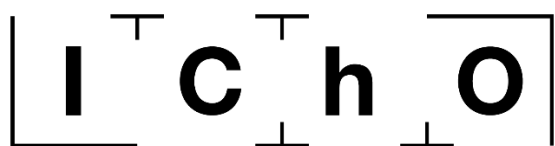


PRAKTISKAIS EKSĀMENS



**51st — International
Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019**

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

Vispārīgie noteikumi

- Šis praktisko darbu uzdevumu komplekts satur 27 lapas.
- Pirms praktiskā eksāmena sākuma tiek dota komanda **Read**. Jums ir pieejamas 15 minūtes, lai izlasītu uzdevumu komplektu. Šajā laikā drīkst tikai **lasīt; nerakstiet un neizmantojiet kalkulatoru**.
- Jūs varat sākt strādāt, kad tiek dota **Start** komanda. Jums tad tiek dotas **5 stundas**, lai pabeigtu eksāmenu.
- Jūs varat pildīt uzdevumus jebkādā secībā, taču **ieteicams sākt ar uzdevumu P1**.
- Visiem rezultātiem un atbildēm jābūt skaidri uzrakstītām **ar pildspalvu, atbildēm paredzētajos laukos** eksāmenu uzdevumu kompleksos. Ārpus paredzētajiem laukiem rakstītās atbildes netiks vērtētas.
- Ja nepieciešams papīrs melnrakstiem, izmantojiet lapu otras puses. Atcerieties, ka **nekas ārpus norādītajiem laukiem netiks labots**.
- Oficiālā eksāmena versija angļu valodā ir pieejama pēc pieprasījuma un ir paredzēta tikai neskaidrību risināšanai.
- Ja nepieciešams atstāt laboratoriju (lai aizietu uz tualeti vai padzertos, uzkostu), paceliet atbilstošo kartiņu. Laborants jūs pavadīs.
- Plauktu virs jūsu darbvirsmas nedrīkst izmantot šajā eksāmenā vienlīdzīgu apstākļu nodrošināšanas dēļ.
- Jums **jāseko drošības noteikumiem**, kas doti IChO noteikumos. Ja pārkāpjat drošības noteikumus, saņemsiet tikai vienu brīdinājumu no laboranta. Jebkāds drošības noteikumu pārkāpums pēc brīdinājuma saņemšanas novedīs pie jūsu praktiskā darba anulēšanas un izraidīšanas no laboratorijas.
- Vietas un trauki, ja nav norādīts citādi, tiks atkārtoti uzpildīti vai aizvietoti bez soda tikai vienreiz. Katra nākošā prasība nozīmēs 1 punkta atņemšanu par katru pārkāpumu no kopējiem eksperimentālās daļas 40 punktiem.
- Laborants paziņos, kad līdz **Stop** komandai atlikušas 30 minūtes.
- Jums nekavējoties jāpārtrauc darbs, kad tiek dota **Stop** komanda. Turpināšana strādāt par vienu minūti vai vairāk novedīs pie eksperimentālās daļas anulēšanas.
- Kad tiek dota **Stop** komanda, laborants pienāks parakstīt atbilžu lapu.
- Pēc tam, kad laborants un jūs esat parakstījušies, ievietojiet šo uzdevumu komplektu aploksnē un nododiet labošanai kopā ar produktu un plānslāņa hromatogrāfijas (PSH; TLC) plāksnītēm.

Laboratorijas noteikumi

- Jums jāvalkā laboratorijas halāts un tam ir jābūt aizpogātam. Apaviem pilnībā jānosedz pēdas un papēži.
- Vienmēr valkājiet aizsargbrilles vai optiskās brilles, kamēr esat laboratorijā. Neizmantojiet kontaktlēcas.
- Neēdiet un nedzeriet laboratorijā. Košļājamās gumijas nav atļautas.
- Strādājiet tikai norādītajā vietā. Uzturiet darba un kopīgās vietas tīras.
- Nekādi patvaļīgi eksperimenti nav atļauti. Nekādas eksperimentu modifikācijas nav atļautas.
- Neveiciet pipetes uzpildīšanu ar muti. Vienmēr izmantojiet gumijas uzgali pipetes uzpildīšanai.
- Satīriet izlijušās vielas un saplēstos traukus nekavējoties gan no grīdas, gan darbvirsmas.
- Visiem atkritumiem jābūt pareizi utilizētiem, lai izvairītos to traumām vai piesārņojuma. Ūdens šķīdumus drīkst izliet izlietnē. Organiskos atkritumus jāizlej marķētajā traukā.

Konstantes un vienādojumi

Šajos uzdevumos mēs pieņemam, ka ūdens vidē visu daļiņu aktivitātes ir ļoti labi tuvinātas ar attiecīgajām koncentrācijām izteiktas mol L^{-1} . Lai vēl vienkāršotu formulas un izteiksmes, standartkoncentrācija $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ ir izlaista.

Avogadro konstante:

$$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Ideālas gāzes konstante:

$$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Spiediens standartapstākļos:

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

Atmosfēras spiediens:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Nulle Celsija skalā:

$$273.15 \text{ K}$$

Faradeja konstante:

$$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

Vats:

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

Kilovatstunda:

$$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Planka konstante:

$$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Gaismas ātrums vakuumā:

$$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

Elementārlādiņš:

$$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Elektriskā jauda:

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

Jaudas efektivitāte:

$$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$$

Planka-Einšteina sakarība:

$$E = hc/\lambda$$

Ideālas gāzes vienādojums:

$$pV = nRT$$

Gibsa brīvā enerģija:

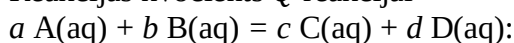
$$G = H - TS$$

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

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

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

Reakcijas kvocients Q reakcijai



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

Hendersona-Haselbaha vienādojums:

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

Nernsta-Petersona vienādojums:

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

kur Q ir reakcijas kvocients
reducēšanās pusreakcijai

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

Bēra-Lambēra likums:

$$A = \epsilon l c$$

Integrētie ātruma vienādojumi:

- Nulltās pakāpes:

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

- Pirmās pakāpes:

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

- Otrās pakāpes:

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

Pusperiods pirmās pakāpes reakcijai:

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

Vidējā molmasa M_n :

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

Masas svērtā vidējā molmasa M_w :

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

Polidispersitātes koeficients I_p :

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

Piezīme

Molārās koncentrācijas mērvienība ir “M” jeb “ mol L^{-1} ”:

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

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

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

Periodiskā tabula

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 -



GHS kaitīguma norādījumi

GHS riska norādījumi (H-phrases), kuri attiecas uz eksāmenā lietotajām vielām, ir norādīti uzdevumos. To nozīmes ir sekojošas.

Fizikālie riski

H225 Viegli uzliesmojošs šķidrums vai tvaiks.
H226 Uzliesmojošs šķidrums vai tvaiks.
H228 Uzliesmojoša cieta viela.
H271 Var aizdegties vai sprāgt; spēcīgs oksidētājs.
H272 Rosina degšanu; oksidētājs.
H290 Var izraisīt metālu koroziju.

Veselības riski

H301 Toksisks, ja norīts.
H302 Kaitīgs, ja norīts.
H304 Var būt letāls, ja tiek norīts, vai nonāk elpceļos.
H311 Toksisks, ja nonāk kontaktā ar ādu.
H312 Kaitīgs, ja nonāk kontaktā ar ādu.
H314 Rada nopietnus ādas apdegumus un acu bojājumus.
H315 Rada ādas kairinājumu.
H317 Var izraisīt alerģisku ādas reakciju.
H318 Rada nopietnus acu bojājumus.
H319 Rada nopietnu acu kairinājumu.
H331 Toksisks, ja ieelpo.
H332 Kaitīgs, ja ieelpo.
H333 Var būt kaitīgs, ja ieelpo.
H334 Var izraisīt alerģijas vai astmas simptomus vai elpošanas traucējumus, ja tiek ieelpots.
H335 Var izraisīt elpceļu kairinājumu.
H336 Var izraisīt miegainību un reiboni.
H351 Aizdomas, ka izraisa vēzi.
H361 Aizdomas, ka bojā auglību vai nedzimušu bērnu.
H371 Var radīt bojājumus iekšējiem orgāniem.
H372 Rada orgānu bojājumus pēc ilglaicīga un atkārtota kontakta.
H373 Var radīt orgānu bojājumus pēc ilglaicīga un atkārtota kontakta.

Vides riski

H400 Ļoti toksisks ūdens dzīvībai.
H402 Kaitīgs ūdens dzīvībai.
H410 Ļoti toksisks ūdens dzīvībai ar ilglaicīgām sekām.
H411 Toksisks ūdens dzīvībai ar ilglaicīgām sekām.
H412 Kaitīgs ūdens dzīvībai ar ilglaicīgām sekām.

Vielas

Visiem uzdevumiem

Vielas	Marķēts kā	GHS kaitīguma norādījumi
Dejonizēts ūdens: - Strūklene (darbvirsma) - Plastmasas pudele (darbvirsma) - Plastmasas kanna (velkme)	Deionized Water	Nav kaitīgs
Etanols, strūklenē	Ethanol	H225, H319
Baltvīna paraugs, 300 mL dzintara krāsas traukā	Wine sample	H225, H319

Uzdevumam P1

Vielas	Marķēts kā	GHS kaitīguma norādījumi
4-nitrobenzaldehīds, 1.51 g dzintara krāsas pudelītē	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluents A, 20 mL stikla traukā	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluents B, 20 mL stikla traukā	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (kālija peroksimonosulfāta sāls), 7.87 g plastmasas pudelē	Oxone®	H314
4-nitrobenzaldehīda paraugs TLC analīzei	TLC standard	H317, H319

Uzdevumam P2

Vielas	Marķēts kā	GHS kaitīguma norādījumi
1 M kālija tiociānāta šķīdums, 20 mL plastmasas pudelē	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M kālija tiociānāta šķīdums, 60 mL plastmasas pudelē	KSCN 0.00200 M	Nav kaitīgs
1 M perhlorskābes šķīdums, 10 mL plastmasas pudelē	HClO ₄	H290, H315, H319
0.00200 M dzelzs(III) šķīdums, 80 mL plastmasas pudelē	Fe(III) 0.00200 M	Nav kaitīgs
0.000200 M dzelzs(III) šķīdums, 80 mL plastmasas pudelē	Fe(III) 0.000200 M	Nav kaitīgs
0.3% ūdeņraža peroksīda šķīdums, 3 mL dzintara krāsas traukā	H ₂ O ₂	Nav kaitīgs

Uzdevumam P3

Vielas	Marķēts kā	GHS kaitīguma norādījumi
0.01 M joda šķīdums, 200 mL brūnā plastmasas pudelē	I_2	H372
0.03 M nātrija tiosulfāta šķīdums, 200 mL plastmasas pudelē	$Na_2S_2O_3$	Nav kaitīgs
1 M NaOH šķīdums, 55 mL plastmasas pudelē	NaOH	H290, H314
2.5 M sērskābes šķīdums, 80 mL plastmasas pudelē	H_2SO_4	H290, H315, H319
0.5 M kālija jodīda šķīdums, 25 mL plastmasas pudelē	KI	H372
Kālija jodāts, aptuveni 100 mg (precīza masa uz pudelītes), stikla pudelē	KIO_3	H272, H315, H319, H335
Cietes šķīdums, 25 mL plastmasas pudelē	Starch	Nav kaitīgs

**Iekārtas un trauki
Visiem uzdevumiem**

Individuāli	Skaitis
Gumijas uzgalis pipetes uzpildīšanai	1
Aizsargbrilles	1
1 L plastmasas pudele organiskajiem atkritumiem, ar marķējumu “ Organic waste ”	1
Papīra dvieļi	15 loksnes
Salvetes	30 loksnes
Lāpstiņa (liela)	1
Lāpstiņa (maza)	1
Hronometrs	1
Zīmulis	1
Dzēšgumija	1
Melna pildspalva	1
Marķieris	1
Lineāls	1

Kopīgi	Skaitis
UV lampa PSH (TLC) vizualizēšanai	2 uz laboratoriju
Kolorimetrs	5 uz laboratoriju
Cimdi	Visi izmēri (S, M, L, XL) pieejami pēc pieprasījuma laborantam
Spainis ar ledu	1 uz laboratoriju

Uzdevumam P1

Individuāli	Skaitis
Laboratorijas statīvs ar:	1
- Skavas turētāju un mazo skavu	2
- Skavas turētāju un lielo skavu	1
Koniskā kolba ar šlifa kaklu, 100 mL	1
Koniskā kolba ar šlifa kaklu, 50 mL	1
Atteces dzesinātājs	1
Plītiņa	1
Kristalizators	1
Magnētiskais maisītājs	1
Bunzena kolba	1
Bihnera piltuve ar gumijas uzmavu	1
Atkārtoti aiztaisāmais maisiņš ar 3 gabaliem filtrpapīra	1
Petri trauks	1
TLC eluēšanas kamera, marķēta kā “ TLC elution chamber ”	1
Atkārtoti aiztaisāmais maisiņš ar 3 TLC plāksnēm (ar fluorescences indikatoru), marķēts ar Skolēna Kodu	1
TLC kapilāri (Petri traukā)	4
Plastmasas pincete	1
Stikla nūjiņa	1
Mērcilindrs, 25 mL	1
Vārglāze, 150 mL	2
Plastmasas piltuve	1

Plastmasas pipetes	2
Dzintara krāsas pudelītes TLC paraugiem, 1.5 mL, ar korķi, marķētas kā C un R	2
Iepriekš nosvērta dzintara krāsas pudelīte, 10 mL, ar korķi, marķēta ar Skolēna Kodu	1
Magnētiskā maisītāja izvilcējs	1

Uzdevumam P2

Individuāli	Skaitis
Mora pipete, 10 mL	1
Mērpipete, 10 mL	3
Mērpipete, 5 mL	3
Mēģeņu statīvs	1
Mēģenes	15
Aizbāznis mēģenei	7
Kolorimetra kivete, ceļa garums 1.0 cm	2
Vārglāze, 100 mL	2
Plastmasas pipete	15

Uzdevumam P3

Individuāli	Skaitis
Laboratorijas statīvs ar biretes skavu	1
Birete, 25 mL	1
Stikla piltuve	1
Koniskā kolba, 100 mL	3
Koniskā kolba, 250 mL	3
Vārglāze, 150 mL	1
Vārglāze, 100 mL	2
Mērkolba, 100 mL, ar aizbāzni	1
Mora pipete, 50 mL	1
Mora pipete, 25 mL	1
Mora pipete, 20 mL	1
Mērcilindrs, 25 mL	1
Mērcilindrs, 10 mL	1
Mērcilindrs, 5 mL	1
Plastmasas pipete	3
Parafilms	20 loksnes

Uzdevums P1 13% no kopējā	Jautājums	Iznākums	Tīrība	TLC	P1.1	P1.2	Kopā
	Punkti	12	12	8	2	3	37
	Rezultāts						

Uzdevums P1. Dabai draudzīga nitrobenzaldehīda oksidēšana

Pēdējās desmitgadēs, ķīmiķi centušies aizvietot dažādus reaģentus oksidēšanas reakcijās, lai samazinātu reaģentu veidoto kaitīgumu un piesārņojumu. Šajā uzdevumā kālija peroksimonosulfāts ir izvēlēts kā oksidētājs, jo tas veido tikai nekaitīgus un nepiesārņojošus sulfātu sāļus. Šeit tas ir apzīmēts kā Oxone[®]. Kā arī jāpiemin, ka pati reakcija tiek veikta divu “zaļu” jeb dabai draudzīgu šķīdinātāju maisījumā – etanols un ūdens.

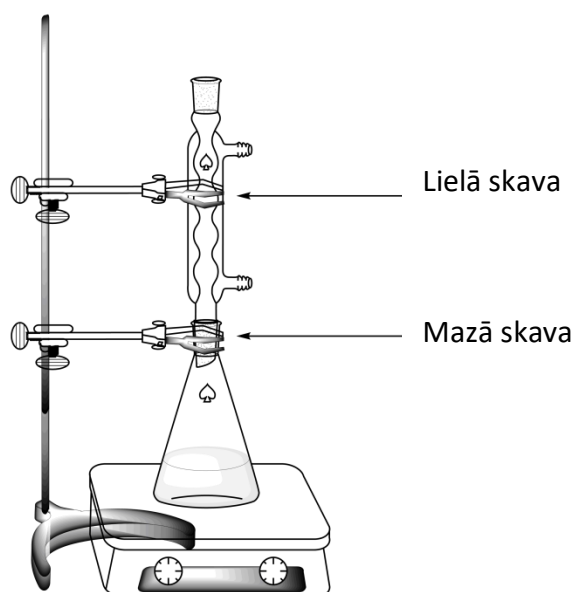
Jūsu uzdevums ir veikt 4-nitrobenzaldehīda oksidēšanu, pārkristalizēt iegūto produktu, salīdzināt PSH (TLC) eluentus, kā arī novērtēt produkta tīrību, izmantojot TLC.

Piezīme: Etanola atkritumus un eluentu jāizlej traukā “Organic waste”.

Darba gaita

I. 4-Nitrobenzaldehīda oksidēšana

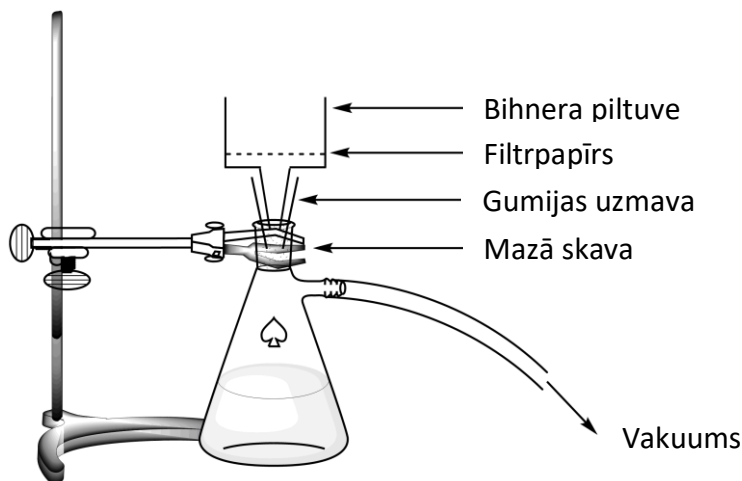
- Samaisiet** 20 mL ūdens un 5 mL etanola.
- Ievietojiet** magnētisko maisītāju 100 mL koniskajā kolbā **ar šlifa kaklu**.
- Pārnēsiet** iepriekš nosvērtos 1.51 g 4-nitrobenzaldehīda koniskajā kolbā. **Pievienojiet** visu iepriekš pagatavoto ūdens/etanola maisījumu. **Nostipriniet** konisko kolbu skavās un statīvā. **Ieslēdziet** maisītāju, tad **pievienojiet** iepriekš nosvērtos 7.87 g Oxone[®].
- Pievienojiet** atceses dzesinātāju, atbrīvojot lielo skavu un pielāgojot savienošanās vietas. (skatīt 1. attēlā). **Paceliet** savu HELP kartiņu. Laborants pienāks un ieslēgs ūdeni krānā, un ieslēgs plītiņu.
- Sildiet** reakcijas maisījumu līdz vieglai vārīšanai (aptuveni 1 kondensējies piliens sekundē) 45 minūtes. Atzīme uz sildītāja atbilst nepieciešamajai jaudai, lai sasniegtu vieglu vārīšanu.



1.attēls. Iekārtas uzstādīšanas shēma reakcijas maisījuma vārīšanai

6. Tad **izslēdziet** karsēšanu, **nonemiet** no plītiņas un **laujiet** reakcijas maisījumam 10 minūtes atdzist. Tad **novietojiet** to kristalizatorā, kurš ir pildīts ar ledus/ūdens maisījumu. **Laujiet** tam stāvēt 10 minūtes.

7. **Uzstādiet** vakuumfiltrācijas iekārtu (skatīt 2. attēlā), izmantojot Bihnera piltuvi, filtrpapīru un Bunzena kolbu, kas ir iestiprināta statīvā ar mazo skavu. **Paceliet** savu HELP kartiņu. Laborants pienāks un parādīs, kā pievienot Bunzena kolbu vakuumam.



2. attēls. Vakuumfiltrācijas iekārta

8. **Saslapiniet** filtrpapīru ar ūdeni un **pārliecinieties**, ka tas nosedz visus Bihnera piltuves caurumus.

9. **Pārnēsiet** suspensiju Bihnera piltuvē un **ieslēdziet** vakuumu. **Mazgājiet** cieto vielu rūpīgi ar ūdeni (vismaz 4×20 mL).

10. **Laujiet** gaisam sūkties caur produktu vismaz 5 minūtes, lai to nedaudz nožāvētu. **Atvienojiet** vakuuma avotu. **Izmantojiet** mazo lāpstiņu, lai pārnestu nelielu daudzumu produkta (uz lāpstiņas gala) 1.5 mL dzintara stikla pudelītē, **markētā kā C**. **Aizveriet** pudelīti un **saglabājiet** to III daļai.

11. **Pārnēsiet** visu pārējo cieto vielu 50 mL koniskajā kolbā ar šlifa kaklu.

12. **Izlejiet** filtrātu "Organic waste" traukā un **izmazgājiet** gan Bihnera piltuvi, gan Bunzena kolbu ar etanolu un ūdeni. **Izmantojiet** "Organic waste" trauku etanola atkritumiem.

II. Produkta pārkristalizēšana

1. **Sajauciet** 9 mL ūdens un 21 mL etanola.

2. **Veiciet** produkta pārkristalizēšanu 50 mL koniskajā kolbā ar šlifa kaklu ar piemērotu daudzumu šī pagatavotā ūdens/etanola maisījuma, izmantojot to pašu iekārtu uzstādījumu kā reakcijas karsēšanai (skatīt 1. attēlu). **Paceliet** savu HELP kartiņu. Laborants pienāks un ieslēgs ūdeni krānā, un ieslēgs plītiņu. **Pievienojiet** šķīdinātāju caur atteces dzesinātāja augšu (ja nepieciešams).

3. Kad produkts ir kristalizējies, **izmantojiet** to pašu procedūru, kas aprakstīta iepriekš (I.7 līdz I.10) produkta iegūšanai. **Izmantojiet** mazo lāpstiņu, lai pārnestu nelielu daudzumu pārkristalizētā

produkta (uz lāpstiņas) 1.5 mL dzintara stikla pudelītē, **markēta kā R**. **Aizveriet** pudelīti un **saglabāji** to III daļai.

4. **Pārnēsiet** attīrīto produktu iepriekš nosvērtajā pudelītē ar jūsu Skolēna Kodu. **Aizveriet** pudelīti.

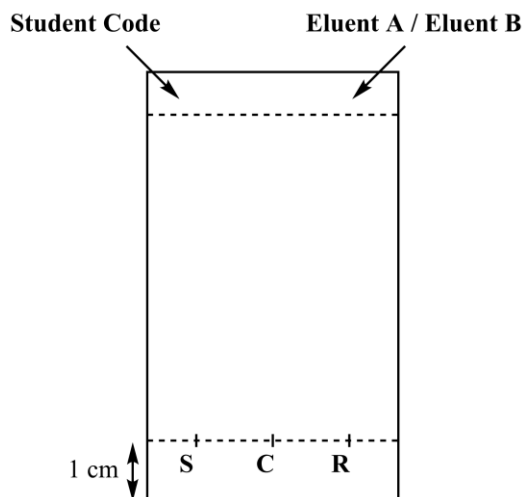
5. **Izlejiet** filtrātu “Organic waste” traukā un **paceliet** jūsu HELP kartiņu. Laborants atnāks izslēgt ūdens plūsmu atceces dzesinātājam.

III. PSH (TLC) analīze

1. **Sagatavojiet TLC kameru**. **Ielejiet** kamerā eluentu A aptuveni 0.5 cm augstumā. Nosedziet to ar Petri trauku. **Pagaidiet**, kamēr eluents piesātina atmosfēru kamerā.

2. **Sagatavojiet savus paraugus**. Jums nodrošināts 4-nitrobenzalhīda paraugs dzintara krāsas pudelītē ar uzrakstu **TLC standard** (apzīmēts kā **S** uz TLC). Jums arī pieejami paraugi jūsu neattīrītajam produktam (pudelīte **C**) un pārkristalizētajam produktam (pudelīte **R**) divās dažādās dzintara stikla pudelītēs. **Pievienojiet** aptuveni 1 mL etanola katrai pudelītei, lai izšķīdinātu paraugus.

3. **Sagatavojiet TLC plāksnīti**. Izmantojiet zīmuli, lai uzmanīgi **uzzīmētu** starta līniju (1 cm no plāksnītes apakšas) un **atzīmējiet** punktus 3 paraugu uznešanai. **Apzīmējiet** tos kā **S** (Izejviela), **C** (Neattīrītais produkts) un **R** (Pārkristalizētais produkts) kā tas parādīts 3. attēlā. Plāksnītes kreisajā, augšējā stūrī **uzrakstiet** jūsu **Skolēna Kodu**. Plāksnītes labajā, augšējā stūrī, **uzrakstiet** eluentu, kuru izmantojāt (vispirms **Eluents A**, tad **Eluents B**). **Uznesiet** trīs paraugus uz plāksnītes, izmantojot kapilārus.



3. attēls TLC plāksnītes sagatavošana

4. **Veiciet TLC analīzi**. Izmantojot pinceti, **ievietojiet** TLC plāksnīti eluēšanas kamerā un **nosedziet** to ar Petri trauku. **Laujiet** eluentam **sasniegt** aptuveni 1 cm no plāksnītes augšas. Ar pinceti **izņemiet** plāksnīti, atzīmējiet frontes līniju ar zīmuli un ļaujiet plāksnītei nožūt gaisā.

5. **Vizualizējiet TLC plāksnīti**. **Novietojiet** TLC plāksnīti zem UV lampas, kura atrodas kopīgajā darba vietā. Ar zīmuli **apvelciet** visus redzamos plankumus.

6. **Izlejiet eluentu “Organic waste” traukā.**

7. **Atkārtojiet** soļus 1, 3, 4, 5 un 6 ar eluentu B.

8. **Ievietojiet** jūsu plāksnītes atkārtoti noslēdzamajā maisīnā ar jūsu Skolēna Kodu.

Jūsu TLC rezultātu analīze (**aizpildiet** shēmas ar saviem rezultātiem). Jūs varat izmantot šos zīmējumus, lai izveidotu shēmu ar jūsu TLC plāksnītēm, kas varētu palīdzēt atbildēt uz jautājumiem tālāk. Shēma netiks vērtēta.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Pēc darba beigām, laborants paņems no jums šādas lietas

- Stikla pudelīti, kas apzīmēta ar jūsu **Skolēna Kodu** un satur pārkristalizēto produktu;
- TLC plāksnītes A un B atkārtoti noslēdzamajā maisīnā, apzīmēta ar jūsu **Skolēna Kodu**.

Iesniegtās lietas

Pārkristalizētais produkts ☐

TLC plāksnīte A ☐

TLC plāksnīte B ☐

Paraksti

Skolēns

Laborants

Jautājumi

1. **Piedāvāji** struktūru organiskajam produktam reakcijā starp 4-nitrobenzalhīdu un Oxone[®].

2. Pamatojoties uz TLC rezultātu analīzi, **atbildiet** uz jautājumiem.

- Kurš eluents ir piemērotāks reakcijas norises sekošanai?

☐ **A** ☐ **B**

- Neattīrītais produkts (C) satur 4-nitrobenzalhīdu nelielā daudzumā.

☐ **Patiesi** ☐ **Aplami**

- Pārkristalizētais produkts (R) satur 4-nitrobenzalhīdu nelielā daudzumā.

☐ **Patiesi** ☐ **Aplami**

Uzdevums P2 14% no kopējā	Jautājums	Kalibrācija	Dzelzs noteikšana	P2.1	P2.2	P2.3	Stehiometrijas noteikšana	P2.4	P2.5	Kopā
	Punkti	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Rezultāts									

Uzdevums P2. Vīna dzelzs laikmets

Dzelzs ir elements, kas dabiski atrodams vīnā. Kad tā koncentrācija pārsniedz 10 līdz 15 mg litrā, dzelzs(II) oksidācija par dzelzi(III) var veidot nogulsnes, kas ietekmē vīna kvalitāti. Tādējādi vīna gatavošanas procesā ir svarīgi noteikt dzelzs saturu vīnā.

Tā kā dzelzs koncentrācija vīnā ir ļoti maza, lai noteiktu dzelzs saturu tiek izmantots dzelzs(III) krāsainais komplekss ar tiocianātu SCN^- kā ligandu un spektrofotometriskie mērījumi.

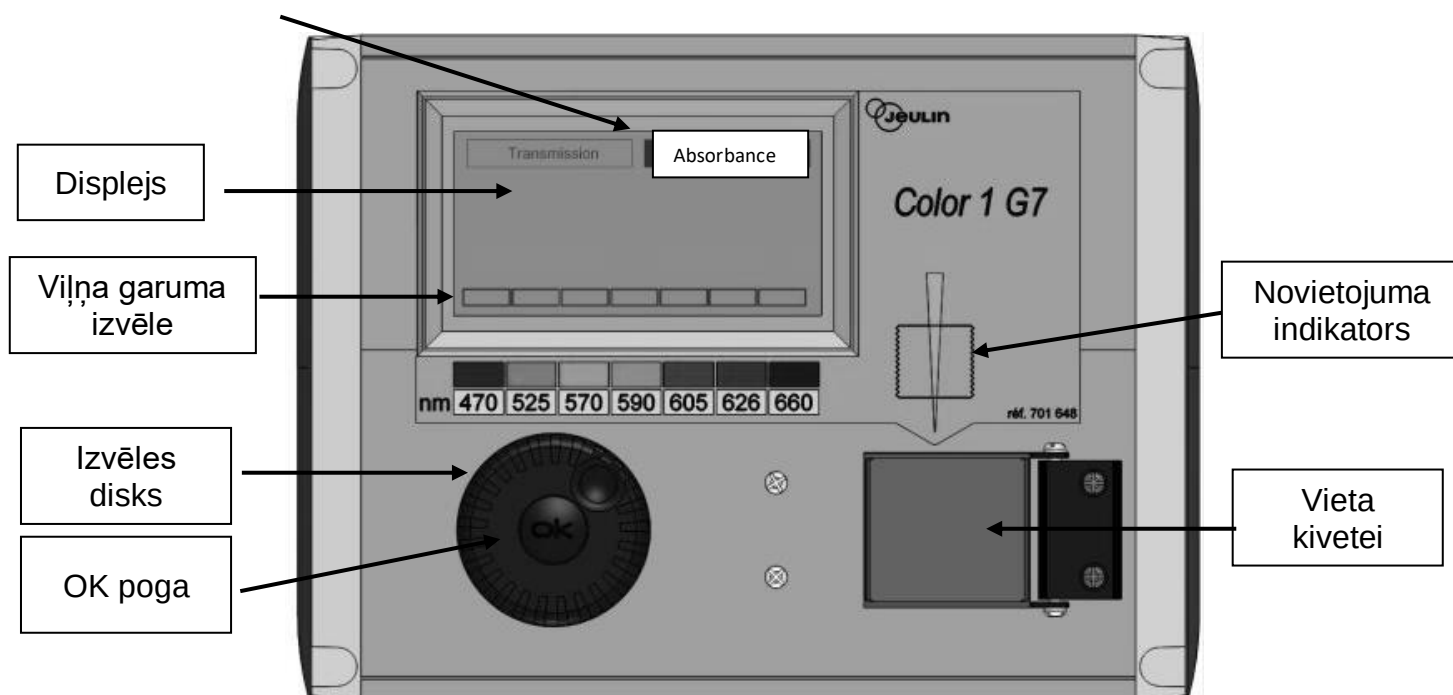
Jūsu uzdevums ir noteikt kopējo dzelzs koncentrāciju dotajā baltā vīna paraugā, izmantojot spektrofotometriju, un noteikt tiocianāta-dzelzs(III) kompleksa stehiometriju.

Uzmanībai

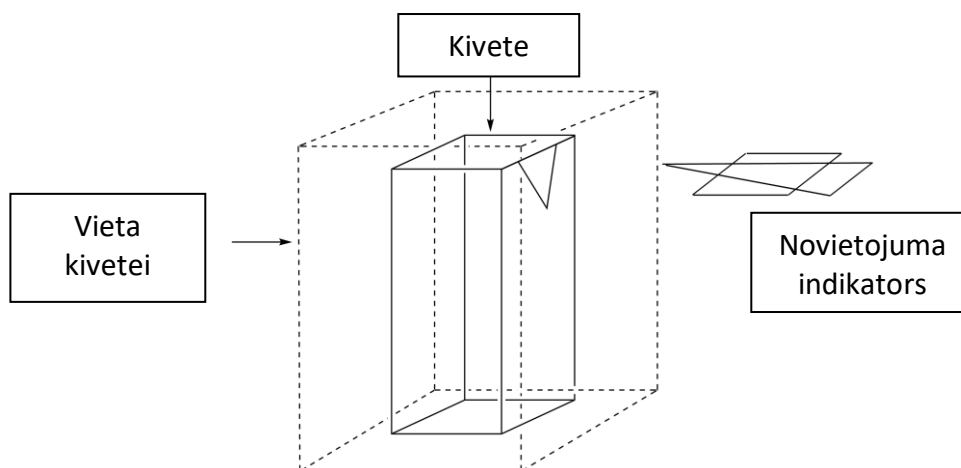
- Uzdevuma veikšanai jums ir piešķirti divi dzelzs(III) šķīdumi un divi kālija tiocianāta šķīdumi ar atšķirīgām koncentrācijām. Esiet uzmanīgi un tos nesajauciet.
- Kad šķīdumi ir sagatavoti spektrofotometriskajiem mērījumiem, veiciet absorbcijas mērījumus ne vēlāk kā stundu pēc tiocianāta pievienošanas.
- Kad jums ir nepieciešams kolorimetrs, paceliet savu HELP kartiņu. Laborants jums piešķirs kolorimetru. Šis kolorimetrs būs pieejams individuālai lietošanai uz 15 minūtēm. Laboratorijas asistents to no jums paņems tiklīdz būsiet beiguši vai arī pēc 15 minūtēm. Ja dotajā brīdī neviens kolorimetrs nebūs pieejams, jūs tiksiet pievienots rindai.
- Kolorimetra lietošanas instrukcija pieejama nākamajā lapā.
- Šajā uzdevumā jūs drīkstiet pieteikties kolorimetram tikai trīs reizes.

Kolorimetra lietošanas instrukcija

Absorbcijas/caurplūdes(transmittance) režīmi



- Pievienojiet kolorimetru elektrībai.
- Pārbaudiet, ka "Absorbance" režīms ir izvēlēts. Ja nē, pagrieziet izvēles disku līdz raustīta līnija parādās ap uzrakstu "Absorbance" un nospiediet OK pogu.
- Pagrieziet izvēles disku līdz raustīta līnija parādās ap vēlamo viļņa garumu (470 nm). Nospiediet OK pogu.
- Piepildiet kiveti apmēram 3 cm augstumā ar tukšā parauga šķīduma un ievietojiet to kolorimetrā. Esiet uzmanīgi izvēloties pareizo orientāciju (izmantojot novietojuma indikatoru, gaismas stars iet dzeltenās bultiņas virzienā, skatīt shēmu zemāk), piespiediet kiveti lejā līdz beigu pozīcijai. Aizveriet vāku.
- Pagrieziet izvēles disku līdz raustīta līnija parādās ap "Absorbance" un nospiediet OK pogu. Izmantojot izvēles pogu iezīmējiet "Calibration" un nospiediet OK pogu.
- Pagaidiet līdz displejs rāda 0.00 (vai -0.00).
- Piepildiet kiveti apmēram 3 cm augstumā ar analizējamo šķīdumu un ievietojiet to kolorimetrā. Aizveriet vāku.
- Nolasiet absorbcijas vērtību.



I. Dzelzs satura noteikšana vīnā

Šajā uzdevuma daļā jums vajadzēs 0.000200 M dzelzs(III) šķīdumu un 1 M kālija tiocianāta šķīdumu.

Darba gaita

1. **Sagatavojiet** 6 mēģenes, pievienojot dotos šķīdumus, izmantojot tilpumus, kas norādīti zemāk dotajā tabulā

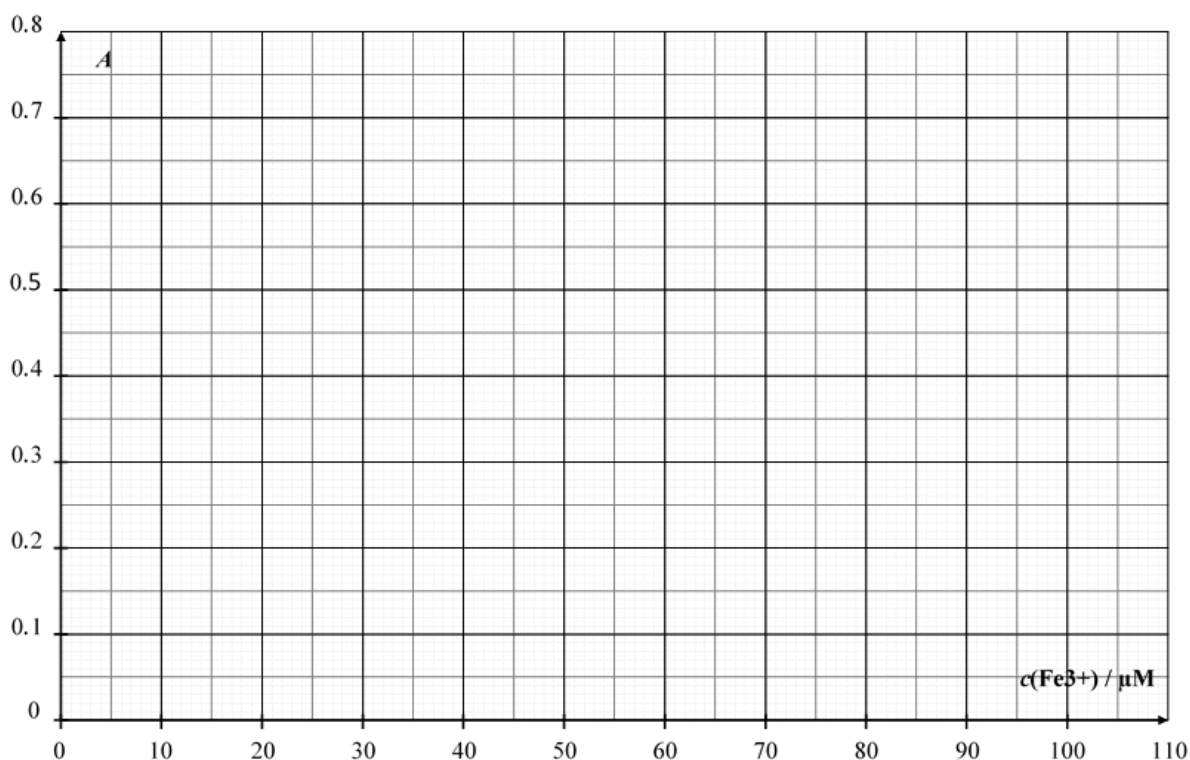
Mēģene #	1	2	3	4	5	6
0.000200 M dzelzs(III) šķīdums	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M perhlorskābes šķīdums	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Vīns					10.0 mL	10.0 mL
Ūdeņraža peroksīda šķīdums					0.5 mL	0.5 mL
Dejonizēts ūdens	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Aizveriet** mēģenes ar aizbāzni un **homogenizējiet**.
3. **Pievienojiet** 1.0 mL 1 M kālija tiocianāta šķīduma mēģenēs **1, 2 3, 4** un **5**. **Nepievienojiet** mēģenē **6**. **Aizveriet** mēģenes ar aizbāzni un **homogenizējiet**.
4. Kad visas mēģenes ir sagatavotas, **paceliet** savu HELP kartiņu, lai saņemtu kolorimetru no laboranta.
5. **Sagatavojiet** kolorimetru, izmantojot iepriekš aprakstīto instrukciju (skatīt lapu 16). **Uzstādiet** viļņa garumu uz 470 nm. Tukšā šķīduma paraugam **izmantojiet** dejonizēto ūdeni.
6. **Nosakiet** absorbcijas mērījumus katrai mēģenei (**1 līdz 6**) pie šī viļņa garuma. **Pierakstiet** iegūtos rezultātus zemāk esošajā tabulā. **Paceliet** savu HELP kartiņu, lai atgrieztu kolorimetru.

Mēģene #	1	2	3	4	5	6
Absorbcija (pie 470 nm)						
Fe ³⁺ analītiskā koncentrācija mēģenē c(Fe ³⁺) / μM	16	32	64	96		
Kolorimetra kods						

Jautājumi

1. **Grafiski attēlo** absorbciju A mēģenēm **1** līdz **4** kā funkciju no Fe^{3+} analītiskās koncentrācijas mēģenē.



- Tabulā atzīmējiet, kurus no mērījumiem izmantosiet kalibrēšanas līknei.

Mēģene #	1	2	3	4
Absorbcijas vērtību izmantoju kalibrēšanas līknei				

2. Izmantojot iepriekšējo grafiku un izvēlētos datus, **uzzīmējiet** kalibrācijas taisni iepriekšējā grafikā un **nosakiet** Fe^{3+} analītisko koncentrāciju (izteikt $\mu\text{mol L}^{-1}$) mēģenē 5.

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

Ja jums neizdevās aprēķināt $c(\text{Fe}^{3+})$, izmantojiet $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ visā atlikušajā uzdevumā.

3. **Aprēķiniet** masas koncentrāciju (izteiktu miligramos litrā) dzelzs koncentrācijai dotajā vīna paraugā.

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

II. Kompleksa stehiometrijas noteikšana

Šajā uzdevumā jums vajadzēs 0.00200 M dzelzs(III) šķīdumu un 0.00200 M kālija tiocianāta šķīdumu.

Darba gaita

Uzdevuma daļā I mēs izmantojām krāsu dzelzs(III)-tiocianāta kompleksam, lai noteiktu dzelzs koncentrāciju vīna paraugā. Uzdevuma daļas II mērķis ir noteikt stehiometriju $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ kompleksam (ūdens koordinācija nav parādīta), kur a un b ir veseli, pozitīvi skaitļi ne lielāki par 3.

Šai uzdevuma daļai jums ir piešķirti šādi ūdens šķīdumi:

- 0.00200 M dzelzs(III) šķīdums (jau paskābināts) (80 mL)
- 0.00200 M kālija tiocianāta šķīdums (80 mL)

Jums arī ir pieejamas mēģenes (ar aizbāžņiem, kurus atļauts izmazgāt un izžāvēt), mērpipetes, spektrofotometra kivete, kolorimetrs (pēc pieprasījuma), un jebkurš cits trauks, kas atrodams darba vietā, ko jūs uzskatāt par noderīgu.

1. **Aizpildiet** pirmās trīs rindas zemāk esošajā tabulā ar tilpumiem, kas ļautu jums noteikt kompleksa stehiometriju. *Jums nav obligāti jāaizpilda visas kolonnas.* **Aprēķiniet** dzelzs(III) mola daļu katrā mēģenē izmantojot formulu:

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

Mēģene #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0.00200 M dzelzs(III) šķīduma tilpums $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
0.00200 M kālija tiocianāta šķīduma tilpums $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Dzelzs(III) mola daļa $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbciņa (pie 470 nm)									
Kolorimetra kods									

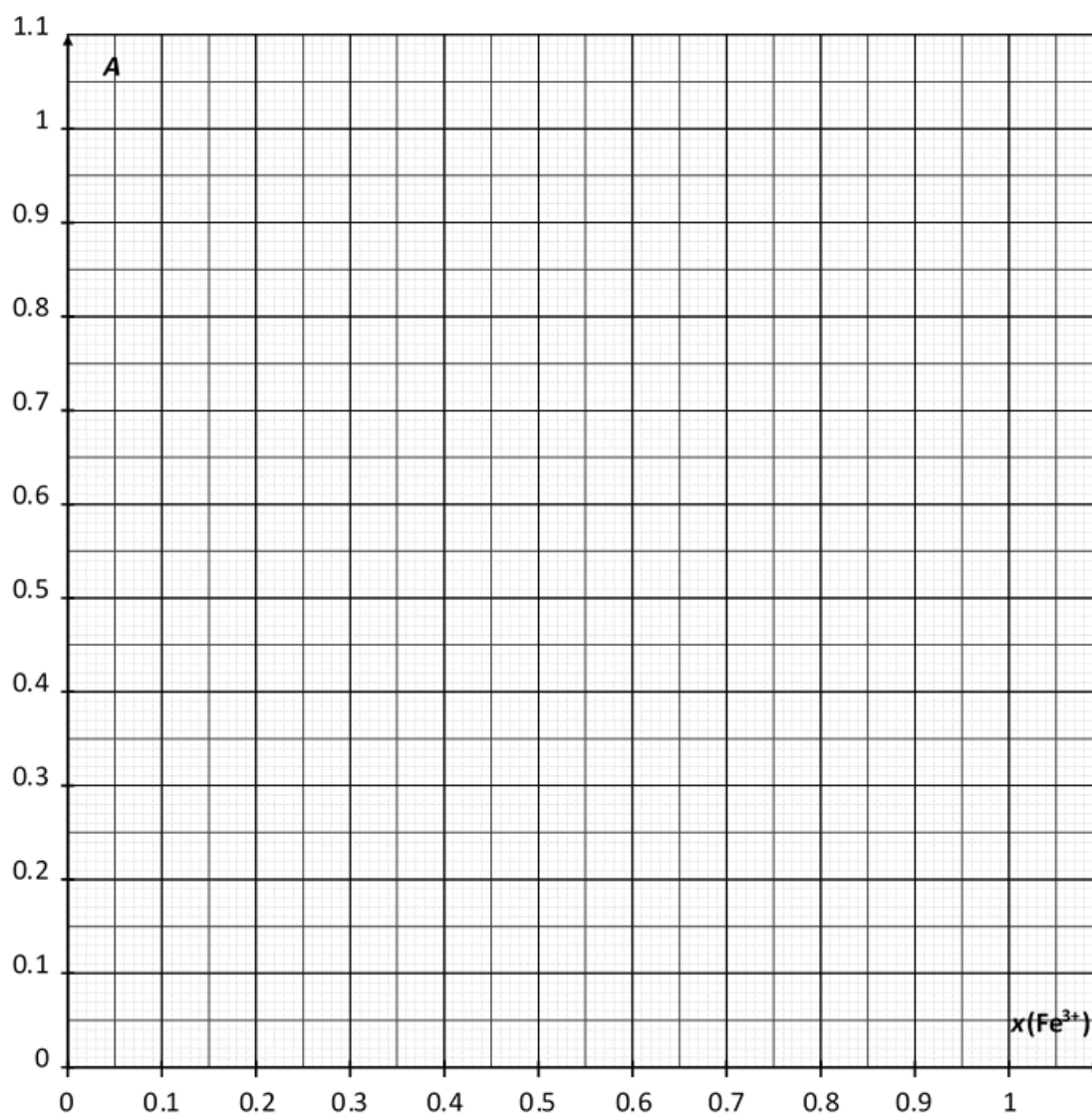
2. **Sagatavojiet** mēģenes. Pēc visu mēģeņu sagatavošanas, **paceliet** savu HELP kartiņu, lai saņemtu kolorimetru no laboranta.

3. **Sagatavojiet** kolorimetru, izmantojot iepriekš aprakstīto instrukciju (skatīt lapu 16). **Uzstādiet** viļņa garumu uz 470 nm. Tukšā šķīduma paraugam **izmantojiet** dejonizēto ūdeni.

4. **Nosakiet** absorbcijas mērījumus katrai mēģenei pie šī viļņa garuma. **Pierakstiet** iegūtos rezultātus iepriekšējā tabulā.

Jautājumi

4. **Grafiski attēlo** absorbciju A mēģenēm kā funkciju no dzelzs(III) moldaļas $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Balstoties uz eksperimentā iegūtajiem rezultātiem, **nosakiet** stehiometriju kompleksā $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

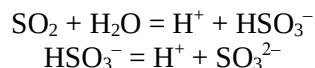
$a =$ _____

$b =$ _____

Uzdevums P3 13% no kopējā	Jautājums	Titrešana I	Titrešana II	Titrešana III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Kopā
	Punkti	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Rezultāts									

Uzdevums P3. Vīns glabāšanai

Sēra dioksīds, SO_2 , tiek lietots kā konservants vīnam. Kad SO_2 tiek pievienots vīnam, tas var reaģēt ar ūdeni, veidojot bisulfīta jonus, HSO_3^- , un protonus, H^+ . Bisulfīts var tikt pārvērsts par sulfītu, SO_3^{2-} , zaudējot otru protonu.



Šīs trīs dažādās sēra dioksīda formas, kas sastopamas ūdenī, var reaģēt ar vielām vīnā, piemēram, acetaldehīdu, pigmentiem, cukuriem utt., veidojot produktus P. Kopējā sēra dioksīda koncentrācija ir šo "brīvo" formu (SO_2 , HSO_3^- un SO_3^{2-}) un P summa.

Tā kā sulfīti un sēra dioksīds var būt kaitīgi daļai cilvēku, konservanta koncentrācija tiek regulēta. Eiropas Savienībā, maksimālais kopējais sēra dioksīda saturs tiek noteikts kā 100 mg L^{-1} sarkanvīnam un 150 mg L^{-1} baltvīnam un rozā vīnam.

Jūsu uzdevums ir noteikt kopējo sēra dioksīda koncentrāciju dotajā baltvīna paraugā, izmantojot jodometrisko titrēšanu.

Darba gaita

I. Nātrija tiosulfāta šķīduma standartizācija

- Jums ir dots paraugs ar aptuveni 100 mg tīra kālija jodāta KIO_3 . Precīzā masa ir uzrakstīta uz pudelītes. **Ierakstiet** to tabulā zemāk.
- Pagatavojiet** 100 mL kālija jodāta šķīdumu 100 mL mērkolbā, izmantojot visu kālija jodātu un dejonizētu ūdeni. Šis šķīdums tiek apzīmēts kā S.
- 100 mL koniskajā kolbā, **pievienojiet**:
 - 20 mL šķīduma S ar Mora pipeti;
 - 5 mL kālija jodīda (0.5 M), izmantojot 5 mL mērcilindru;
 - 10 mL sērskābes šķīduma (2.5 M), izmantojot 10 mL mērcilindru.
- Samaisiet** šķīdumu koniskajā kolbā, **nosedziet** to ar parafilmu un **ievietojiet** to skapī uz vismaz 5 minūtēm.
- Piepildiet** bireti ar doto tiosulfāta šķīdumu, izmantojot vārglāzi. **Titrējiet** šķīdumu koniskajā kolbā, pastāvīgi maisot. Kad šķīdums paliek bāli dzeltens, **pievienojiet** desmit pilienus cietes šķīduma un **turpiniet titrēt** līdz šķīdums kļūst bezkrāsains. **Pierakstiet** izmantotā titranta tilpumu V_1 .
- Atkārtojiet** titrēšanu (soļi 3-5), cik nepieciešams.

Kālija jodāta masa (uzrakstiet vērtību no pudelītes)	
Analīze n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Noteiktā vērtība V_1 / mL	

II. Joda šķīduma standartizācija

- Ar Mora pipeti pārnesiet 25 mL joda šķīduma (atzīmēta kā I_2) 100 mL koniskajā kolbā.
- Titrējiet koniskās kolbas saturu ar nātrija tiosulfāta šķīdumu. Kad šķīdums paliek bāli dzeltens, pievienojiet desmit pilienus cietes šķīduma un turpiniet titrēt līdz šķīdums kļūst bezkrāsains. Pierakstiet izmantotā titranta tilpumu V_2 .
- Atkārtojiet titrēšanu (soļi 1-2), cik nepieciešams.

Analīze n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Noteiktā vērtība V_2 / mL	

III. Kopējā sēra dioksīda noteikšana

1. Ar Mora pipeti **pārnēsiet** 50 mL vīna 250 mL koniskajā kolbā.
2. **Pievienojiet** 12 mL nātrija hidroksīda šķīdumu (1 M), izmantojot 25 mL mērcilindru. **Nosedziet** kolbu ar parafilu, **samaisiet** kolbas saturu un ļaujiet tam stāvēt vismaz 20 minūtes.
3. **Pievienojiet** 5 mL sērskābes šķīduma (2.5 M) un apmēram 2 mL cietes šķīduma, izmantojot vienreiz lietojamo plastmasas pipeti.
4. **Titrējiet** koniskās kolbas saturu ar joda šķīdumu līdz tumšai krāsai, kas saglabājas vismaz 15 sekundes. **Pierakstiet** izmantotā titranta tilpumu V_3 .
5. **Atkārtojiet** titrēšanu (soļi 1-4), cik nepieciešams.

Analīze n°	V_3 / mL
1	
2	
3	
Noteiktā vērtība V_3 / mL	

Jautājumi

1. **Uzrakstiet** novienādotas ķīmiskās reakcijas, kuras notiek nātrija tiosulfāta šķīduma standartizēšanā.

2. **Aprēķiniet** molāro koncentrāciju nātrija tiosulfāta šķīdumam. Kālija jodāta molmasa $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Ja nevarējāt aprēķināt $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, izmantojiet $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ atlikušajā uzdevumā

3. **Aprēķiniet** joda šķīduma molāro koncentrāciju.

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

Ja nevarējāt aprēķināt $c(I_2)$, izmantojiet $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ atlikušajā uzdevumā.

4. **Uzrakstiet** vienādojumu reakcijai starp jodu I_2 un sēra dioksīdu SO_2 , pieņemot, ka sēra dioksīds tiek oksidēts par sulfātjoniem SO_4^{2-} .

5. **Aprēķiniet** masas koncentrāciju, izteiktu miligramos litrā, kopējam sēra dioksīdam vīnā. Sēra dioksīda molmasa $M(SO_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

SODI

Pārkāpums #	Skolēna paraksts	Laboranta paraksts
1 (bez soda)		
2		
3		
4		
5		