputket ovat valmiit, **nosta** HELP-korttisi saadaksesi kolorimetrin laboratorioassistentilta.

3. **Valmistele** kolorimetri kuten edellä (sivu 16). **Aseta** aallonpituus 470 nm:iin. **Käytä** kolorimetrin nollaukseen ionivaihdettua vettä.

4. **Määritä** jokaisen koeputken absorbanssi tällä aallonpituudella. **Kirjoita** tulokset edelliseen taulukkoon.

Kysymykset

4. **Piirrä** kuvaaja koeputkien absorbansseista A rauta(III):n mooliosuuden $x(\text{Fe}^{3+})$ funktiona.



5. **Määritä** $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ -kompleksin stoikiometria tekemiesi kokeiden tulosten perusteella.

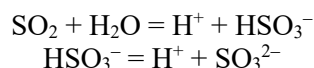
$a =$ _____

$b =$ _____

Tehtävä P3 13% kokonais- pistemäärästä	Kysymys	Titraus I	Titraus II	Titraus III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Yhteensä
	Pisteitä	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Saadut pisteet									

Tehtävä P3. Viiniä säilytettäväksi

Rikkidioksidia, SO_2 , käytetään viineissä säilöntäaineena. Kun SO_2 :a lisätään viiniin, se voi reagoida veden kanssa bisulfiitti-ioneiksi, HSO_3^- , ja protoneiksi, H^+ . Bisulfiitti voi edelleen muuttua toisen protonin irtoamisella sulfiitiksi, SO_3^{2-} .



Rikkidioksidin nämä kolme eri muotoa vedessä voivat reagoida viinien kemikaalien kuten asetaldehydin, pigmenttien, sokereiden jne. kanssa muodostaen tuotteita P. Rikkidioksidin kokonaiskonsentraatio on "vapaiden" muotojen (SO_2 , HSO_3^- ja SO_3^{2-}) ja P:n konsentraatioiden summa.

Säilöntäainekonsentraatio on säännelty, koska sulfiitti ja rikkidioksidi voivat olla haitallisia joillekin ihmisille. EU:ssa suurin sallittu rikkidioksidipitoisuus on punaviineissä 100 mg/l ja valko- ja roséviineissä 150 ml/l.

Tehtäväsi on määrittää annetun valkoviinin kokonaisrikkidioksidikonsentraatio jodometrisellä titrauksella.

Työn suoritus

I. Natriumtiosulfaattiliuoksen standardointi

- Sinulle on annettu noin 100 mg näyte puhdasta kaliumjodaattia, KIO_3 . Tarkka massa lukee vialin etiketissä. **Kirjoita** massa alla olevaan taulukkoon.
- Valmista** 100 ml kaliumjodaattiliuosta 100 ml:n mittapulloon käyttäen kiinteä kaliumjodaattinäyte kokonaan ja ionivaihdettua vettä. Tätä liuosta merkitään **S**.
- Lisää** 100 ml erlenmeyerkolviin:
 - täyspipetillä 20 ml liuosta **S**;
 - 5 ml:n mittalasilla 5 ml kaliumjodidiliuosta (0,5 M);
 - 10 ml:n mittalasilla 10 ml rikkihappoliuosta (2,5 M).
- Sekoita** erlenmeyerkolvia, **peitä** se parafilmillä ja **pidä** sitä kaapissa ainakin viisi minuuttia.
- Täytä** byretti natriumtiosulfaattiliuoksella dekanterilasiasia käyttäen. **Titraa** erlenmeyerkolvin sisältö jatkuvasti sekoittaen. Kun liuos on muuttunut vaaleankeltaiseksi, **lisää** kymmenen pisaraa tärkkelysliuosta ja **jatka titrausta**, kunnes liuos muuttuu värittömäksi. **Kirjoita** kulutus V_1 alla olevaan taulukkoon.
- Toista** vaiheita 3-5 tarpeen mukaan.

Kaliumjodaatin massa (kirjoita tähän vialissa lukeva arvo)	
Analyysinumero	V_1 / ml
1	
2	
3	
Laskuissa käytettävä arvo V_1 / ml	

II. Jodiliuoksen standardointi

- Siirrä** täyspipetillä 25 ml jodiliuosta (merkitty " I_2 ") 100 ml erlenmeyerkolviin.
- Titraa** erlenmeyerkolvin sisältö natriumtiosulfaattiliuoksella. Kun liuos on muuttunut vaaleankeltaiseksi, **lisää** kymmenen pisaraa tärkkelysliuosta ja **jatka titrausta**, kunnes liuos muuttuu värittömäksi. **Kirjoita** kulutus V_2 alla olevaan taulukkoon.
- Toista** vaiheita 1-2 tarpeen mukaan.

Analyysi numero	V_2 / ml
1	
2	
3	
Laskuissa käytettävä arvo V_2 / ml	

III. Kokonaisrikkidioksidin määrittäminen

1. **Siirrä** täyspipetillä 50 ml viiniä 250 ml erlenmeyerkolviin.
2. **Lisää** 25 ml:n mittalasilla 12 ml natriumhydroksidiliuosta (1 M). **Peitä** kolvi parafilmillä, **sekoita** sisältöä hetki ja anna kolvin sitten seistä ainakin 20 minuuttia.
3. **Lisää** muovisilla kertakäyttömittapipeteillä 5 ml rikkihappoliuosta (2,5 M) ja noin 2 ml tärkkelysliuosta.
4. **Titraa** erlenmeyerkolvin sisältö byretissä olevalla jodiliuoksella, kunnes tumma väri ilmestyy ja säilyy ainakin 15 sekuntia. **Kirjoita** kulutus V_3 alla olevaan taulukkoon.
5. **Toista** vaiheita 1-4 tarpeen mukaan.

Analyysinumero	V_3 / ml
1	
2	
3	
Laskuissa käytettävä arvo V_3 / ml	

Kysymykset

1. **Laadi ja tasapainota** kaikkien natriumtiosulfaattiliuoksen standardoinnissa tapahtuvien reaktioiden reaktioyhtälöt.

2. **Laske** natriumtiosulfaattiliuoksen molaarinen konsentraatio. Kaliumjodaatin moolimassa on $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g/mol}$.

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

Ellet osannut laskea $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$:a, voit käyttää seuraavissa kohdissa arvoa $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol/l}$

3. **Laske** jodiliuoksen molaarinen konsentraatio.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol/l}$$

Ellet osannut laskea $c(I_2)$:a, voit käyttää seuraavissa kohdissa arvoa $c(I_2) = 0,00700 \text{ mol/l}$.

4. **Kirjoita** jodin I_2 ja rikkidioksidin SO_2 välisen reaktion reaktioyhtälö olettaen että rikkidioksidi hapettuu sulfaatti-ioniksi SO_4^{2-} .

5. **Laske** rikkidioksidin kokonaismassakonsentraatio viinissä (mg per litra). Rikkidioksidin moolimassa on $M(\text{SO}_2) = 64,1 \text{ g/mol}$.

$$c_{\text{m}}(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

ANNETUT VÄLINEET JA REAGENSIT

Vahingon numero	Kilpailijan allekirjoitus	Laboratorioassistentin allekirjoitus
1 (ei rangaistusta)		
2		
3		
4		
5		