

PRAKTINIS TURAS



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

Bendrieji nurodymai

- Šiame sąsiuvinyje yra 27 puslapiai.
- Pradžioje bus duota komanda **Read**. Jūs turėsite 15 min užduotims skaityti. Per šį laiką jūs galite **tik skaityti. Negalima rašyti ar naudotis skaičiuotuvu.**
- Dirbti galite pradėti tik davus **Start** komandą. Darbui skirtos 5 valandos.
- Patartina darbą pradėti nuo **P1 užduoties**. Nors galite daryti ir kitaip.
- Visi rezultatai ir atsakymai turi būti aiškiai užrašyti **tam skirtose vietose tušinuku**. Kitur parašyti dalykai nebus vertinami.
- Juodraščiams naudokite antrąsias užduočių lapų puses.
- Paprašius trumpam galima gauti oficialią anglišką versiją.
- Jei reikia išeiti iš laboratorijos (pasistiprinti ar į tualetą), pakelkite atitinkamą kortelę. Laborantas jums pagelbės.
- Lentynos virš darbo stalų (kur jos yra) negali būti naudojamos (tam, kad visų sąlygos būtų vienodos).
- Laikykitės ICHO taisyklėse nurodytų **saugos reikalavimų**. Pažeidus taisyklės perspėti būsite tik vieną kartą. Antro perspėjimo nebus. Jus tiesiog išmes iš laboratorijos be ceremonijų.
- Jei kažką sugadinsite ar išpilsite, pirmą kartą bus dovanota ir duota nauja priemonė. Bet pakartotinai kažką sugadinus už kiekvieną paskesnį pakeitimą teks atsisveikinti su 1 tikruoju tašku.
- Likus 30 min iki **STOP** komandos bus pranešta.
- Gavus **STOP** komandą nedelsdami turite baigti dirbę. Uždelsus bent 1 min bus anuliuoti viso praktinio turo rezultatai.
- Po **Stop** komandos laborantas ateis pasirašyti jūsų atsakymų lapų.
- Kai ir laborantas, ir jūs pasirašysite, į voką įdėkite šį sąsiuvinį, savo produktą ir TLC plokšteles ir atiduokite.

Svarbiausios saugos taisyklės

- Jūs turite dėvėti chalata. Chalatas turi būti užsagstytas. Avalynė turi dengti pėdą ir kulną.
- Visą laiką laboratorijoje būkite su laboratoriniais arba korekciniais akiniais. Kontaktiniai lęšiai draudžiami.
- Nevalgykite ir negerkite laboratorijoje. Nekramtykite gumos.
- Dirbkite tik jums skirtose vietose. Laikykitės tvarkos ir švaros savo darbo vietoje.
- Nedarykite nenumatytų eksperimentų.
- Pipetės prisiurbkite tik tam skirta kriaušė.
- Kažkam sudužus ar išsiliejus nedelsdami nuvalykite stalą arba grindis.
- Atliekas išmeskite ten, kur numatyta. Į kriauklę galima pilti tik vandeninius tirpalus. Organines atliekas pilkite į tam skirtą uždaromą indą.

Fizikinės konstantos ir lygtys

Šiose užduotyse vandeniniuose tirpaluose esančių dalelių aktyvumai laikomi lygūs molinėms koncentracijoms mol/L.

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:

$$273.15 \text{ K}$$

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:

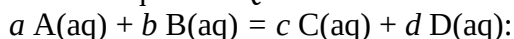
$$G = H - TS$$

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

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

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

Reaction quotient Q for a reaction



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

Henderson–Hasselbalch equation:

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

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:

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

- 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 :

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

Pastaba

Molinės koncentracijos vienetai užrašomi “M” arba “mol L⁻¹”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1}$$

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

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

Periodinė lentelė

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.

Medžiagos

Visoms užduotims

Medžiaga	Etiketė	GHS kenksmingumo kodai
Dejonizuotas vanduo: - Plovyklėje - Plastiko butelyje - Plastiko bidonas (traukoje)	Deionized Water	Nekenksmingas
Etanolis, plovyklėje	Ethanol	H225, H319
Vyno mėginys, 300 mL, rusvame plastiko butelyje	Wine sample	H225, H319

P1 užduočiai

Medžiaga	Etiketė	GHS kenksmingumo kodai
4-nitrobenzaldehydas, 1.51 g gintaro spalvos stikliniame buteliuke	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eliuentas A, 20 mL stikliniame buteliuke	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eliuentas B, 20 mL stikliniame buteliuke	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxonas [®] (kalio peroksomonosulfatas), 7.87 g plastikiniame buteliuke	Oxone[®]	H314
4-nitrobenzaldehido mėginys TLC analizei	TLC standard	H317, H319

P2 užduočiai

Medžiaga	Etiketė	GHS kenksmingumo kodai
1 M kalio tiocianato tirpalas, 20 mL plastiko butelyje	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M kalio tiocianato tirpalas, 60 mL plastiko butelyje	KSCN 0.00200 M	Nekenksmingas
1 M perchlorato rūgšties tirpalas, 10 mL plastiko butelyje	HClO₄	H290, H315, H319
0.00200 M geležies(III) tirpalas, 80 mL plastiko butelyje	Fe(III) 0.00200 M	Nekenksmingas
0.000200 M geležies(III) tirpalas, 80 mL plastiko butelyje	Fe(III) 0.000200 M	Nekenksmingas
0.3% vandenilio peroksido tirpalas, 3 mL rusvo stiklo butelyje	H₂O₂	Nekenksmingas

P3 užduočiai

Medžiaga	Etiketė	GHS kenksmingumo kodai
0.01 M jodo tirpalas, 200 mL rusvo plastiko butelyje	I₂	H372
0.03 M natrio tiosulfato tirpalas, 200 mL plastiko butelyje	Na₂S₂O₃	Nekenksmingas
1 M NaOH tirpalas, 55 mL plastiko butelyje	NaOH	H290, H314
2.5 M sieros rūgšties tirpalas, 80 mL plastiko butelyje	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M kalio jodido tirpalas, 25 mL plastiko butelyje	KI	H372
Kalio jodatas, <i>apie</i> 100 mg (tiksliai masė nurodyta etiketėje), stikliniame buteliuke	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Krakmolo tirpalas, 25 mL plastiko butelyje	Starch	Nekenksmingas

Įranga**Visoms užduotims**

Asmeniniam naudojimui	Kiekis
Pipečių užpildymo kriaušė	1
Akiniai	1
1 L plastiko butelis, skirtas organinėms atliekoms, etiketė “ Organic waste ”	1
Popierinės servetėlės	15 lapelių
Beplaušės servetėlės	30 lapelių
Didžioji mentelė	1
Mažoji mentelė	1
Chronometras	1
Pieštukas	1
Trintukas	1
Juodas rašiklis	1
Markeris rašymui ant stiklo	1
Liniuotė	1

Bendro naudojimo	Kiekis
UV lempa TLC stebėjimui	2 visai laboratorijai
Kolorimetras	5 visai laboratorijai
Pirštinės	Duodama paprašius
Ledo rezervuaras	1 visai laboratorijai

P1 užduočiai

Asmeniniam naudojimui	Kiekis
Laboratorinis stovas su:	1
- mažaisiais laikikliais	2
- didžiuoju laikikliu	1
Šlifinė Erlenmejerio kolba, 100 mL	1
Šlifinė Erlenmejerio kolba, 50 mL	1
Grįžtamasis kondensatorius	1
Kaitlentė	1
Kristalizatorius	1
Magnetinis maišikliukas	1
Vakuuminio filtravimo kolba	1
Biuchnerio piltuvai su gumine tarpine	1
3 filtriniai popierėliai užspaudžiamame maišelyje	1
Petri lėkštelė	1
Stiklinė TLC analizei su užrašu “ TLC elution chamber ”	1
3 fluorescuojančios TLC plokštelės užspaudžiamame maišelyje su jūsų dalyvio kodu	1
Kapiliarai TLC analizei (Petri lėkštelėje)	4
Plastikinis pincetas	1
Stiklinė lazdelė	1
Graduotas cilindras, 25 mL	1
Cheminė stiklinė, 150 mL	2
Plastikinis piltuvėlis milteliams	1
Plastikinės Pastero pipetės	2

Gintarinės spalvos stiklinis buteliukas su kamštelio TLC mėginiui, 1.5 mL, su etiketėmis C ir R	2
Iš anksto pasvertas gintarinės spalvos stiklinis buteliukas su kamštelio, 10 mL, su jūsų dalyvio kodu	1
Magnetinis strypas maišikliui išimti	1

P2 užduočiai

Asmeniniam naudojimui	Kiekis
Fiksuoto tūrio pipetė, 10 mL	1
Graduota pipetė, 10 mL	3
Graduota pipetė, 5 mL	3
Mėgintuvėlių stovas	1
Mėgintuvėliai	15
Kamščiai mėgintuvėliams	7
Kolorimetro kiuvetė, optinis kelias 1.0 cm	2
Stiklinė, 100 mL	2
Plastikinės Pastero pipetės	15

P3 užduočiai

Asmeniniam naudojimui	Kiekis
Stovas su biurečių laikikliu	1
Biuretė, 25 mL	1
Stiklinis piltuvas	1
Kūginė (Erlenmejerio) kolba, 100 mL	3
Kūginė (Erlenmejerio) kolba, 250 mL	3
Stiklinė, 150 mL	1
Stiklinė, 100 mL	2
Matavimo kolba, 100 mL, su kamščiu	1
Fiksuoto tūrio pipetė, 50 mL	1
Fiksuoto tūrio pipetė, 25 mL	1
Fiksuoto tūrio pipetė, 20 mL	1
Graduotas cilindras, 25 mL	1
Graduotas cilindras, 10 mL	1
Graduotas cilindras, 5 mL	1
Plastikinės Pastero pipetės	3
Parafilmas	20 lapelių

Problem P1 13% of total	Question	Yield	Purity	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Points	12	12	8	2	3	37
	Score						

Užduotis P1. Draugiška aplinkai nitrobenzaldehido oksidacija

Kad sumažintų pavojingų medžiagų pateikimą į aplinką, chemikai pastaraisiais dešimtmečiais nuolat ieško aplinkai draugiškų medžiagų, kurios galėtų pakeisti įprastus oksidacijos reakcijose naudojamus oksidatorius. Šioje užduotyje kaip oksidatorius pasirinktas kalio peroksomonosulfatas (užduotyje bus vadinamas dažniau sutinkamu vardu Oxone®). Po tokios reakcijos susidaro tik nekenksmingi ir aplinkai nepavojingi sulfatai. Dar daugiau, oksidacijos reakcija atliekama vandens ir etanolio mišinyje, kurie yra laikomi aplinkai draugiškais tirpikliais.

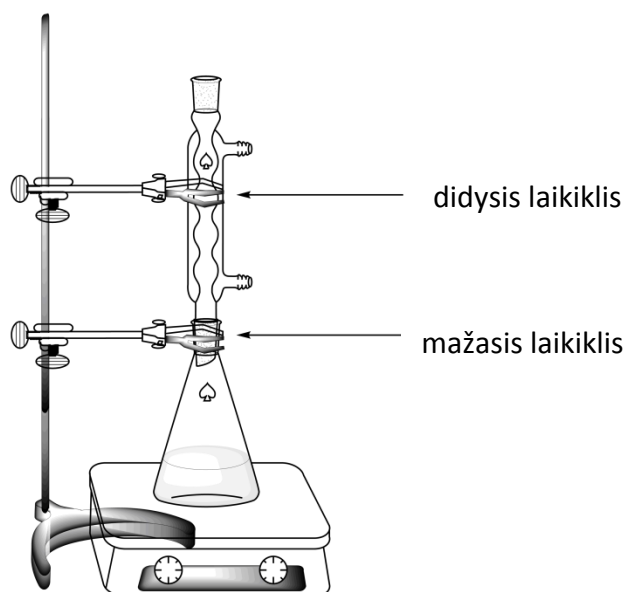
Jūsų šiandienos užduotis yra atlikti 4-nitrobenzaldehido oksidaciją, gautą produktą perkristalinti, palyginti skirtingus TLC eliuventus ir naudojantis TLC metodu patikrinti produkto grynumą.

Pastaba: Etanolio ir eliuentų atliekas reikia pilti į butelį su etikete “Organic waste”.

Darbo eiga

I. 4-nitrobenzaldehido oksidacija

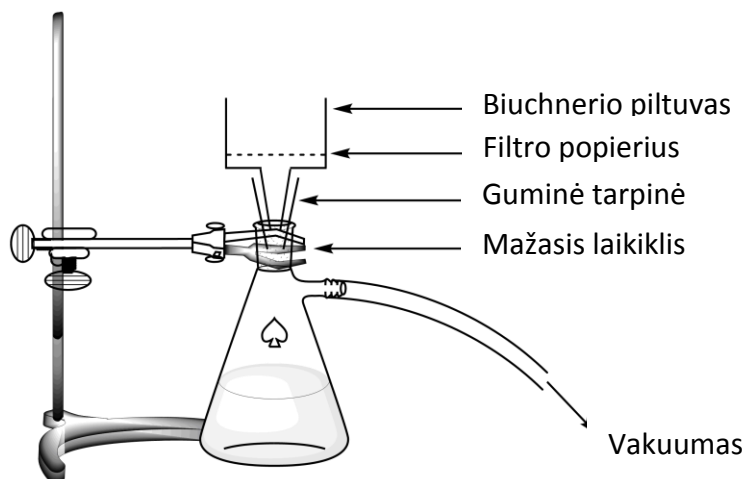
- Sumaišykite 20 mL vandens su 5 mL etanolio.
- Į 100 mL šlifinę Erlenmejerio kolbą idėkite magnetinį maišikliuką.
- Visą buteliuke esantį 4-nitrobenzaldehydą (1.51 g) perkelkite į Erlenmejerio kolbą. Supilkite visą anksčiau paruoštą vandens/etanolio mišinį. Itvirtinkite Erlenmejerio kolbą laboratoriniame stove. Pradėkite maišyti mišinį, po to suberkite visą jums duotą Oxoną® (7.87 g).
- Atpalaiduodami didįjį laikiklį suderinkite šlifinę jungtį ir prijunkite grįžtamąjį kondensatorių, kaip parodyta 1 paveiksle. Pakelkite HELP kortelę. Laborantas prieis ir įjungs vandens cirkuliaciją bei sureguliuos kaitlentę.
- 45 minutes kaitinkite reakcijos mišinį, kad jis lėtai virtų (kad iš kondensatoriaus lašėtų maždaug 1 lašas per sekundę). Ant kaitlentės esanti žymė nurodo reikiamą galią lėtam virimui.



1 paveikslas. Reakcijos mišinio kaitinimui naudojama įranga

6. Po to **išjunkite** kaitinimą. **Ištraukite** kaitlentę iš po kolbos ir **leiskite** mišiniui 10 minučių vėsti. Po to **idėkite** kolbą į ledo ir vandens mišinį užpildytą kristalizatorių. Šioje ledo vonioje **laikykite** mišinį dar 10 minučių.

7. Panaudodami Biuchnerio piltuvą, filtravimo popierių ir vakuuminio filtravimo kolbą **surinkite** vakuuminio filtravimo aparatūrą (kaip parodyta 2 paveiksle) ir įtvirtinkite ją laboratoriniame stove mažuoju laikikliu. **Pakelkite** HELP kortelę. Laborantas prieis ir mielai pademonstruos, kaip prijungti vakuuminio filtravimo kolbą prie vakuumo linijos.



2 paveikslas. Vakuuminio filtravimo įranga

8. **Sušlapinkite** filtro popierių vandeniu ir **isitinkinkite**, kad jis uždengia visas Biuchnerio piltuvo skylutes.

9. **Supilkite** reakcijos mišinio suspensiją į Biuchnerio piltuvą ir **prijunkite** vakuumą. Labai gerai **praplaukite** nuosėdas dejonizuotu vandeniu (mažiausiai 4 kartus po 20 mL).

10. Kad išdžiovintumėte nuosėdas, **palikite** prijungtą vakuumą dar 5 minutėms. **Atjunkite** vakuumo liniją nuo filtravimo sistemos. **Naudodami** mažosios mentelės patį galiuką, įdėkite mažą produkto kruopelytę į 1.5 mL gintaro spalvos stiklinį buteliuką su užrašu C. **Uždarykite** buteliuką ir **padėkite** saugiai nuošalyje, jo prireiks III dalyje.

11. Visą likusį nuosėdų kiekį **perkelkite** į 50 mL šlifinę Erlenmejerio kolbą.

12. Filtratą **supilkite** į butelį su užrašu "Organic waste". Vakuuminio filtravimo kolbą ir Biuchnerio piltuvą gerai **praplaukite** etanoliumi ir vandeniu. Visas etanolio atliekas **pilkite** į butelį su užrašu "Organic waste".

II. Produkto perkristalinimas

1. **Sumaišykite** 9 mL vandens su 21 mL etanolio.

2. Pasinaudodami reikiamu vandens/etanolio mišinio kiekiu **perkristalinkite** 50 mL šlifinėje Erlenmejerio kolboje esantį negryną produktą. Naudokite aparatūrą, kurią naudojote reakcijos mišinio kaitinimui (1 paveikslas). **Pakelkite** HELP kortelę. Laborantas prieis ir mikliai įjungs vandens cirkuliaciją ir nureguliuos kaitlentę. Jei prireiks įpilti dar tirpiklio, **pilkite** pro kondensatoriaus viršų.

3. Produktui išsikristalinus, **atlikite** tą pačią aukščiau aprašytą procedūrą nuosėdoms nufiltruoti (nuo I.7 iki I.10). **Naudodami** mažosios mentelės patį galiuką, įdėkite mažą produkto kruopelytę į

1.5 mL gintaro spalvos stiklinį buteliuką su užrašu **R. Uždarykite** buteliuką ir **padėkite** saugiai nuošalyje, jo prireiks III dalyje.

4. Visą išgrynintą produktą **perkelkite** į iš anksto pasvertą buteliuką su jūsų kodu. **Uždarykite** buteliuką.

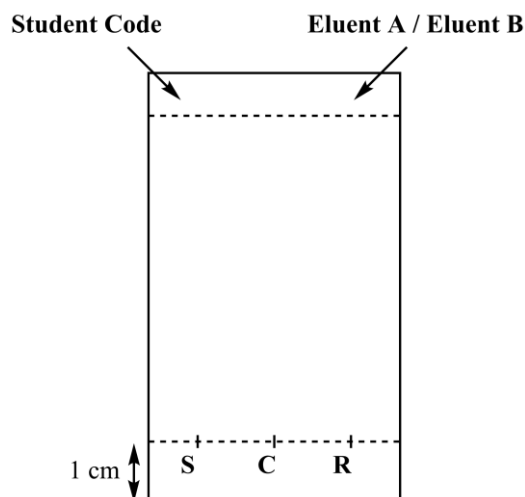
5. Filtratą supilkite į butelį su užrašu “Organic waste”. **Pakelkite** HELP kortelę. Laborantas prieis ir paslaugiai išjungs vandens cirkuliaciją kondensatoriuje.

III. TLC analizė

1. **Paruoškite stiklinę TLC analizei.** Į stiklinę su užrašu “TLC elution chamber” **ipilkite** eliuento A, kad skysčio būtų maždaug 0.5 cm stiklinės aukščio. Uždenkite stiklinę Petri lėkštele. **Palaukite**, kol stiklinėje esanti erdvė prisipildys eliuento garų.

2. **Paruoškite mėginius.** Gintaro spalvos stikliniame buteliuke su užrašu **TLC standard** jums pateiktas 4-nitrobenzaldehido mėginukas. (Ant TLC plokštelės jis bus žymimas **S** raide.) Jūs taip pat dviejuose gintaro spalvos stikliniuose buteliukuose turite pasilikę mėginukus negryno produkto (buteliuke **C**) ir perkristalinto produkto (buteliuke **R**). Į kiekvieną iš šių trijų buteliukų **ipilkite** po maždaug 1 mL etanolio ir ištirpinkite nuosėdas.

3. **Paruoškite TLC plokšteles.** Naudodami pieštuką atsargiai **pažymėkite** starto liniją (1 cm virš plokštelės apačios) ir **pažymėkite** tris taškus, skirtus trimis jūsų turimiems mėginiams. **Pavadinkite** šiuos taškus: **S** (pradiniam junginiui), **C** (negrynam produktui) ir **R** (perkristalintam produktui), kaip parodyta 3 paveiksle. Viršutiniame kairiajame plokštelės kampe **užrašykite** savo **dalyvio kodą** (angl. **Student Code**). Viršutiniame dešiniajame kampe **užrašykite** eliuentą, kurį naudojote tai konkrečiai plokštelei (pirmiausia **Eluent A**, tada **Eluent B**). Naudodami stiklinius kapiliarus **uždėkite** visų trijų mėginių taškus ant plokštelės.



3 paveikslas. TLC plokštelės paruošimas

4. **Atlikite TLC analizę.** Naudodami pincetą **idėkite** TLC plokštelę į stiklinę su eliuentu ir **uždenkite** Petri lėkštele. **Palaukite**, kol eliuentas pakils plokštele, kol liks maždaug 1 cm iki plokštelės viršaus. Naudodami pincetą **ištraukite** plokštelę, pieštuku pažymėkite liniją, iki kurios pakilo eliuentas ir palaukite, kol plokštelė ore nudžius.

5. **Išanalizuokite TLC plokštelę.** **Pakiškite** TLC plokštelę po viena iš UV lempų, esančių laboratorijoje. Pieštuku **apibraukite** visas matomas dėmeles.

6. **Eliuentą supilkite į butelį su užrašu “Organic waste”.**

7. **Pakartokite** žingsnius 1, 3, 4, 5, ir 6 naudodami eluentą B.
8. **Sudėkite** TLC plokštes į užspaudžiamą maišelį su jūsų dalyvio kodu.

TLC analizės rezultatai. Galite pasinaudoti šiomis žemiau pateiktomis schemomis ir užpildyti jas su jūsų gautais rezultatais. Tai gali praversti atsakinėjant į toliau pateiktus klausimus. Šios schemas, jų užpildymas ir jose esantys duomenys nebus vertinami.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Praktinio turo pabaigoje laborantas paims šiuos daiktus:

- Stiklinį buteliuką su jūsų **dalyvio kodu**, kuriame bus perkristalintas produktas;
- TLC plokštes A ir B, esančias užspaudžiamame maišelyje su jūsų **dalyvio kodu**.

Submitted items		
Recrystallized product	☐	
TLC plate A	☐	
TLC plate B	☐	
Signatures		
Student		Lab Supervisor

Klausimai

1. **Pavaizduokite** struktūrinę formulę galutinio organinio produkto, kuris susidaro reakcijos tarp 4-nitrobenzaldehido ir Oxono[®] metu.

2. Remdamiesi jūsų TLC analizės metu gautais rezultatais, **atsakykite** į pateiktus klausimus.

- Kuris eliuentas yra tinkamesnis reakcijos eigos stebėjimui?

☐ **A** ☐ **B**

- Ar negrynintame (neperkristalintame) produkte (C) yra 4-nitrobenzaldehido likučių?

☐ **Taip** ☐ **Ne**

- Ar perkristalintame produkte (R) yra 4-nitrobenzaldehido likučių.

☐ **Taip** ☐ **Ne**

Problem P2 14% of total	Question	Calibration	Iron determination	P2.1	P2.2	P2.3	Stoichiometry determination	P2.4	P2.5	Total
	Points	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Score									

Užduotis P2. Vyno geležies amžius

Vyne yra geležies. Tačiau jei geležies koncentracija yra didesnė, negu 10-15 mg litrui, o geležis(II) oksiduojasi iki geležies(III), vyne gali susidaryti nepageidaujamų nuosėdų. Todėl gaminant vyną būtina nustatyti jame esančios geležies koncentraciją.

Mažas geležies koncentracijas nustatyti galima pridedant tiocianato SCN^- jonų, kurie jungiasi su geležimi sudarydami ryškios spalvos kompleksinį junginį. Koncentracija nustatoma spektrofotometriškai.

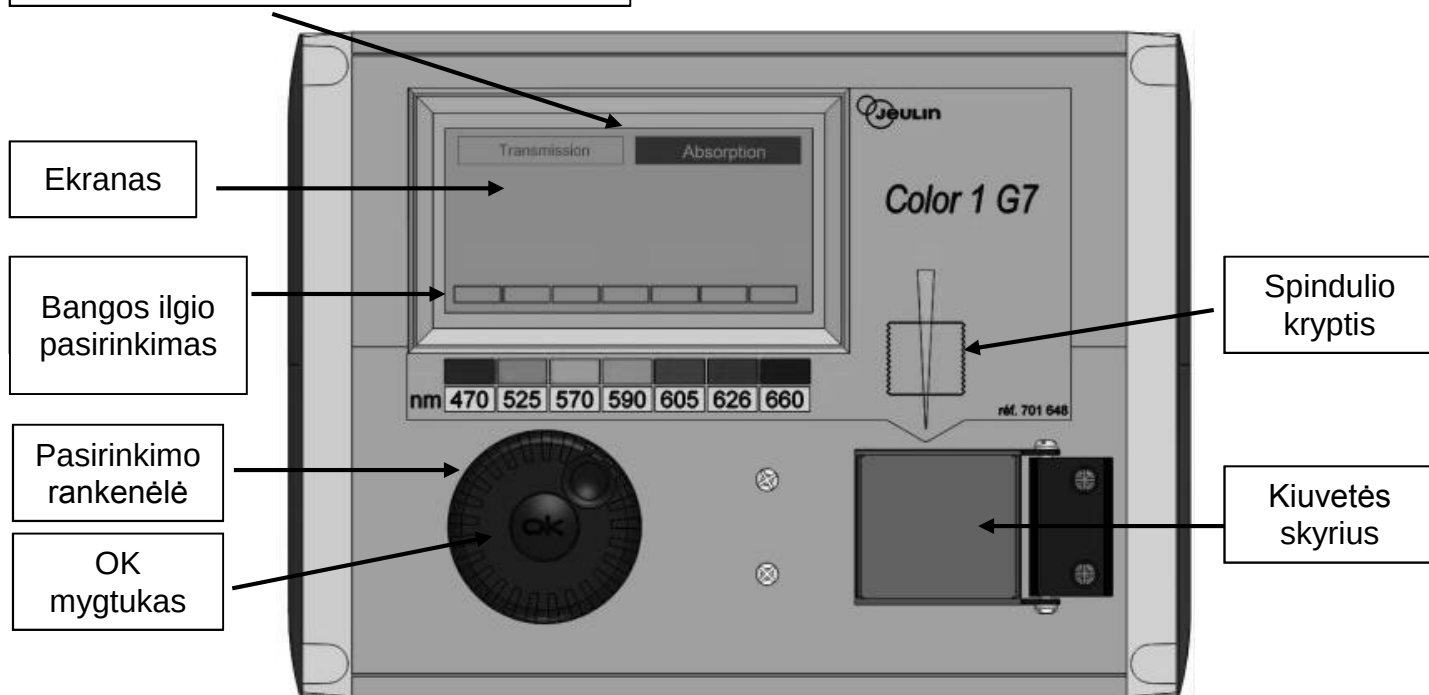
Jūsų užduotis – spektrofotometriškai ištirti, kokia yra geležies masės koncentracija jums duotame vyne ir kokių santykiu jungiasi tiocianato ir geležies(III) jonai.

SVARBU

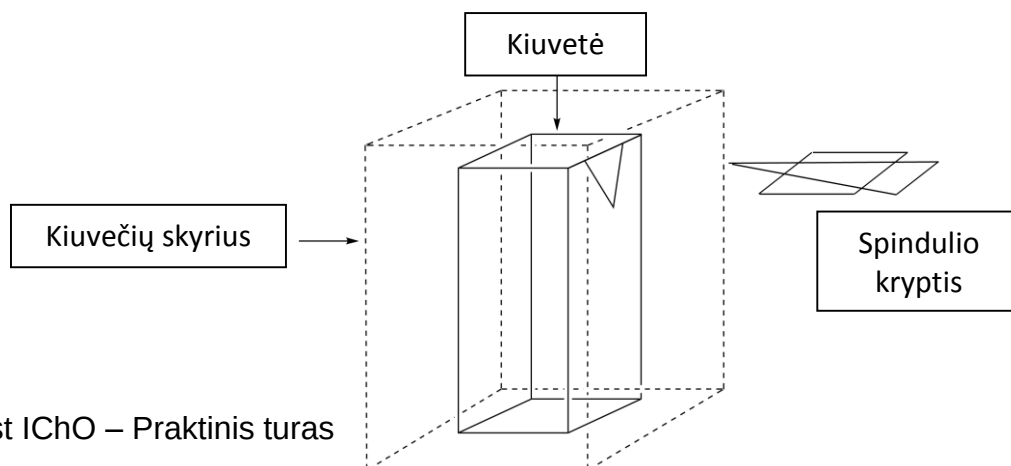
- Jums duota po du skirtingų koncentracijų geležies(III) ir tiocianato tirpalus. Nesupainiokite, kur kuris tirpalas.
- Tirpalo sugertį reikia išmatuoti ne vėliau kaip per vieną valandą nuo tiocianato tirpalo įpylimo į geležies jonų tirpalą.
- Kai visus tirpalus paruošite kolorimetriniams matavimams, pakelkite lentelę su užrašu HELP. Laborantas jums paskirs vietą prie kolorimetro. 15 minučių šiuo kolorimetru galėsite naudotis išskirtinai tik jūs. Kolorimetras iš jūsų bus konfiskuotas kai praeis 15 minučių, o jei baigsite matavimus anksčiau, tai iš karto pabaigus matuoti. Jei visi kolorimetrai bus užimti, jus įrašys į laukimo sąrašą.
- Prašyti naudotis kolorimetru galima ne daugiau kaip 3 kartus.
- Kitame puslapyje aprašyta, kaip naudotis kolorimetru.

Kolorimetro naudojimo instrukcija

Pralaidumo ir sugerties režimai



- Įjunkite kolorimetrą.
- Patikrinkite, ar aparatas veikia "Absorbance" režimu. Jei ne, pasukite pasirinkimo rankenėlę, kol brūkšninė linija pereis prie užrašo "Absorption" ir paspauskite OK mygtuką.
- Pasukite pasirinkimo rankenėlę, kol bangos ilgio indikatorius pereis prie 470 nm žymos ir paspauskite OK mygtuką.
- Į kiuvetę įpilkite tiek palyginamojo tirpalo, kad skysčio aukštis kiuvetėje būtų apie 3 cm. Įdėkite kiuvetę į prietaisą. Atkreipkite dėmesį į spindulio kryptį (ją rodo geltona rodyklė ant prietaiso) ir kiuvetės paviršius. Kiuvetę paspaudžiama žemyn, kad įeitų iki galo. Tada uždaromas kiuvetės sekcijos dangtelis.
- Pasukite pasirinkimo rankenėlę, kol brūkšninė linija pereis prie užrašo "Absorbance" ir nuspauskite OK mygtuką. Sukdami pasirinkimo rankenėlę pasirinkite "Calibration" režimą ir nuspauskite OK mygtuką.
- Palaukite, kol ekrane rodys 0.00 (arba -0.00).
- Į kiuvetę įpilkite tiriamojo tirpalo tiek, kad skysčio aukštis būtų apie 3 cm. Įdėkite kiuvetę, uždarykite dangtelį.
- Užsirašykite sugerties rodmenį.



I. Geležies koncentracijos nustatymas vyne

Šioje darbo dalyje jūs naudosite 0.000200 M geležies(III) jonų turintį tirpalą ir 1 M kalio tiocianato tirpalą.

Procedūra

1. **Parenkite** 6 mėgintuvėlius, į juos įpildami tirpalų tiek, kiek nurodyta lentelėje:

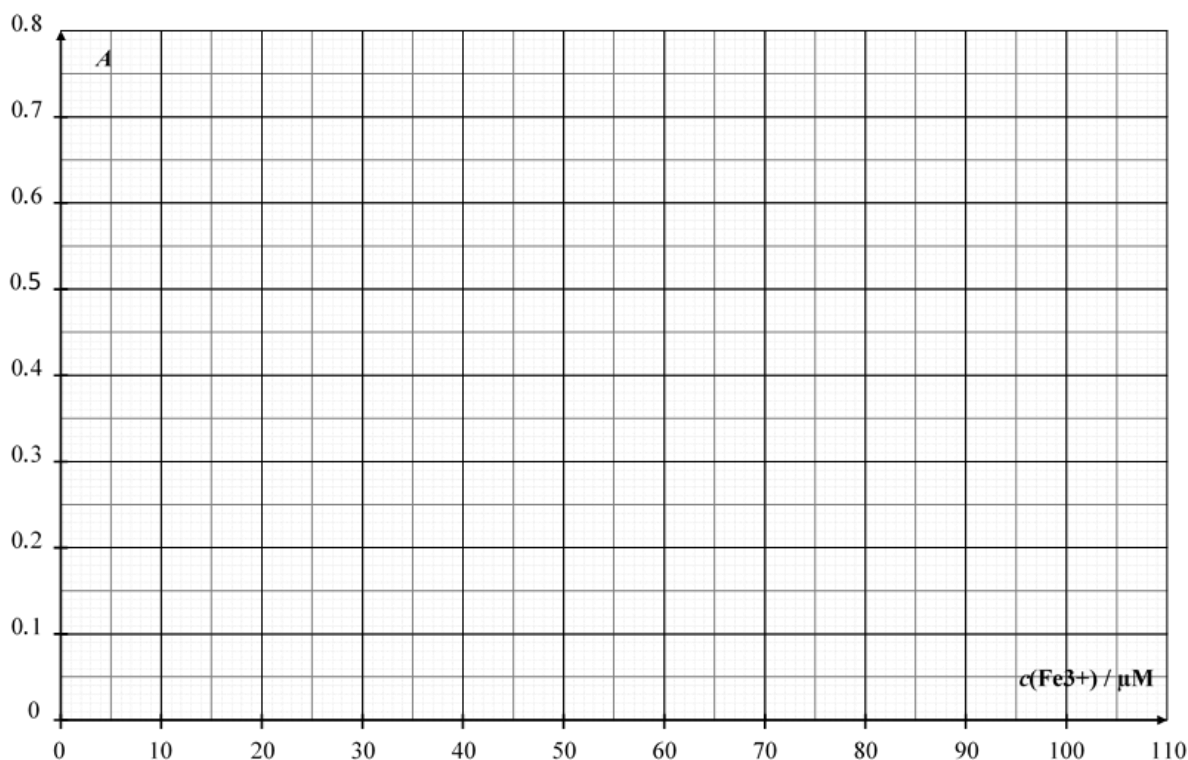
Mėgintuvėlio nr.	1	2	3	4	5	6
0.000200 M geležies(III) tirpalas	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M perchlorato rūgšties tirpalas	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Vynas					10.0 mL	10.0 mL
Vandenilio peroksido tirpalas					0.5 mL	0.5 mL
Dejonizuotas vanduo	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Užkimškite** mėgintuvėlius ir vartydami gerai **išmaišykite** jų turinį.
3. Į **1, 2 3, 4** ir **5** mėgintuvėlius įpilkite po 1.0 mL 1 M kalio tiocianato tirpalo. Į **6** mėgintuvėlį **nepilkite** tiocianato. Užkimškite ir vėl **išmaišykite**.
4. Kai jūsų mėgintuvėliai parengti, **pakelkite** HELP kortelę, kad gautumėte fotokolorimetą.
5. **Parenkite** kolorimetą taip, kaip aprašyta ankstesniame puslapyje. Kaip **palyginamąjį** tirpalą naudokite dejonizuotą vandenį.
6. **Užrašykite** 1-6 mėgintuvėliuose esančių tirpalų sugertis. **Pakelkite** HELP kortelę ir gražinkite kolorimetą.

Mėgintuvėlio nr.	1	2	3	4	5	6
Sugertis (470 nm)						
Analitinė Fe^{3+} koncentracija $c(\text{Fe}^{3+})$, išreikšta μM	16	32	64	96		
Jūsų naudoto kolorimetro kodas						

Klausimai

1. Naudodami **1 - 4** mėgintuvėlių duomenis nubrėžkite sugerties A priklausomybės nuo analitinės Fe^{3+} koncentracijos grafiką.



- Šioje lentelėje varnelė pažymėkite, kurių mėgintuvėlių duomenis naudosite kalibraciniam grafikui sudaryti.

Mėgintuvėlio nr.	1	2	3	4
Sugerties duomuo bus naudojamas kalibracinei tiesei išvesti.				

2. Atsižvelgdami į pasirinktus taškus savo grafike **nubrėžkite** kalibracinę tiesę ir **nustatykite 5** mėgintuvėlyje esančią Fe^{3+} analitinę koncentraciją (išreikštą $\mu\text{mol L}^{-1}$).

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

Jei nepavyko nustatyti $c(\text{Fe}^{3+})$, tolesnėje užduotyje naudokite $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$

3. **Apskaičiuokite** geležies masės koncentraciją tirtame vyne, išreikštą mg/L.

Skaičiavimas:

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

II. Komplexo sudėties (stechiometrijos) nustatymas

Šioje dalyje naudosite kitas koncentracijas: 0.00200 M geležies(III) tirpalą ir 0.00200 M kalio tiocianato tirpalą.

Procedūra

I dalyje geležies(III)-tiocianato spalvotą kompleksą naudojote geležies koncentracijai nustatyti. II dalyje nustatysite, kokių santykiu šiame komplekse yra susijungę geležies ir tiocianato jonai, t.y. nustatysite $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ komplekso stehiometriją. Čia a ir b yra sveikieji skaičiai, nedidesni nei 3.

Šiai daliai jums duoti vandeniniai tirpalai:

- 0.00200 M geležies(III) tirpalas (jau parūgštintas) (80 mL)
- 0.00200 M kalio tiocianato tirpalas (80 mL)

Be to jūs turite mėgintuvėlius (iš ankstesnės dalies turimus kamščius galite nuplauti ir nusausti), graduotas pipetes, kolorimetro kiuvetę, kolorimetrą (gaunama paprašius) ir visokius kitus jūsų darbo vietoje esančius daiktus, kuriuos galite naudoti kaip sugalvojate.

1. **Užpildykite** žemiau esančios lentelės pirmąsias tris eilutes įrašydami tūrius, kurie, jūsų manymu, leis nustatyti komplekso stehiometriją matuojant sugertį. Beje, *nebūtina užpildyti visus stulpelius*. **Apskaičiuokite** ir įrašykite geležies(III) molinę dalį mišiniuose, apskaičiuotą pagal formulę:

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

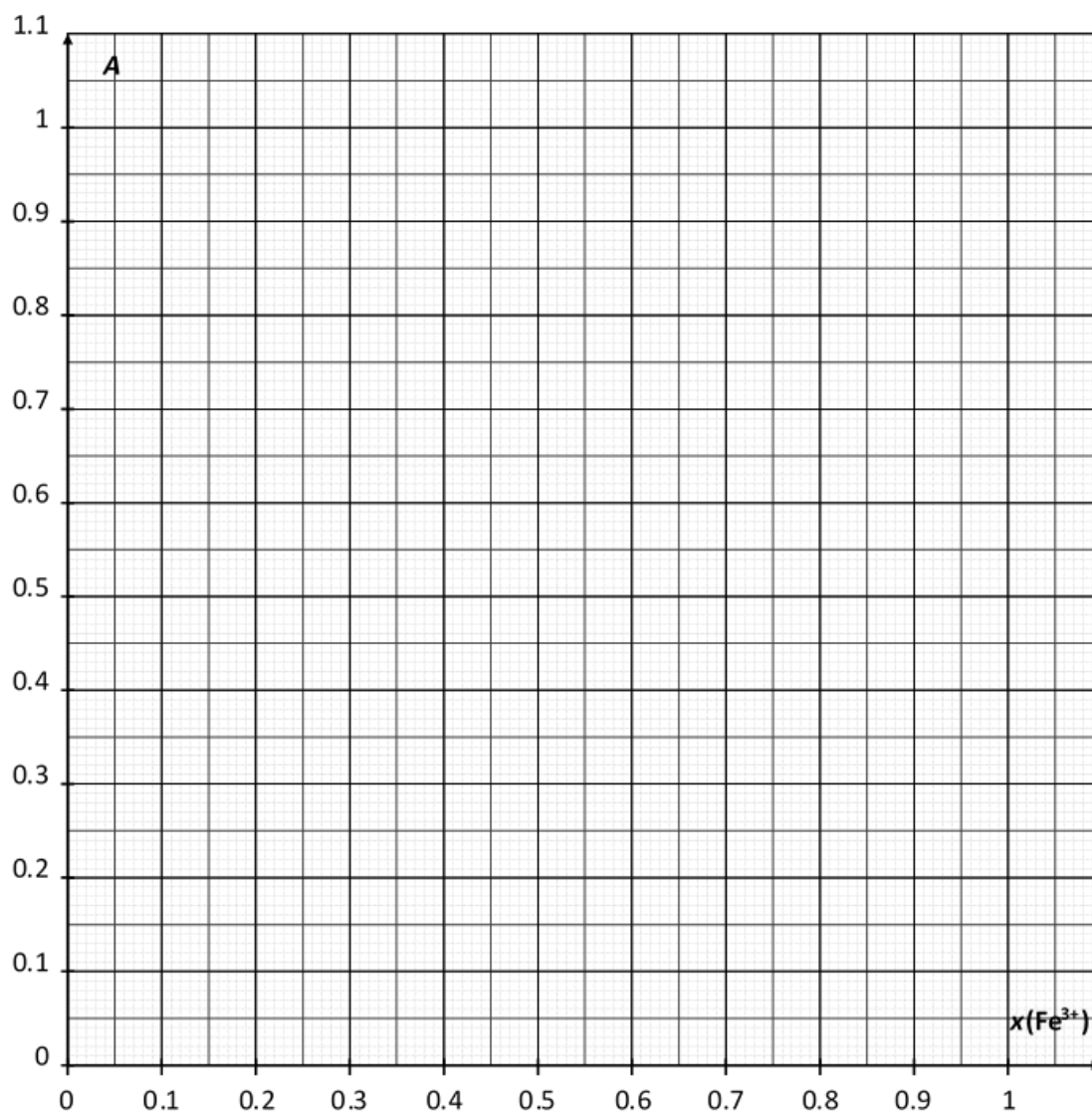
Mėgintuvėlio nr. #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0.00200 M geležies(III) tirpalo tūris $V_{\text{Fe(III)}}$ / mL									
0.00200 M kalio tiocianato tirpalo tūris V_{SCN^-} / mL									
Geležies(III) molinė dalis $x(\text{Fe}^{3+})$									
Sugertis (470 nm)									
Kolorimetro kodas									

2. **Paruoškite** tirpalus mėgintuvėliuose. Kai paruošite, **pakelkite** HELP kortelę ir gaukite kolorimetrą.
3. **Parenkite** kolorimetrą kaip buvo aprašyta anksčiau. Naudosite 470 nm bangą. Už palyginamąjį tirpalą naudokite dejonizuotą vandenį.

4. Užrašykite sugerties matavimus lentelėje.

Klausimai

4. **Nubrėžkite** sugerties priklausomybės nuo geležies molinės dalies priklausomybės grafiką.



5. Remdamiesi gautais duomenimis nustatykite komplekso $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ sudėtį.

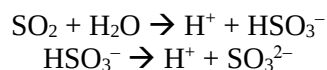
$a =$ _____

$b =$ _____

Problem P3 13% of total	Question	Titration I	Titration II	Titration III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Total
	Points	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Score									

Užduots P3. Kad vynas nesurūgtų

Kaip konservantas vyno gamyboje naudojamas SO_2 . Ši medžiaga reaguoja su vandeniu:



Šios trys sierą turinčios dalelės (SO_2 , HSO_3^- ir SO_3^{2-}) gali reaguoti su vyne esančiomis medžiagomis (acetaldehidu, pigmentais, cukrais ir kt.) sudarydamos produktus **P**. Bendroji sieros dioksido koncentracija yra lygi sumai koncentracijų SO_2 , HSO_3^- , SO_3^{2-} ir **P**.

Bendroji sieros dioksido koncentracija vyne yra reguliuojama įstatymais, nes šie junginiai kai kuriems žmonėms gali būti kenksmingi. Europos sąjungoje maksimali bendroji sieros dioksido koncentracija raudonajame vyne yra 100 mg L^{-1} , o baltajame ir rožiniame vyne 150 mg L^{-1} .

Jūsų užduotis – taikant jodometrinį titravimą nustatyti bendrąją sieros dioksido koncentraciją duotame baltajame vyne.

Procedūra

I. Natrio tiosulfato tirpalo standartizavimas

- Jums duota apie 100 mg gryno kalio jodato KIO_3 . Tiksliai masę parašyta indelio etiketėje. **Užrašykite** šią masę žemiau esančioje lentelėje.
- Pagaminkite** 100 mL kalio jodato tirpalo naudodamiesi 100 mL matavimo kolba. Visą jums duotą kalio jodatą ištirpinkite dejonizuotame vandenyje. Gautą tirpalą vadinsime **S** tirpalu.
- Į 100 mL kūginę (Erlenmejerio) kolbą įpilkite:
 - 20 mL **S** tirpalo (fiksuoto tūrio pipete);
 - 5 mL 0.5 M kalio jodido tirpalo (naudokite 5 mL graduotą cilindrą);
 - 10 mL 2.5 M sieros rūgšties (naudokite 10 mL graduotą cilindrą).
- Sukdami** išmaišykite tirpalą kūginėje kolboje, uždenkite kolbą Parafilmu ir palikite bent 5 min pastovėti uždaroje spintelėje tamsoje.
- Pripildykite biuretę duotu tiosulfato tirpalu. Titruokite kūginės kolbos turinį tiosulfato tirpalu. Kai tirpalas bus šviesiai geltonas, įlašinkite 10 lašų krakmolo tirpalo. Titruokite, kol išnyks spalva. **Užrašykite** titravimui sunaudotą tūrį **V₁**.
- Jeigu reikia**, pakartokite 3-5 žingsnius.

Kalio jodato masė (nurodyta etiketėje)	
Titravimo nr.	V_1 / mL
1	
2	
3	
Vertinimui pateikiamas tūris V_1 / mL	

II. Jodo tirpalo standartizavimas

1. Fiksuoto tūrio pipete paimkite 25 mL I_2 tirpalo ir supilkite į 100 mL kūginę (Erelnmejerio) kolbą.
2. **Titruokite** kūginės kolbos turinį natrio tiosulfato tirpalu. Kai tirpalas bus šviesiai geltonas, įlašinkite 10 lašų krakmolo tirpalo. Titruokite, kol išnyks spalva. **Užrašykite** titravimui sunaudotą tūrį V_2 .
3. **Jeigu reikia**, pakartokite 1-2 žingsnius.

Titravimo nr.	V_2 / mL
1	
2	
3	
Vertinimui pateikiamas tūris V_2 / mL	

III. Bendrosios sieros dioksido koncentracijos nustatymas

1. Fiksuoto tūrio pipete paimkite 50 mL vyno ir supilkite į 250 mL kūginę (Erlenmejerio) kolbą.
2. 25 mL graduotu cilindru paimkite 12 mL 1 M NaOH ir supilkite į paimtą vyno mėginį. Uždenkite kolbą parafilmu ir palikite tamsoje bent 20 minučių.
3. **Ipilkite** 5 mL 2.5 M sieros rūgšties ir apie 2 mL krakmolo tirpalo (naudokite plastikinę pipetę).
4. **Titruokite** 1-3 žingsniuose parengtą tirpalą jodo tirpalu kol atsiras bent 15 sekundžių neišnykstanti tamsi spalva. **Užrašykite** titravimui sunaudotą tūrį V_3 .
5. **Jeigu reikia**, pakartokite 1-4 žingsnius.

Titravimo nr.	V_3 / mL
1	
2	
3	
Vertinimui pateikiamas tūris V_3 / mL	

Klausimai

1. **Užrašykite** išlygintas jonines lygtis visų reakcijų, kurios vyksta standartizuojant natrio tiosulfato tirpalą.

2. **Apskaičiuokite** natrio tiosulfato molinę koncentraciją. $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Jei nepavyko apskaičiuoti $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, toliau naudokite $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$.

3. **Apskaičiuokite** jodo molinę koncentraciją.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$$

Jei nepavyko apskaičiuoti $c(I_2)$, toliau naudokite $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$.

4. **Užrašykite** išlygintą lygtį reakcijos, vykstančios jodui I_2 reaguojant su SO_2 . Laikykite, kad SO_2 virsta SO_4^{2-} .

5. **Apskaičiuokite** bendrąją SO_2 masės koncentraciją vyne, išreikštą mg litrui. $M(SO_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(SO_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

PENALTIES

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