GRC_3

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΗ ΕΞΕΤΑΣΗ

51st — International Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019

Making science together!

2019-07-24

2018 ANNÉE DE LA CHIMIE de l'école à l'université 2019

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE ET DE LA JEUNESSE

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

Γενικές οδηγίες

- Το φύλλο των εργαστηριακών ασκήσεων περιέχει 28 σελίδες.
- Πριν την έναρξη της εργαστηριακής εξέτασης θα δοθεί η εντολή **Read**. Θα έχετε 15 λεπτά, για να μελετήσετε το φύλλο των εργαστηριακών ασκήσεων, πριν ξεκινήσετε τα πειράματα. Σε αυτό το χρόνο μπορείτε μόνο να **διαβάσετε και όχι να γράψετε οτιδήποτε ή να χρησιμοποιήσετε την υπολογιστική μηχανή.**
- Μόλις δοθεί το σήμα έναρξης **Start** μπορείτε να αρχίσετε. Η εργαστηριακή εξέταση έχει διάρκεια **5 ώρες**.
- Μπορείτε να εργαστείτε στα πειράματα με οποιαδήποτε σειρά, αλλά **συστήνεται να ξεκινήσετε με την άσκηση P1**.
- Όλες οι μετρήσεις και οι απαντήσεις πρέπει να καταχωρούνται **με στυλό στους καθορισμένους χώρους**, στο παρόν φύλλο εξέτασης. Οποιεσδήποτε απαντήσεις εκτός των συγκεκριμένων χώρων δεν θα βαθμολογηθούν.
- Αν χρειάζεστε πρόχειρα φύλλα, να χρησιμοποιείστε το πίσω μέρος των φύλλων εξέτασης. Υπενθυμίζετε ότι **οτιδήποτε αναγραφεί εκτός των καθορισμένων χώρων δεν θα βαθμολογηθεί.**
- **Η επίσημη Αγγλική έκδοση** της εργαστηριακής εξέτασης είναι διαθέσιμη, αν ζητηθεί, και χρησιμεύει μόνο για διευκρινιστικούς σκοπούς.
- Να ανασηκώσετε την κατάλληλη κάρτα εάν χρειαστεί, για να βγείτε από το εργαστήριο για ένα μικρό διάλειμμα ή για να πάρετε κάποιο γεύμα. Ο επιβλέποντας του εργαστηρίου σας, θα έρθει για να σας συνοδεύσει.
- Να μην χρησιμοποιήσετε τα ράφια πάνω από τους πάγκους σας, για λόγους ισότητας.
- Πρέπει να **ακολουθείτε τους κανόνες ασφαλείας** που σας έχουν δοθεί μέσω των κανονισμών της IChO. Αν παραβιάσετε τους κανόνες ασφαλείας θα έχετε μόνο μια φορά προειδοποίηση από τον επιβλέποντα του εργαστηρίου. Μετά την πρώτη προειδοποίηση, οποιαδήποτε επόμενη παραβίαση θα οδηγήσει στην αποβολή σας από το εργαστήριο και θα βαθμολογηθείτε με 0 στην εργαστηριακή εξέταση.
- Οι χημικές ουσίες και τα γυαλικά, εκτός εάν διαφορετικά αναγράφεται, μπορούν να συμπληρωθούν ή να αντικατασταθούν χωρίς βαθμούς ποινής μόνο την πρώτη φορά. Οποιοδήποτε επόμενο περιστατικό, οδηγεί στην αφαίρεση 1 μονάδας από τις συνολικές 40 μονάδες της εργαστηριακής εξέτασης.
- Ο επιβλέπων του εργαστηρίου θα σας ενημερώσει 30 λεπτά πριν από το σήμα της λήξης **Stop**.
- Μόλις δοθεί το σήμα λήξης **Stop**, θα πρέπει να σταματήσετε οποιαδήποτε εργασία σας αμέσως. Μη συμμόρφωσή σας θα οδηγήσει σε μηδενισμό της εργαστηριακής σας εξέτασης.
- Μετά το σήμα λήξης **Stop**, ο επιβλέπων του εργαστηρίου θα έρθει κοντά σας για να υπογράψει το φύλλο απαντήσεών σας. Αφού υπογράψετε τόσο εσείς όσο και ο επιβλέπων, να τοποθετήσετε το βιβλίο της εξέτασης στον φάκελο και να το παραδώσετε μαζί με τα προϊόντα σας και τα πλακίδια χρωματογραφίας λεπτής στιβάδας (TLC) για αξιολόγηση.

Κανονισμοί εργαστηρίου και ασφαλείας

- Θα πρέπει να φοράτε κουμπωμένη την εργαστηριακή σας ποδιά. Να φοράτε κλειστά παπούτσια.
- Να φοράτε συνεχώς τα γυαλιά προστασίας και τα δικά σας γυαλιά οράσεως. Μην φοράτε φακούς επαφής.
- Μην τρώτε ή πίνετε οτιδήποτε στο εργαστήριο. Δεν επιτρέπονται οι τσίχλες.
- Να εργάζεστε στον καθορισμένο χώρο. Να διατηρείτε το χώρο σας καθώς και τους κοινούς χώρους επαρκώς συγυρισμένους.
- Δεν επιτρέπεται η εκτέλεση μη εγκεκριμένου πειράματος, ούτε και η τροποποίηση των πειραμάτων.
- Δεν επιτρέπεται η τοποθέτηση των. σιφωνίων στο στόμα. Χρησιμοποιείτε πάντοτε το πουάρ.
- Σε περίπτωση διαρροών ή σπασμένων γυαλικών απομακρύνετέ τα από τον πάγκο και το πάτωμα.
- Όλα τα απόβλητα πρέπει να απορρίπτονται κατάλληλα έτσι ώστε να αποφεύγονται ρύπανση ή τραυματισμός. Στον νεροχύτη μπορούν να απορριφθούν μη επικίνδυνα υδατοδιαλυτά εργαστηριακά απόβλητα. Τα οργανικά απόβλητα πρέπει να απορρίπτονται στα κατάλληλα επισημασμένα κλειστά δοχεία.

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 $c° = 1$ mol L^{-1} is omitted.

Avogadro's constant:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23}$ mol^{-1}
Universal gas constant:	$R = 8.314$ J mol^{-1} K^{-1}
Standard pressure:	$p° = 1$ bar $= 10^5$ Pa
Atmospheric pressure:	$P_{atm} = 1$ atm $= 1.013$ bar $= 1.013 \cdot 10^5$ Pa
Zero of the Celsius scale:	273.15 K
Faraday constant:	$F = 9.649 \cdot 10^4$ C mol^{-1}
Watt:	1 W = 1 J s^{-1}
Kilowatt hour:	1 kWh $= 3.6 \cdot 10^6$ J
Planck constant:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34}$ J s
Speed of light in vacuum:	$c = 2.998 \cdot 10^8$ m s^{-1}
Elementary charge:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19}$ C
Electrical power:	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency:	$\eta = P_{obtained}/P_{applied}$
Planck-Einstein relation:	$E = hc/\lambda$
Ideal gas equation:	$pV = nRT$
Gibbs free energy:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G° = -RT \ln K°$
	$\Delta_r G° = -n\,F\,E_{cell}°$
	$\Delta_r G = \Delta_r G° + RT \ln Q$
Reaction quotient Q for a reaction a A(aq) + b B(aq) = c C(aq) + d D(aq):	$Q = \frac{[C]^c[D]^d}{[A]^a[B]^b}$
Henderson−Hasselbalch equation:	$pH = pK_a + \log\frac{[A^-]}{[AH]}$
Nernst–Peterson equation:	$E = E^o - \frac{RT}{zF}\ln Q$
where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction	at $T = 298$ K, $\frac{RT}{F}\ln 10 \approx 0.059$ V
Beer–Lambert law:	$A = \varepsilon l c$

Rate laws in integrated form:

- Zero order:	$[A] = [A]_0 - kt$
- First order:	$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$
- Second order:	$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$
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 M = 1 mol L^{-1} 1 mM = 10^{-3} mol L^{-1} 1 μM = 10^{-6} mol L^{-1}

Περιοδικός Πίνακας

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 -

Επεξήγηση των δηλώσεων επικινδυνότητας GHS

Πιο κάτω αναγράφονται οι δηλώσεις επικινδυνότητας GHS (H-φράσεις) που σχετίζονται με τα υλικά που χρησιμοποιούνται στην εργαστηριακή εξέταση. Η επεξήγησή τους είναι:

Φυσικοί κίνδυνοι

H225 Άκρως εύφλεκτα υγρά και ατμοί.
H226 Εύφλεκτα υγρά και ατμοί.
H228 Εύφλεκτο στερεό.
H271 Μπορεί να προκαλέσει φωτιά ή έκρηξη. Ισχυρό οξειδωτικό.
H272 Μπορεί να εντείνει τη φωτιά. Οξειδωτικό
H290 Μπορεί να είναι διαβρωτικό για τα μέταλλα.

Κίνδυνοι για την υγεία

H301 Τοξικό σε περίπτωση κατάποσης.
H302 Επιβλαβές σε περίπτωση κατάποσης.
H304 Μπορεί να αποβεί θανατηφόρο σε περίπτωση κατάποσης ή εισόδου του στους αεραγωγούς.
H311 Τοξικό σε επαφή με το δέρμα.
H312 Επιβλαβές σε επαφή με το δέρμα.
H314 Προκαλεί σοβαρά δερματικά εγκαύματα και οφθαλμικές βλάβες.
H315 Προκαλεί ερεθισμό του δέρματος
H317 Μπορεί να προκαλέσει αλλεργική δερματοπάθεια
H318 Προκαλεί σοβαρή οφθαλμική βλάβη Causes serious eye damage.
H319 Προκαλεί σοβαρό οφθαλμικό ερεθισμό
H331 Τοξικό σε περίπτωση εισπνοής
H332 Επιβλαβές σε περίπτωση εισπνοής
H333 Μπορεί να είναι επιβλαβές σε περίπτωση εισπνοής
H334 Μπορεί να προκαλέσει αλλεργία ή κρίσης άσθματος ή αναπνευστικές δυσκολίες σε περίπτωση εισπνοής.
H335 Μπορεί να προκαλέσει ερεθισμό του αναπνευστικού συστήματος.
H336 Μπορεί να προκαλέσει υπνηλία και ζαλάδα.
H351 Ύποπτο για πρόκληση καρκίνου
H361 Ύποπτο για πρόκληση υπογονιμότητας ή καταστροφή του εμβρύου.
H371 Μπορεί να προκαλέσει βλάβη σε όργανα.
H372 Παρατεταμένη ή επαναλαμβανόμενη έκθεση προκαλεί βλάβες στα όργανα.
H373 Παρατεταμένη ή επαναλαμβανόμενη έκθεση μπορεί να προκαλέσει βλάβες στα όργανα.

Περιβαλλοντικοί Κίνδυνοι

H400 Πολύ τοξικό στην υδρόβια ζωή Very toxic to aquatic life.
H402 Επιβλαβές στην υδρόβια ζωή. Harmful to aquatic life.
H410 Πολύ τοξικό στην υδρόβια ζωή με παρατεταμένη επίδραση.
H411 Τοξικό στην υδρόβια ζωή με παρατεταμένη επίδραση.
H412 Επιβλαβές στην υδρόβια ζωή με παρατεταμένη επίδραση.

Χημικές ουσίες

Για όλες τις ασκήσεις

Χημικές ουσίες	Ένδειξη	GHS δήλωση επικινδυνότητας
Απιονισμένο νερό σε: Υδροβολέα (πάγκος) Πλαστική φιάλη (πάγκος) Πλαστικό δοχείο (απαγωγός)	**Deionized Water**	Μη επιβλαβές
Αιθανόλη, σε πλαστική φιάλη	**Ethanol**	H225, H319
Δείγμα λευκού κρασιού, 300 mL σε σκουρόχρωμη πλαστική φιάλη	**Wine sample**	H225, H319

Άσκηση P1

Χημικές ουσίες	Ένδειξη	GHS δήλωση επικινδυνότητας
4-νιτροβενζαλδεΰδη, 1.51 g σε σκουρόχρωμο γυάλινο φιαλίδιο	**4-nitrobenzaldehyde**	H317, H319
Διαλύτης ανάπτυξης A, 20 mL σε γυάλινο φιαλίδιο	**Eluent A**	H225, H290, H204, H314, H319, H336, H410
Διαλύτης ανάπτυξης B, 20 mL σε γυάλινο φιαλίδιο	**Eluent B**	H225, H290, H204, H314, H319, H336, H410
Oxone ® (υπεροξομονοθειικό κάλιο), 7.87 g σε πλαστική φιάλη	**Oxone ®**	H314
Δείγμα 4-νιτροβενζαλδεΰδης για την TLC	**TLC standard**	H317, H319

Άσκηση P2

Χημικές ουσίες	Ένδειξη	GHS δήλωση επικινδυνότητας
20 mL διαλύματος θειοκυανιούχου καλίου 1 M, σε πλαστική φιάλη	**KSCN 1 M**	H302, H312, H332, H412
60 mL διαλύματος θειοκυανιούχου καλίου 0.00200 M, σε πλαστική φιάλη	**KSCN 0.00200 M**	Μη επιλαβές
10 mL διαλύματος υπερχλωρικού οξέος 1 M, σε πλαστική φιάλη	**$HCℓO_4$**	H290, H315, H319
80 mL διαλύματος σιδήρου (III) 0.00200 M, σε πλαστική φιάλη	**Fe(III) 0.00200 M**	Μη επιβλαβές
80 mL διαλύματος σιδήρου (III) 0.000200 M, σε πλαστική φιάλη	**Fe(III) 0.000200 M**	Μη επιβλαβές
3 mL διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου 0.3 % σε σκούρα γυάλινη φιάλη	**H_2O_2**	Μη επιβλαβές

Άσκηση P3

Χημικές ουσίες	Ένδειξη	GHS δήλωση επικινδυνότητας[1]
200 mL διαλύματος ιωδίου 0.01 M, σε καφέ πλαστική φιάλη	**I_2**	H372
200 mL διαλύματος θειοθειικού νατρίου 0.03 M, σε πλαστική φιάλη	**$Na_2S_2O_3$**	Μη επιβλαβές
55 mL διαλύματος NaOH 1 M, σε πλαστική φιάλη	**NaOH**	H290, H314
80 mL διαλύματος θειικού οξέος 2.5 M, σε πλαστική φιάλη	**H_2SO_4**	H290, H315, H319
25 mL διαλύματος ιωδιούχου καλίου 0.5 M, σε πλαστική φιάλη	**KI**	H372
Περίπου 100 mg ιωδικού καλίου (η ακριβής μάζα αναγράφεται στην ετικέτα) σε γυάλινο φιαλίδιο	**KIO_3**	H272, H315, H319, H335
25 mL υδατικού διαλύματος αμύλου σε πλαστική φιάλη	**Starch**	Μη επιβλαβές

Εξοπλισμός
Για όλες τις ασκήσεις

Ατομικός εξοπλισμός	Ποσότητα
Ελαστικός αναρροφητήρας (πουάρ)	1
Γυαλιά ασφαλείας	1
Πλαστικό δοχείο 1L για οργανικά απόβλητα με ετικέτα "**Organic waste**"	1
Χαρτοπετσέτες	15 φύλλα
Μικρές χαρτοπετσέτες	30 φύλλα
Σπάτουλα (μεγάλη)	1
Σπάτουλα (μικρή)	1
Χρονόμετρο	1
Μολύβι	1
Γόμα	1
Μαύρο στυλό	1
Μαρκαδόρος για υαλικά	1
Χάρακας	1

Εξοπλισμός κοινής χρήσης	Ποσότητα
Λάμπα UV για εμφάνιση του TLC	2 ανά εργαστήριο
Φωτόμετρο	5 ανά εργαστήριο
Γάντια μιας χρήσης	Όλα τα μεγέθη (S, M, L, XL). Είναι διαθέσιμα μετά από αίτημά σας στον επιβλέποντα του εργαστηρίου
Κάδος με πάγο	1 ανά εργαστήριο

Για την άσκηση P1

Ατομικός εξοπλισμός	Ποσότητα
Ορθοστάτης με: Μικρούς σφιγκτήρες Μεγάλο σφιγκτήρα	1 2 1
Κωνική φιάλη με εσμύρισμα, 100 mL	1
Κωνική φιάλη με εσμύρισμα, 50 mL	1
Ψυκτήρας επαναρροής	1
Θερμαντική πλάκα με αναδευτήρα	1
Κρυσταλλωτήριο	1
Μαγνητάκι ανάδευσης	1
Φιάλη διήθησης κενού	1
Χωνί Büchner με ελαστικό σύνδεσμο	1
Πλαστική σακούλα με 3 χάρτινους ηθμούς	1
Τριβλίο Petri	1
Δοχείο ανάπτυξης TLC με ετικέτα **"TLC elution chamber"**	1
Πλαστική σακούλα με 3 πλακίδιαTLC (με φωσφορίζοντα δείκτη) με ετικέτα τον κωδικό του μαθητή	1
Τριχοειδή σωληνάκια TLC (μέσα στο τριβλίο Petri)	4
Πλαστική τσιμπίδα	1
Γυάλινη ράβδος	1
Ογκομετρικός κύλινδρος, 25 mL	1
Ποτήρια ζέσεως 150 mL	2
Πλαστικό χωνί	1
Πλαστικά σταγονόμετρα	2

Σκουρόχρωμα γυάλινα φιαλίδια με πώμα, χωρητικότητας 1.5 mL, με ετικέτα **C** και **R**	2
Προζυγισμένο σκουρόχρωμο γυάλινο φιαλίδιο με πώμα, χωρητικότητας 10 mL, με ετικέτα **τον Κωδικό σας**	1
Ράβδος απομάκρυνσης του μαγνήτη	1

Για την Άσκηση P2

Ατομικός εξοπλισμός	Ποσότητα
Σιφώνιο πληρώσεως, 10 mL	1
Βαθμονομημένα σιφώνια 10 mL	3
Βαθμονομημένα σιφώνια 5 mL	3
Στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων	1
Δοκιμαστικοί σωλήνες	15
Πλαστικά πώματα δοκιμαστικών σωλήνων	7
Κυψελίδες φωτομέτρου μήκους 1.0 cm	2
Ποτήρια ζέσεως 100 mL	2
Πλαστικά σταγονόμετρα	15

Για την Άσκηση P3

Ατομικός εξοπλισμός	Ποσότητα
Ορθοστάτης με σφικτήρα προχοΐδας	1
Προχοΐδα, 25 mL	1
Γυάλινο χωνί	1
Κωνικές φιάλες, 100 mL	3
Κωνικές φιάλες, 250 mL	3
Ποτήρι ζέσεως 150 mL	1
Ποτήρια ζέσεως 100 mL	2
Ογκομετρική φιάλη με πώμα 100 mL	1
Σιφώνιο πληρώσεως, 50 mL	1
Σιφώνιο πληρώσεως, 25 mL	1
Σιφώνιο πληρώσεως, 20 mL	1
Ογκομετρικός κύλινδρος, 25 mL	1
Ογκομετρικός κύλινδρος, 10 mL	1
Ογκομετρικός κύλινδρος, 5 mL	1
Πλαστικά σταγονόμετρα	3
Parafilm	20 φύλλα

Εργαστηριακή Άσκηση P1 13% του συνόλου	Ερώτημα	Απόδοση	Καθαρότητα	TLC	P1.1	P1.2	Σύνολο
	Μονάδες	12	12	8	2	3	37
	Βαθμολογία						

Εργαστηριακή Άσκηση P1. Οικολογική οξείδωση της νιτροβενζαλδεΰδης

Τις τελευταίες δεκαετίες, οι χημικοί προσπάθησαν να αντικαταστήσουν τα επιβλαβή αντιδραστήρια στις οξειδωτικές διεργασίες με σκοπό να μειώσουν τα επικίνδυνα απόβλητα. Σε αυτή την άσκηση έχει επιλεγεί ως οξειδωτικός παράγοντας το υπεροξομονοθειικό κάλιο [potassium peroxomonosulfate], επειδή παράγει τα μη τοξικά και μη ρυπογόνα θειικά άλατα [sulfate salts]. Σας παρέχεται με το εμπορικό όνομα Oxone®.
Επιπλέον, η αντίδραση πραγματοποιείται σε μείγμα νερού και αιθανόλης, οι οποίοι χαρακτηρίζονται ως πράσινοι διαλύτες.

Σκοπός σας είναι να οξειδώσετε την 4-νιτροβενζαλδεΰδη [4-nitrobenzaldehyde], να ανακρυσταλλώσετε το προϊόν, να συγκρίνετε τους διαλύτες ανάπτυξης της TLC και να ελέγξετε την καθαρότητα του προϊόντος, βασιζόμενοι στο αποτέλεσμα της TLC.

Σημείωση: Τα απόβλητα της αιθανόλης και των διαλυτών ανάπτυξης να τοποθετούνται στη φιάλη που γράφει "Organic waste" .

Διαδικασία

I. Οξείδωση της 4-νιτροβενζαλδεΰδης [4-nitrobenzaldehyde]

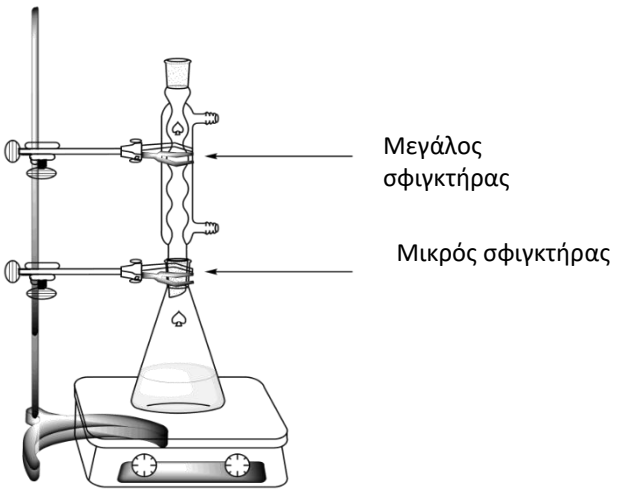
1. **Να αναμείξετε** 20 mL νερού με 5 mL αιθανόλης.

2. **Να τοποθετήσετε** το μαγνητάκι στην **εσμυρισμένη** κωνική φιάλη των 100 mL.

3. **Να μεταφέρετε** την προζυγισμένη ποσότητα των 1.51 g της 4-nitrobenzaldehyde στη κωνική φιάλη. **Να προσθέσετε** όλη την ποσότητα του μείγματος νερού/αιθανόλης που ετοιμάσατε προηγουμένως. **Να στερεώσετε με το μικρό σφιγκτήρα** την κωνική φιάλη στον ορθοστάτη. **Αφού αρχίσετε την ανάδευση** του μείγματος, τότε **να προσθέσετε** την προζυγισμένη ποσότητα των 7.87 g του Oxone®.

4. **Να συνδέσετε** τον ψυκτήρα, χαλαρώνοντας τον μεγάλο σφικτήρα, σύμφωνα με την Εικόνα 1. **Να υψώσετε** τη κάρτα HELP. Ο επιβλέπων θα έρθει, για να σας ανοίξει το νερό και να ρυθμίσει τη θερμοκρασία της θερμαντικής πλάκας.

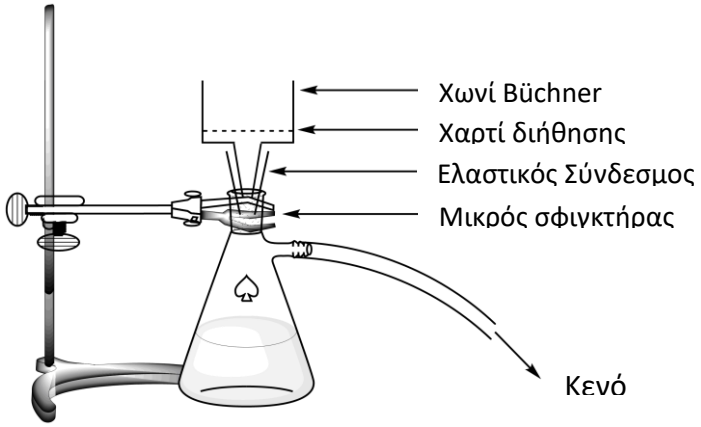
5. **Να βράσετε ήπια** για 45 τουλάχιστον λεπτά το μείγμα της αντίδρασης (περίπου μια σταγόνα επαναρροής το δευτερόλεπτο). Το σημάδι στη θερμαντική πλάκα είναι ενδεικτικό της απαιτούμενης ισχύος, για να έχουμε το σωστό βρασμό.



Εικόνα 1. Συνδεσμολογία για τον βρασμό της αντίδρασης, με επαναρροή.

6. **Να κλείσετε** τη θέρμανση. **Να απομακρύνετε** τη θερμαντική πλάκα και **να αφήσετε** το μείγμα της αντίδρασης να κρυώσει για 10 λεπτά. **Να τοποθετήσετε** τη φιάλη στο κρυσταλλωτήριο που περιέχει παγόνερο. **Να το αφήσετε** για τουλάχιστον 10 λεπτά.

7. **Να συναρμολογήσετε** τη διάταξη διήθησης σύμφωνα με την Εικόνα 2, χρησιμοποιώντας το χωνί Büchner, το χαρτί διήθησης και τη φιάλη κενού, η οποία είναι στερεωμένη με τον μικρό σφιγκτήρα στον ορθοστάτη. **Να υψώσετε** τη κάρτα HELP . Ο επιβλέπων θα έρθει, για να σας δείξει πως θα συνδέσετε τη φιάλη κενού με την παροχή του κενού.



Εικόνα 2. Συνδεσμολογία της διάταξης για την διήθηση υπό κενό

8. **Να βρέξετε** το χαρτί διήθησης με απιονισμένο νερό και **να βεβαιωθείτε** ότι το χαρτί καλύπτει όλες τις τρύπες του χωνιού Büchner.

9. **Να διηθήσετε** το αιώρημα του προϊόντος στο χωνί Büchner **εφαρμόζοντας** κενό. **Να εκπλύνετε** το ίζημα επισταμένως [thoroughly] με απιονισμένο νερό (τουλάχιστον 4 φορές από 20 mL).

10. **Να ξηράνετε** μερικώς το ίζημα/προϊόν σε ροή αέρα για τουλάχιστον 5 λεπτά. **Μετά να αποσυνδέσετε** την παροχή του κενού. **Χρησιμοποιώντας** τη μικρή σπάτουλα να μεταφέρετε μια πολύ μικρή ποσότητα, όση η μύτη της σπάτουλας, του προϊόντος στο σκουρόχρωμο φιαλίδιο, όγκου 1.5 mL, **με ετικέτα «C»**. **Να κλείσετε** το φιαλίδιο και **να το κρατήσετε** για το μέρος ΙΙΙ.

11. **Να μεταφέρετε** όλο το υπόλοιπο στερεό στην εσμυρισμένη κωνική φιάλη των 50 mL.

12. **Να απορρίψετε** το διήθημα στη φιάλη "Organic waste" και **να πλύνετε** και τη φιάλη κενού και το χωνί Büchner πρώτα με αιθανόλη και μετά με νερό. **Να απορρίψετε** τα απόβλητα της αιθανόλης στη φιάλη "Organic waste" .

ΙΙ. Ανακρυστάλλωση του προϊόντος

1. **Να αναμείξετε** 9 mL νερού με 21 mL αιθανόλης.

2. **Να ανακρυσταλλώσετε** το προϊόν σας, που βρίσκεται στην εσμυρισμένη κωνική φιάλη των 50 mL, χρησιμοποιώντας την απαιτούμενη ποσότητα του μείγματος νερού/αιθανόλης, στην ίδια διάταξη που χρησιμοποιήσατε και για την παρασκευή του (Εικόνα 1). **Να υψώσετε** την κάρτα HELP . Ο επιβλέπων, θα έρθει για να σας ανοίξει το νερό και να ρυθμίσει τη θερμοκρασία της θερμαντικής πλάκας. Αν χρειαστεί **να προσθέσετε** επιπλέον διαλύτη να τον προσθέσετε από την κορυφή του ψυκτήρα.

3. Όταν ολοκληρωθεί η κρυστάλλωση του προϊόντος, **να χρησιμοποιήσετε** την ίδια διαδικασία που περιγράφεται προηγουμένως (βήματα Ι.7 έως Ι.10) για να παραλάβετε το στερεό. **Χρησιμοποιώντας** τη μικρή σπάτουλα να μεταφέρετε μια πολύ μικρή ποσότητα, όση η μύτη της

σπάτουλας, του προϊόντος στο σκουρόχρωμο φιαλίδιο, όγκου 1.5 mL, **με ετικέτα «R»**. **Να κλείσετε** το φιαλίδιο και **να το κρατήσετε** για το μέρος III.

4. **Να μεταφέρετε** το καθαρό προϊόν στο προζυγισμένο φιαλίδιο με ετικέτα τον κωδικό σας [Student Code]. **Να κλείσετε** το φιαλίδιο.

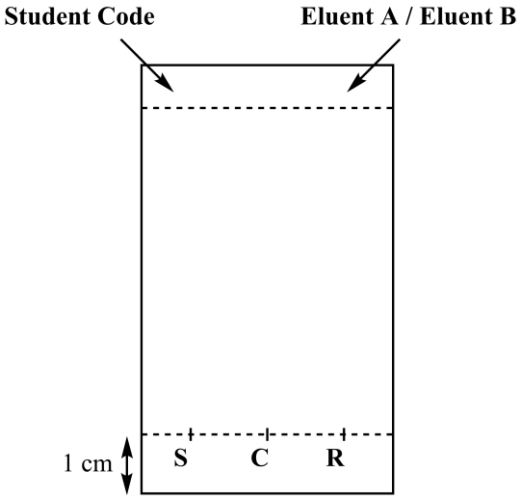
5. **Να απορρίψετε** το διήθημα στη φιάλη "Organic waste" και **να υψώσετε** την κάρτα HELP. Ο επιβλέπων θα έρθει, για να σας κλείσει την παροχή του νερού στον ψυκτήρα.

III. Ανάλυση TLC

1. **Προετοιμασία δοχείου ανάπτυξης [TLC elution chamber]. Να γεμίσετε** μέχρι ύψους περίπου 0.5 cm το δοχείο ανάπτυξης με τον διαλύτη ανάπτυξης A [Eluent A]. Να το καλύψετε με ένα τριβλίο Petri [Petri dish]. **Να περιμένετε** λίγο έτσι ώστε το δοχείο ανάπτυξης να κορεσθεί με τους ατμούς του διαλύτη ανάπτυξης.

2. **Παρασκευή των δειγμάτων**. Σας έχει δοθεί σε σκουρόχρωμο φιαλίδιο, με ετικέτα «**TLC standard**», δείγμα της 4-nitrobenzaldehyde (να τοποθετηθεί στη θέση **S** στο πλακίδιο της TLC). Πρέπει να έχετε, στα δύο άλλα μικρά σκουρόχρωμα φιαλίδια, τις πολύ μικρές ποσότητες αρχικού προϊόντος (στο φιαλίδιο **C**) και ανακρυσταλλωμένου προϊόντος (στο φιαλίδιο **R**). **Να προσθέσετε** *περίπου* 1 mL αιθανόλης σε κάθε φιαλίδιο έτσι ώστε να διαλυθούν τα δείγματα.

3. **Προετοιμασία του πλακιδίου της TLC**. Χρησιμοποιώντας το μολύβι **να χαράξετε** προσεκτικά τη γραμμή εκκίνησης (1 cm πάνω από τη βάση του πλακιδίου) και **να σημαδέψετε** τα σημεία, στα οποία θα τοποθετήσετε τα 3 δείγματα. **Να τα ονομάσετε** με το γράμμα **S** (αρχικό αντιδρών- Starting material), **C** (προϊόν- Crude product) και **R** (ανακρυσταλλωμένο προϊόν -Recrystallized product), όπως φαίνεται στην Εικόνα 3. Στο αριστερό πάνω μέρος του πλακιδίου **να γράψετε** τον **Κωδικό σας [Student Code]**. Στο δεξιό πάνω μέρος του πλακιδίου **να γράψετε** τον διαλύτη ανάπτυξης που θα χρησιμοποιήσετε (**Eluent A** ή **Eluent B** αντίστοιχα). **Να τοποθετήσετε** τα τρία δείγματα στο πλακίδιο χρησιμοποιώντας τα τριχοειδή σωληνάκια, που σας έχουν δοθεί.



Εικόνα 3. Παρασκευή πλακιδίου TLC

4. **Εκτέλεση της ανάλυσης TLC**. Χρησιμοποιώντας την πλαστική τσιμπίδα, **να τοποθετήσετε** το πλακίδιο TLC στο δοχείο ανάπτυξης και **να το ξανακαλύψετε** με το τριβλίο Petri. **Να περιμένετε** μέχρι το μέτωπο του διαλύτη ανάπτυξης **να φτάσει** περίπου 1 cm πριν τη κορυφή του πλακιδίου. Χρησιμοποιώντας την πλαστική τσιμπίδα, **να αφαιρέσετε** το πλακίδιο από το δοχείο, και να σημειώσετε με μολύβι τη θέση του μετώπου του διαλύτη. Να αφήσετε το πλακίδιο να στεγνώσει στον αέρα.

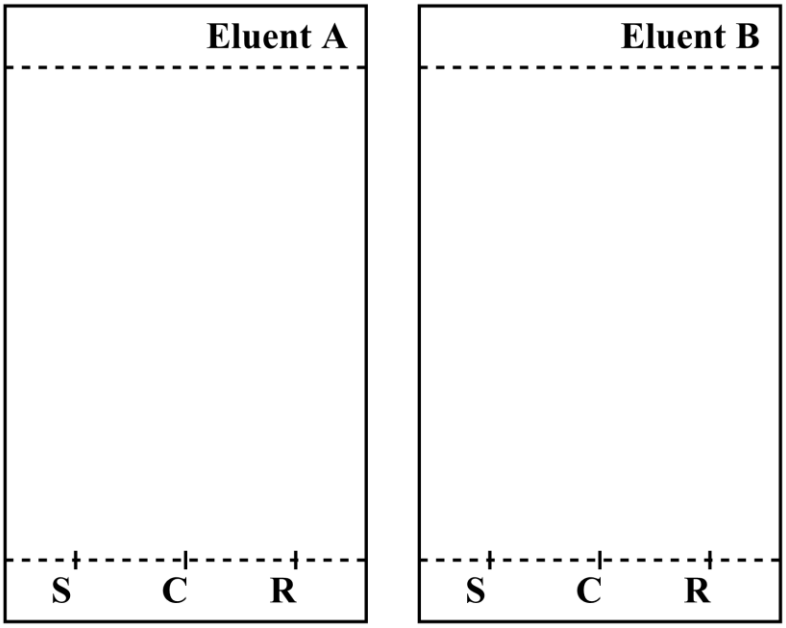
5. **Εμφάνιση του πλακιδίου TLC.** **Να τοποθετήσετε** το πλακίδιο της TLC κάτω από τη λάμπα UV που βρίσκεται στον κοινόχρηστο πάγκο. **Να κυκλώσετε** με το μολύβι όλες τις κηλίδες που εμφανίζονται.

6. **Να απορρίψετε τον διαλύτη ανάπτυξης στο δοχείο "Organic waste".**

7. **Να επαναλάβετε** τα βήματα 1, 3, 4, 5 και 6 χρησιμοποιώντας τον διαλύτη ανάπτυξης B (Eluent B).

8. **Να τοποθετήσετε** τα πλακίδια σας πίσω στο σακουλάκι τους που αναγράφει τον Κωδικό σας.

Αποτελέσματα της TLC ανάλυσης (**<u>να σχεδιάσετε</u>** τα αποτελέσματά σας, στο ακόλουθο σχήμα). Με βάση αυτά τα σχέδια, των TLC πλακιδίων σας, να απαντήσετε στις επόμενες ερωτήσεις. Η σχεδίαση δεν θα βαθμολογηθεί.



Στο τέλος της εξέτασης ο επιβλέπων θα πρέπει να παραλάβει τα ακόλουθα:

- Το γυάλινο φιαλίδιο, στο οποίο έχετε μεταφέρει το ανακρυσταλλωμένο προϊόν σας, με ετικέτα **τον Κωδικό σας.**
- Τα πλακίδια A και B της TLC τοποθετημένα στο σακουλάκι τους με ετικέτα **τον Κωδικό σας**.

Είδη που παραδόθηκαν
Ανακρυσταλλωμένο προϊόν □
TLC πλακίδιο A □
TLC πλακίδιο B □

Υπογραφές

Μαθητής _____ Lab Supervisor _____

Ερωτήσεις

1. **Να σχεδιάσετε** τον συντακτικό τύπο του τελικού οργανικού προϊόντος, που προκύπτει από την αντίδραση της 4-nitrobenzaldehyde με το Oxone®.

2. Με βάση τα αποτελέσματα της ανάλυσης TLC, **να απαντήσετε** στις ακόλουθες ερωτήσεις:

- Ποιος διαλύτης ανάπτυξης είναι καλύτερος για την παρακολούθηση της αντίδρασης;

□ **A**	□ **B**

- Το προϊόν (C) περιέχει υπολείμματα της 4-nitrobenzaldehyde.

□ **Σωστό**	□ **Λάθος**

- Το ανακρυσταλλωμένο προϊόν (R) περιέχει υπολείμματα της 4-nitrobenzaldehyde.

□ **Σωστό**	□ **Λάθος**

Εργαστηριακή Άσκηση P2 14% του συνολικού βαθμού	Ερώτημα	Βαθμονόμηση	Προσδιορισμός σιδήρου	P2.1	P2.2	P2.3	Στοιχειομετρικοί υπολογισμοί	P2.4	P2.5	Σύνολο
	Μονάδες	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Βαθμολογία									

Άσκηση P2. The iron age of wine

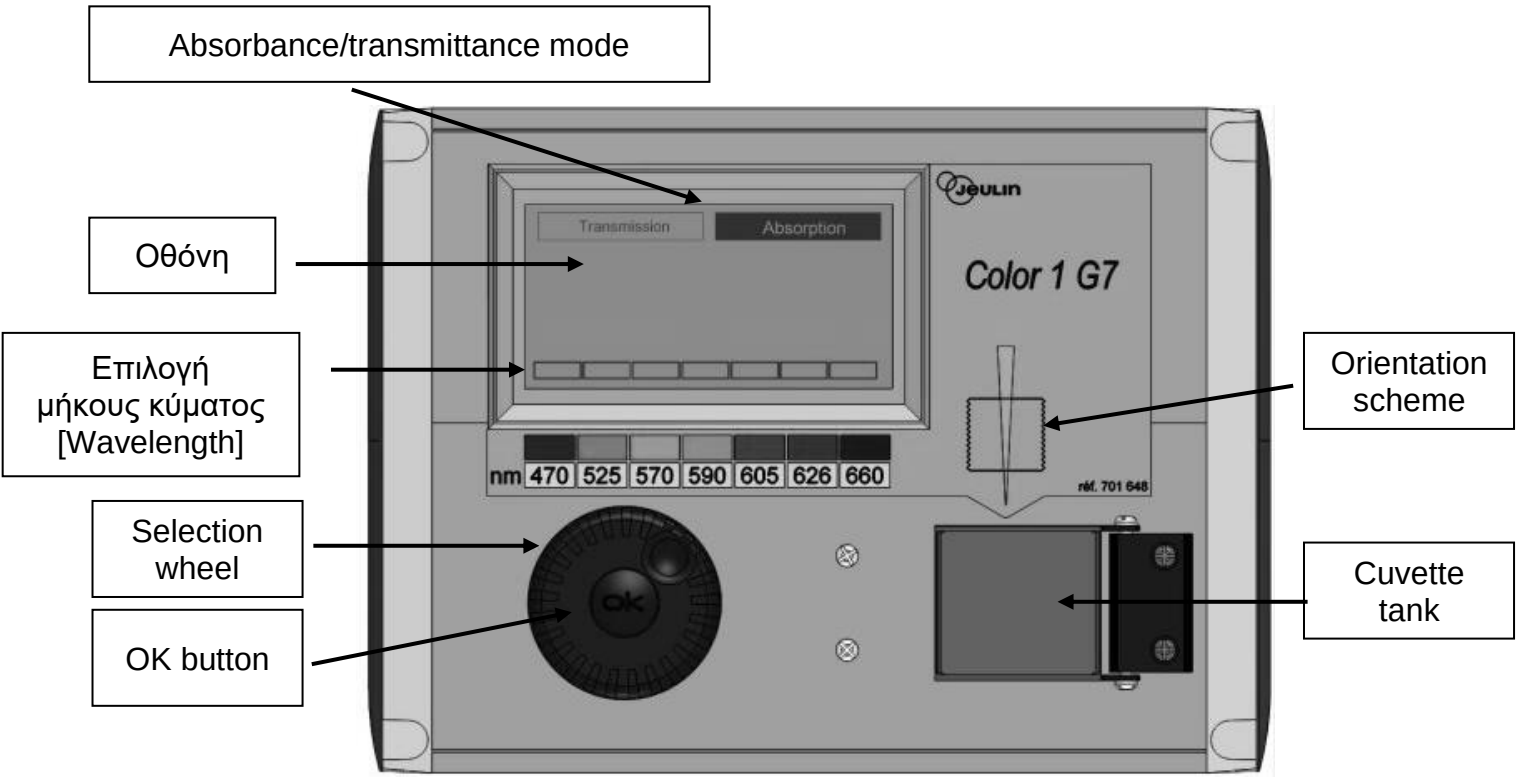
Ο σίδηρος είναι ένα στοιχείο, το οποίο βρίσκεται φυσιολογικά στο κρασί. Όταν η συγκέντρωση του ξεπερνά τα 10 με 15 mg ανά λίτρο, η οξείδωση του σιδήρου (II) σε σίδηρο (III) μπορεί να οδηγήσει σε μείωση της ποιότητας του κρασιού, επειδή σχηματίζονται ιζήματα. Οπότε, είναι απαραίτητο να ελέγχεται η ποσότητα του σιδήρου στο κρασί κατά την παραγωγή του.
Λόγω της μικρής συγκέντρωσης των ιόντων σιδήρου, χρησιμοποιείται το έγχρωμο σύμπλοκο του σιδήρου (III) με υποκαταστάτη θειοκυανιούχα SCN^-, για τον ποσοτικό προσδιορισμό της ποσότητας του σιδήρου με τη χρήση φασματοφωτομετρίας.

Σκοπός σας είναι να προσδιορίσετε την ολική συγκέντρωση του σιδήρου σε δείγμα λευκού κρασιού, που σας έχει δοθεί, χρησιμοποιώντας την τεχνική της φασματοφωτομετρίας και να προσδιορίσετε τη στοιχειομετρική αναλογία θειοκυανιούχων ιόντων - σιδήρου (III) στο σύμπλοκο.

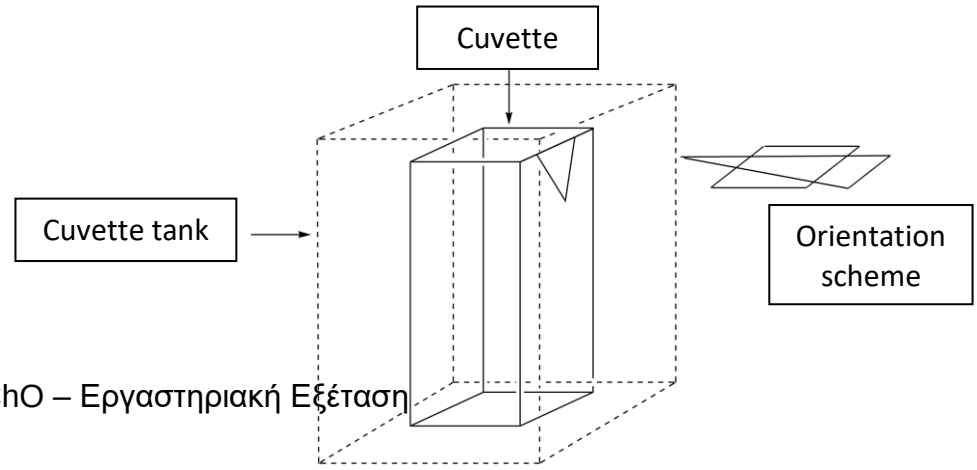
ΠΡΟΣΟΧΗ

- Σε αυτή την άσκηση, σας έχουν δοθεί δύο διαλύματα σιδήρου (III) και δύο διαλύματα θειοκυανιούχου καλίου με διαφορετικές συγκεντρώσεις. Προσοχή να μην τα μπερδέψετε.
- Όταν ετοιμάσετε τα διαλύματα για τις μετρήσεις στο φωτόμετρο, να μετρήσετε την απορρόφηση προτού παρέλθει μία ώρα από τη στιγμή που έχετε προσθέσει τα θειοκυανιούχα.
- Όταν χρειαστείτε το φωτόμετρο, να υψώσετε την κάρτα HELP. Ο επιβλέπων θα σας δώσει ένα φωτόμετρο. Μπορείτε να το χρησιμοποιήσετε, αποκλειστικά, για 15 λεπτά. Ο επιβλέπων θα το πάρει πίσω μόλις τελειώσετε ή όταν παρέλθει ο χρόνος των 15 λεπτών. Αν δεν υπάρχει διαθέσιμο φωτόμετρο τη στιγμή που θα το ζητήσετε, τότε θα αναγραφείτε σε λίστα αναμονής.
- Οι οδηγίες χρήσης του φωτομέτρου αναγράφονται στην επόμενη σελίδα.
- Μπορείτε να ζητήσετε το φωτόμετρο το πολύ μέχρι τρεις φορές για αυτή την άσκηση.

Οδηγίες χρήσης του φωτόμετρου



- Να συνδέσετε το φωτόμετρο στην πρίζα.
- Να ελέγξετε αν η ένδειξη “Absorbance” έχει επιλεγεί [highlighted] Αν όχι, να περιστρέψετε το κουμπί επιλογής [selection wheel] μέχρι να εμφανιστεί διακεκομμένο περίγραμμα στην ένδειξη “Absorbance” και πατήστε το κουμπί OK.
- Να περιστρέψετε το κουμπί επιλογής μέχρι να εμφανιστεί διακεκομμένο περίγραμμα στο επιθυμητό μήκος κύματος (470 nm). Πατήστε το κουμπί OK.
- Να γεμίσετε την κυψελίδα με το τυφλό διάλυμα, μέχρι ύψους περίπου 3 cm. Να την τοποθετήσετε στη θήκη (cuvette tank). Προσοχή, να επιλέξετε τον σωστό προσανατολισμό της κυψελίδας (ο οποίος παρουσιάζεται τόσο στο σχήμα του φωτομέτρου [orientation scheme] όσο και στο πιο κάτω σχήμα, η δέσμη του φωτός ακολουθεί την πορεία που υποδεικνύεται με το κίτρινο βέλος), και να σπρώξετε την κυψελίδα στην τελική της θέση. Να κλείσετε το καπάκι.
- Να περιστρέψετε το κουμπί επιλογής μέχρι να εμφανιστεί διακεκομμένο περίγραμμα στην ένδειξη “Absorbance” και να πατήσετε το κουμπί OK. Χρησιμοποιώντας το κουμπί επιλογής να επιλέξετε την ένδειξη “Calibration” και να πατήσετε το κουμπί OK.
- Να περιμένετε μέχρι να εμφανιστεί η ένδειξη 0.00 (ή –0.00).
- Να γεμίσετε την κυψελίδα με το προς ανάλυση διάλυμα, μέχρι ύψους περίπου 3 cm. Να την τοποθετήσετε στη θήκη (cuvette tank). Να κλείσετε το καπάκι
- Να καταγράψετε την ένδειξη απορρόφησης.



I. Προσδιορισμός της περιεκτικότητας σιδήρου στο κρασί

Σε αυτή την άσκηση θα χρησιμοποιήσετε το διάλυμα σιδήρου (III) 0.000200 M και το διάλυμα θειοκυανιούχου καλίου 1 M.

Διαδικασία

1. **Να ετοιμάσετε** 6 δοκιμαστικούς σωλήνες, προσθέτοντας σε κάθε σωλήνα τον απαιτούμενο όγκο των δοθέντων διαλυμάτων, όπως περιγράφεται στον πιο κάτω πίνακα.

Δοκιμαστικός σωλήνας #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Διάλυμα σιδήρου (III) 0.000200 M	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
Διάλυμα υπερχλωρικού οξέος 1 M	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Κρασί					10.0 mL	10.0 mL
Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου					0.5 mL	0.5 mL
Απιονισμένο νερό	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Να πωματίσετε** τους δοκιμαστικούς σωλήνες και **να τους ανακινήσετε**.

3. **Να προσθέσετε** 1.0 mL από το διάλυμα θειοκυανιούχου καλίου 1 M στους σωλήνες **1**, **2 3**, **4** και **5**. **Μην** προσθέσετε στο σωλήνα **6**. **Να πωματίσετε** τους σωλήνες και **να τους ανακινήσετε**.

4. Όταν έχετε ετοιμάσει όλους τους σωλήνες, **να υψώσετε** την κάρτα HELP, για να σας δώσει ο επιβλέπων το φωτόμετρο.

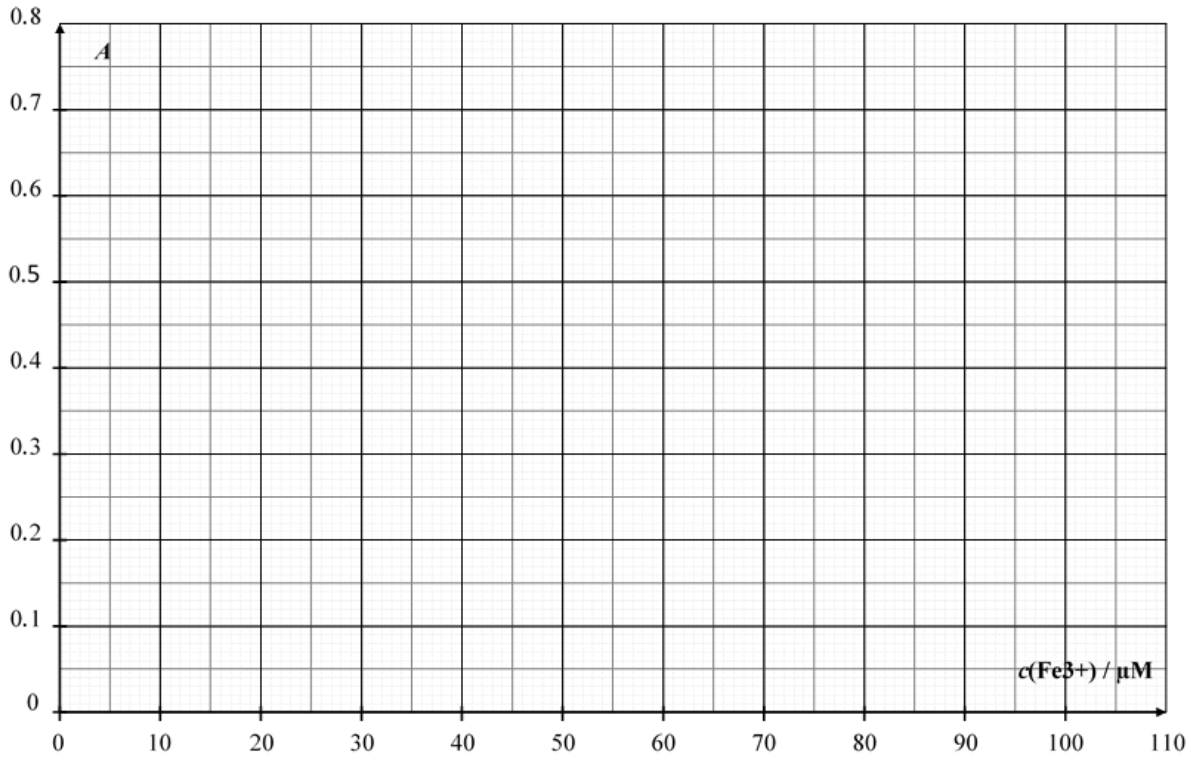
5. **Να ετοιμάσετε** το φωτόμετρο, σύμφωνα με τη διαδικασία που περιγράφεται στη σελίδα 17. **Να ρυθμίσετε** το φωτόμετρο σε μήκος κύματος 470 nm. **Να χρησιμοποιήσετε** απιονισμένο νερό ως τυφλό.

6. **Να διαβάσετε** την απορρόφηση στον κάθε δοκιμαστικό σωλήνα (**1** μέχρι **6**) σε αυτό το μήκος κύματος. **Να καταγράψετε** τα αποτελέσματα στον παρακάτω πίνακα. **Να υψώσετε** την κάρτα HELP, για να επιστρέψετε το φωτόμετρο.

Δοκιμαστικός σωλήνας #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Απορρόφηση (στα 470 nm)						
Συγκέντρωση των Fe^{3+} στο σωλήνα $c(Fe^{3+})$ / μM	16	32	64	96		
Κωδικός φωτομέτρου						

Ερωτήσεις

1. **<u>Να τοποθετήσετε τις τιμές</u>** της απορρόφησης *A*, των διαλυμάτων των δοκιμαστικών σωλήνων **1** μέχρι **4,** συναρτήσει της συγκέντρωσης του Fe^{3+}.



- Στον επόμενο πίνακα να βάλετε Χ κάτω από τον αριθμό, που αντιστοιχεί στον δοκιμαστικό σωλήνα, αν θα χρησιμοποιήσετε την τιμή της απορρόφησής του, για την κατασκευή της καμπύλης βαθμονόμησης.

Δοκιμαστικός σωλήνας #	**1**	**2**	**3**	**4**
Η τιμή της απορρόφησης χρησιμοποιείται για την καμπύλη βαθμονόμησης				

2. Χρησιμοποιώντας τα σημεία στο προηγούμενο γράφημα, με βάσει τα δεδομένα που έχετε επιλέξει, **<u>να σχεδιάσετε</u>** την ευθεία γραμμή στο γράφημα, και **<u>να υπολογίσετε</u>** τη συγκέντρωση (σε μmol L^{-1}) του Fe^{3+} για τον δοκιμαστικό σωλήνα **5**.

$c(Fe^{3+})_{TUBE\ 5}$ = _____ μmol L^{-1}

Αν δεν μπορείτε να υπολογίσετε τη $c(Fe^{3+})$, μπορείτε να χρησιμοποιήσετε την τιμή $c(Fe^{3+})$ = 50 μmol L^{-1} για τους επόμενους υπολογισμούς.

3. **<u>Να υπολογίσετε</u>** την περιεκτικότητα του σιδήρου, σε mg ανά λίτρο (mg / L), που περιέχεται στο λευκό κρασί, που μελετήσατε.

c_m(σιδήρου) = _____mg L^{-1}

II. Προσδιορισμός της στοιχειομετρικής αναλογίας του συμπλόκου

Σε αυτή την άσκηση, θα χρησιμοποιήσετε το διάλυμα σιδήρου (III) 0.00200 M και το διάλυμα θειοκυανιούχου καλίου 0.00200 M.

Διαδικασία

Στο μέρος I της άσκησης, για να προσδιορίσουμε την περιεκτικότητα του σιδήρου στο δείγμα του λευκού κρασιού, στηριχθήκαμε στο χρώμα του συμπλόκου του θειοκυανιούχου σιδήρου (III). Στο μέρος II πρέπει να προσδιορίσετε τη στοιχειομετρική αναλογία στο σύμπλοκο $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$ (δεν εμφανίζονται τα μόρια του νερού που υπάρχουν στο σύμπλοκο). Τα a και b είναι ακέραιοι αριθμοί όχι μεγαλύτεροι από 3.
Για αυτή την άσκηση, σας έχουν δοθεί τα ακόλουθα υδατικά διαλύματα:

- 80 mL οξινισμένο διάλυμα σιδήρου (III) 0.00200 M
- 80 mL διαλύματος θειοκυανιούχου καλίου 0.00200 M

Διαθέτετε δοκιμαστικούς σωλήνες (και πώματα τα οποία θα πρέπει να τα έχετε πλύνει και στεγνώσει), βαθμονομημένα σιφώνια, μια κυψελίδα φωτομέτρου, φωτόμετρο (πρέπει να ζητηθεί) καθώς και οποιοδήποτε άλλο εξοπλισμό, που πιστεύετε ότι χρειάζεστε από τον πάγκο σας.

1. **Να συμπληρώσετε** τις τρεις πρώτες γραμμές του παρακάτω πίνακα με τις τιμές των όγκων, οι οποίες θα σας επιτρέψουν να προσδιορίσετε τη στοιχειομετρική αναλογία στο σύμπλοκο, με φωτομετρικές μετρήσεις. *Δεν είναι υποχρεωτικό να συμπληρώσετε όλες τις στήλες*. **Να υπολογίσετε** το γραμμομοριακό κλάσμα του σιδήρου (III) σε κάθε δοκιμαστικό σωλήνα, χρησιμοποιώντας τον παρακάτω τύπο.

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

Δοκιμαστικός σωλήνας #	**7**	**8**	**9**	**10**	**11**	**12**	**13**	**14**	**15**
Όγκος διαλύματος σιδήρου (III) 0.00200 M $V_{Fe(III)}$ / mL									
Όγκος διαλύματος θειοκυανιούχου καλίου 0.00200 M V_{SCN-} / mL									
Γραμμομοριακό κλάσμα σιδήρου (III) $x(Fe^{3+})$									
Απορρόφηση (στα 470 nm)									
Κωδικός φωτομέτρου									

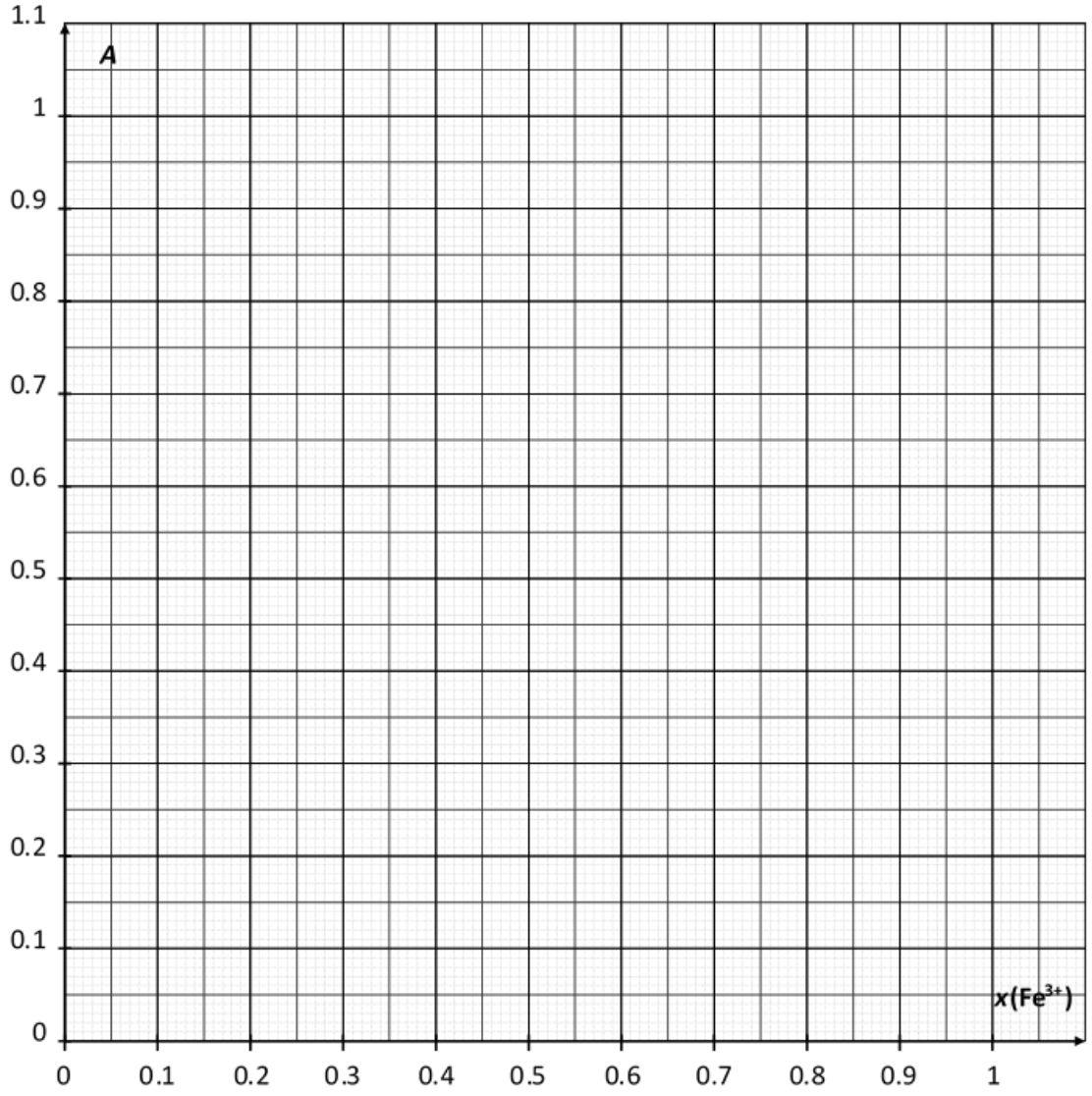
2. Όταν **έχετε ετοιμάσει** όλους τους δοκιμαστικούς σωλήνες **να υψώσετε** την κάρτα HELP, για να σας δώσει ο επιβλέπων το φωτόμετρο.

3. **Να ετοιμάσετε** το φωτόμετρο, σύμφωνα με τη διαδικασία που περιγράφεται στη σελίδα 17. **Να ρυθμίσετε** το φωτόμετρο σε μήκος κύματος 470 nm. **Να χρησιμοποιήσετε** απιονισμένο νερό ως τυφλό.

4. **Να διαβάσετε** την απορρόφηση των διαλυμάτων σε κάθε δοκιμαστικό σωλήνα σε αυτό το μήκος κύματος. **Να καταγράψετε** τις μετρήσεις στον πιο πάνω πίνακα.

Ερωτήσεις

4. **Να τοποθετήσετε τις τιμές** της απορρόφησης *A*, των διαλυμάτων των δοκιμαστικών σωλήνων, συναρτήσει του γραμμομοριακού κλάσματος του σιδήρου (III) $x(Fe^{3+})$.



5. Σύμφωνα με τα αποτελέσματα του πειράματος που έχετε πραγματοποιήσει, **να προσδιορίσετε** τη στοιχειομετρική αναλογία του συμπλόκου $[(Fe)_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$.

a = _____	***b*** = _____

Εργαστηριακή Άσκηση P3 13% του συνολικού βαθμού	Ερώτηση	Ογκομέτρηση (I)	Ογκομέτρηση (II)	Ογκομέτρηση (III)	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Σύνολο
	Μονάδες	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Βαθμολογία									

Άσκηση 3. Συντήρηση κρασιού

Το διοξείδιο του θείου, SO_2, χρησιμοποιείται ως συντηρητικό του κρασιού. Όταν το SO_2 προστεθεί στο κρασί, τότε αντιδρά με το νερό προς σχηματισμό όξινων θειωδών ιόντων HSO_3^- και πρωτονίων H^+. Τα όξινα θειώδη ιόντα HSO_3^- μπορούν να μετατραπούν σε θειώδη ιόντα SO_3^{2-} αποβάλλοντας ένα δεύτερο πρωτόνιο.

$$SO_2 + H_2O = H^+ + HSO_3^-$$
$$HSO_3^- = H^+ + SO_3^{2-}$$

Αυτές οι τρεις διαφορετικές μορφές του διοξειδίου του θείου στο νερό μπορούν να αντιδράσουν με άλλες χημικές ουσίες που βρίσκονται στο κρασί όπως ακεταλδεΰδη, χρωστικές ουσίες, σάκχαρα κλπ. σχηματίζοντας τα προϊόντα P. Η συνολική συγκέντρωση του διοξειδίου του θείου είναι το άθροισμα των συγκεντρώσεων των ελεύθερων μορφών (SO_2, HSO_3^- και SO_3^{2-}) και των P.

Η συγκέντρωση του συντηρητικού ρυθμίζεται, διότι τα θειώδη ιόντα καθώς και το διοξείδιο του θείου μπορεί να είναι επιβλαβή για μερικούς ανθρώπους. Στην ΕΕ, η μέγιστη συνολική περιεκτικότητα σε διοξείδιο του θείου έχει οριστεί στα 100 mg L^{-1} για το ερυθρό κρασί και 150 mg L^{-1} για το λευκό ή το ροζέ.

Ο στόχος σας είναι να προσδιορίσετε τη συνολική συγκέντρωση διοξειδίου του θείου στο λευκό κρασί που σας έχει δοθεί, με ιωδομετρική ογκομέτρηση.

Διαδικασία

I. Προσδιορισμός της συγκέντρωσης του διαλύματος θειοθειικού νατρίου

1. Σας έχουν δοθεί περίπου 100 mg ενός δείγματος καθαρού ιωδικού καλίου KIO_3. Η ακριβής μάζα αναγράφεται στην ετικέτα του φιαλιδίου. **Να την καταγράψετε** στον παρακάτω πίνακα.

2. **Να παρασκευάσετε** 100 mL διαλύματος ιωδικού καλίου στην ογκομετρική φιάλη των 100 mL, χρησιμοποιώντας ολόκληρη την ποσότητα από το δείγμα του στερεού ιωδικού καλίου και απιονισμένο νερό. Αυτό το διάλυμα ονομάζεται **S**.

3. Σε μια κωνική φιάλη των 100 mL, **να προσθέσετε**:
- 20 mL του διαλύματος **S** με το σιφώνιο πληρώσεως των 20 mL.
- 5 mL διαλύματος ιωδιούχου καλίου (0.5 M) με τον ογκομετρικό κύλινδρο των 5 mL.
- 10 mL διαλύματος θειικού οξέος (2.5 M) με τον ογκομετρικό κύλινδρο των 10 mL.

4. **Να αναδεύσετε ελαφρά** την κωνική φιάλη, **να την καλύψετε** με Parafilm και **να τη φυλάξετε** στο ντουλάπι σας για τουλάχιστον πέντε λεπτά.

5. **Να γεμίσετε** την προχοΐδα σας με το διάλυμα θειοθειικών χρησιμοποιώντας ένα ποτήρι ζέσεως. **Να ογκομετρήσετε** το περιεχόμενο της κωνικής φιάλης υπό συνεχή ανάδευση. Όταν το υγρό αποκτήσει ανοιχτό κίτρινο χρώμα, **να προσθέσετε** δέκα σταγόνες διαλύματος αμύλου και **να συνεχίσετε την ογκομέτρηση** μέχρι τη στιγμή που το διάλυμα θα αποχρωματιστεί. **Να καταγράψετε** τον όγκο του πρότυπου που καταναλώσατε V_1.

6. **Να επαναλάβατε** αυτή τη διαδικασία (βήματα 3-5) όσες φορές απαιτείται.

Μάζα ιωδικού καλίου (καταγράψετε την τιμή, που αναφέρεται στην ετικέτα)	

Αριθμός πειράματος n°	**V_1 / mL**
1	
2	
3	
Αποδεκτή μέση τιμή V_1 / mL	

II. Προσδιορισμός συγκέντρωσης του διαλύματος ιωδίου

1. Να **μεταφέρετε** με σιφώνιο πληρώσεως, 25 mL διαλύματος ιωδίου με την ένδειξη I_2, σε κωνική φιάλη των 100 mL.

2. Να **ογκομετρήσετε** το περιεχόμενο της κωνικής φιάλης με το διάλυμα του θειοθειικού νατρίου. Όταν το υγρό αποκτήσει ανοιχτό κίτρινο χρώμα, **να προσθέσετε** δέκα σταγόνες διαλύματος αμύλου και **να συνεχίσετε την ογκομέτρηση** μέχρι τη στιγμή που το διάλυμα θα αποχρωματιστεί. **Να καταγράψτε** τον όγκο του πρότυπου που καταναλώσατε V_2.

3. **Να επαναλάβετε** αυτή τη διαδικασία (βήματα 1-2) όσες φορές απαιτείται.

Αριθμός πειράματος n°	**V_2 / mL**
1	
2	
3	
Αποδεκτή μέση τιμή V_2 / mL	

III. Προσδιορισμός του συνολικού διοξειδίου του θείου

1. Με το σιφώνιο πληρώσεως των 50 mL, **<u>να μεταφέρετε</u>** 50 mL κρασιού στην κωνική φιάλη των 250 mL.

2. **<u>Να προσθέσετε</u>** 12 mL διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (1M) με τον ογκομετρικό κύλινδρο των 25 mL. **<u>Να καλύψετε</u>** την κωνική φιάλη με Parafilm, **<u>να αναδεύσετε ελαφρά</u>**, και να την αφήσετε στην άκρη για τουλάχιστον 20 λεπτά.

3. **<u>Να προσθέσετε</u>** 5 mL διαλύματος θειικού οξέος (2.5 M) και περίπου 2 mL διαλύματος αμύλου χρησιμοποιώντας πλαστικό σταγονόμετρο.

4. **<u>Να ογκομετρήσετε</u>** το περιεχόμενο της κωνικής φιάλης με το διάλυμα ιωδίου που βρίσκεται στην προχοΐδα, μέχρι την εμφάνιση χροιάς σκούρου χρώματος το οποίο θα παραμένει για 15 δευτερόλεπτα. **<u>Να καταγράψετε</u>** τον όγκο του πρότυπου που καταναλώσατε V_3.

5. **<u>Να επαναλάβετε</u>** αυτή τη διαδικασία (βήματα 1-4) όσες φορές απαιτείται.

Αριθμός πειράματος n°	**V_3 / mL**
1	
2	
3	
Αποδεκτή μέση τιμή V_3 / mL	

Ερωτήσεις

1. **Να γράψετε** τις ισοσταθμισμένες χημικές εξισώσεις όλων των αντιδράσεων που πραγματοποιούνται κατά τη διάρκεια του προσδιορισμού της συγκέντρωσης του διαλύματος του θειοθειικού νατρίου.

2. **Να υπολογίσετε** τη συγκέντρωση του διαλύματος θειοθειικού νατρίου. Η σχετική μοριακή μάζα του ιωδικού καλίου είναι Mr (KIO_3) = 214.0 g mol^{-1}.

$c(S_2O_3^{2-})$ = _____ mol L^{-1}

Εάν δεν μπορείτε να υπολογίσετε την τιμή της $c(S_2O_3^{2-})$, μπορείτε να χρησιμοποιήσετε την τιμή $c(S_2O_3^{2-})$ = 0.0500 mol L^{-1} για τους επόμενους υπολογισμούς.

3. **Να υπολογίσετε** τη συγκέντρωση του διαλύματος ιωδίου.

$c(I_2)$ = _____ mol L^{-1}

Εάν δεν μπορείτε να υπολογίσετε τη $c(I_2)$, μπορείτε να χρησιμοποιήσετε την τιμή $c(I_2)$ = 0.00700 mol L^{-1} [1] για τους επόμενους υπολογισμούς.

4. **<u>Να γράψετε</u>** τη χημική εξίσωση της αντίδρασης του ιωδίου I_2 με το διοξείδιο του θείου SO_2, λαμβάνοντας υπόψη σας ότι το διοξείδιο του θείου οξειδώνεται σε θειικά ανιόντα SO_4^{2-}.

5. **<u>Να υπολογίσετε</u>** την περιεκτικότητα σε mg ανά λίτρο (mg/L), του συνολικού διοξειδίου του θείου που περιέχεται στο κρασί. Η σχετική μοριακή μάζα του διοξειδίου του θείου είναι Mr (SO_2) = 64.1 g mol^{-1}.

$c_m(SO_2)$ = _____ mg L^{-1}

PENALTIES

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