SRB_3

Практични део такмичења

51st — International Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019

Бавимо се науком заједно!

24.07.2019.

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

Општа упутства

- Ова књижица садржи 28 страница.
- Пре почетка израде практичних задатака биће дата команда за читање **Read**. Имаћете 15 минута да прочитате књижицу са задацима. У току овог периода имате право само да **читате**; **не смете писати нити користити калкулатор**.
- Можете почети са радом када се изда команда **Start**. На располагању вам је **5 сати** за израду задатака.
- Можете да радите задатке било којим редом, али се **препоручује да се почне задатком P1**.
- Све резултате и одговоре морате читко написати **хемијском оловком у предвиђене просторе**. Одговори изван предвиђених простора се неће оцењивати.
- Ако вам је потребан папир за вежбу, користите полеђине листова књижице. Запамтите да **ништа написано ван предвиђених места неће бити оцењивано**.
- Званична енглеска верзија ове књижице вам је доступна на захтев и служи само за разјашњавање.
- Ако је потребно да напустите лабораторију (да бисте користили тоалет или нешто попили или појели), подигните одговарајући картон. Асистент ће вам прићи и испратити вас.
- Полице изнад радних места не смеју да се користе због једнакости такмичара.
- **Морате се придржавати безбедносних правила** датих у прописима IChO. У случају да прекршите правила, само једном ћете бити упозорени од лабораторијског асистента. Свако додатно кршење правила након опомене довешће до избацивања из лабораторије и добићете 0 поена за практични део такмичења.
- Хемикалије и лабораторијско посуђе, ако није другачије назначено, биће допуњени односно замењени без смањења броја поена само једном. Сваки следећи такав случај ће изазвати одузимање 1 поена од 40 колико носи практични део такмичења.
- Лабораторијски асистент ће вас обавестити да је остало још 30 минута до команде **Stop**.
- Морате престати са радом истог тренутка када се да команда **Stop**. Ако наставите са радом или писањем још један минут или дуже добићете нула поена за цели практични део такмичења.
- Након што је дата команда **Stop**, лабораторијски асистент ће доћи да потпише вашу књижицу са одговорима.
- Након што сте је и ви и асистент потписали, ставите књижицу у коверту и предајте је заједно са производом и плочицама за TLC.

Правила у лабораторији и безбедност

- Морате носити лабораторијски мантил који је стално закопчан. Обућа мора потпуно да покрије стопало, укључујући и пету.
- Увек носите заштитне наочаре или наочаре са диоптријом док сте у лабораторији. Немојте носити контактна сочива.
- Немојте јести или пити у лабораторији. Жвакаће гуме нису дозвољене.
- Радите само у обележеном простору. Будите уредни у раду како на свом радном месту тако и на заједничким површинама.
- Не смете изводити друге експерименте. Не смете модификовати задате експерименте.
- Не пипетирајте устима! Увек користите пропипету!
- У случају просипања хемикалија или ломљења посуђа, одмах уклоните просуто, односно крхотине са радног стола или пода.

- Одлажите отпад на прописан начин да бисте избегли повреде или контаминацију. Безопасан отпад који је растворљив у води или мешљив са њом се може просути у сливник. Остали отпад се мора одложити у за то означене затворене посуде.

Физичке константе и једначине

У задацима узмите да се активитети свих хемијских врста у воденом раствору могу заменити концентрацијама у mol L^{-1}. Да би се додатно поједноставиле формуле и изрази, изоставља се стандардна концентрација $c^\circ = 1$ mol L^{-1}.

Авогадрова константа:	$N_A = 6{,}022 \cdot 10^{23}$ mol^{-1}
Универзална гасна константа:	$R = 8{,}314$ J mol^{-1} K^{-1}
Стандардни притисак:	$p^\circ = 1$ bar $= 10^5$ Pa
Атмосферски притисак:	$P_{atm} = 1$ atm $= 1{,}013$ bar $= 1{,}013 \cdot 10^5$ Pa
Нула Целзијусове скале:	273,15 K
Фарадејева константа:	$F = 9{,}649 \cdot 10^4$ C mol^{-1}
Ват:	1 W = 1 J s^{-1}
Киловат-час:	1 kWh $= 3{,}6 \cdot 10^6$ J
Планкова константа:	$h = 6{,}626 \cdot 10^{-34}$ J s
Брзина светлости у вакууму:	$c = 2{,}998 \cdot 10^8$ m s^{-1}
Елементарно наелектрисање:	$e = 1{,}6022 \cdot 10^{-19}$ C
Електрична снага:	$P = \Delta E \times I$
Искоришћење снаге:	$\eta = P_{\text{добијено}}/P_{\text{примењено}}$
Планк-Ајнштајнова релација:	$E = hc/\lambda$
Једначина идеалног гасног стања:	$pV = nRT$
Гибсова слободна енергија:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{cell}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$
Реакциони коефицијент Q за реакцију a A(aq) + b B(aq) = c C(aq) + d D(aq):	$Q = \dfrac{[C]^c[D]^d}{[A]^a[B]^b}$
Хендерсон-Хаселбалхова једанчина:	$\text{pH} = \text{p}K_a + \log\dfrac{[A^-]}{[AH]}$
Нернст-Питерсонова једначина:	$E = E^o - \frac{RT}{zF}\ln Q$
где је Q реакциони коефицијент за полуреакцију редукције	на $T = 298$ K, $\frac{RT}{F}\ln 10 \approx 0{,}059$ V
Бер-Ламберов закон:	$A = \varepsilon l c$
Интеграљени облик израза за брзину реакције:	
- Нулти ред:	$[A] = [A]_0 - kt$
- Први ред:	$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$
- Други ред:	$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$
Полуживот за процес првог реда:	$t_{1/2} = \ln 2/k$
Просечна моларна маса M_n:	$M_n = \dfrac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$
Моларна маса упросечена по маси M_w:	$M_w = \dfrac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$
Индекс полидисперзности I_p:	$I_p = \dfrac{M_w}{M_n}$

Напомена

Јединица моларне концентрације је „M“ или „mol L^{-1}“:

1 M = 1 mol L^{-1} 1 mM = 10^{-3} mol L^{-1} 1 μM = 10^{-6} mol L^{-1}

Периодни систем елемената

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 -

Значење ознака ризика GHS

Ознаке ризика GHS (H-кодови) које су повезане са материјалима који се користе дате су у конкретном задатку. Њихово значење је дато доле.

Физички ризици

H225 Јако запаљива течност и пара
H226 Запаљива течност и пара
H228 Запаљива чврста супстанца
H271 Може да изазове пожар или експлозију; јако оксидационо средство.
H272 Може појачати ватру; оксидационо средство.
H290 Нагриза метал.

Ризици по здравље

H301 Отровно ако се прогута
H302 Штетно ако се прогута
H304 Може бити смртоносно ако се прогута или доспе у дисајне путеве.
H311 Токсично у контакту са кожом
H312 Штетно у контакту са кожом
H314 Изазива озбиљне опекотине и повреде ока.
H315 Иритира кожу.
H317 Може изазвати алергијску реакцију на кожи.
H318 Изазива озбиљне повреде ока.
H319 Јако иритира око.
H331 Отровно ако се удахне
H332 Штетно ако се удахне
H333 Може бити штетно ако се удахне.
H334 Може да изазове симптоме алергије или астме, или отежано дисање ако се удахне.
H335 Може да изазове иритацију дисајних путева.
H336 Може да изазове поспаност или вртоглавицу.
H351 Сумња се да изазива рак.
H361 Сумња се да неповољно утиче на плодност или на плод.
H371 Може да оштећује органе.
H372 Оштећује органе при дужем или поновљеном излагању.
H373 Може да оштети органе при дужем или поновљеном излагању.

Ризици по животну средину

H400 Врло отровно за водене организме
H402 Штетно за водене организме
H410 Врло отровно за водене организме, са дуготрајним ефектима
H411 Отровно за водене организме, са дуготрајним ефектима
H412 Штетно за водене организме, са дуготрајним ефектима

Хемикалије

За све задатке

Хемикалије	Ознака	Ознаке ризика GHS
Дејонизована вода у: - шприц-боци (на радном месту) - пластичној боци (на радном месту) - пластичном канистеру (дигестор)	**Deionized Water**	безопасно
етанол, у шприц-боци	**Ethanol**	H225, H319
Узорак белог вина, 300 mL у затамњеној пластичној боци	**Wine sample**	H225, H319

За задатак P1

Хемикалије	Ознака	Ознаке ризика GHS
4-нитробензалдехид, 1,51 g у затамњеној стакленој бочици	**4-nitrobenzaldehyde**	H317, H319
Елуент A, 20 mL у стакленој бочици	**Eluent A**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Елуент B, 20 mL у стакленој бочици	**Eluent B**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (калијум-пероксомоносулфат), 7,87 g у пластичној боци	**Oxone®**	H314
Узорак 4-нитробензалдехида за ТЛЦ	**TLC standard**	H317, H319

За задатак P2

Хемикалије	Ознака	Ознаке ризика GHS
1 M раствор калијум-тиоцијаната, 20 mL у пластичној боци	**KSCN 1 M**	H302+H312+H332, H412
0,00200 M раствор калијум-тиоцијаната, 60 mL у пластичној боци	**KSCN 0.00200 M**	безопасно
1 M раствор перхлорне киселине, 10 mL у пластичној боци	**$HClO_4$**	H290, H315, H319
0,00200 M раствор гвожђа(III), 80 mL у пластичној боци	**Fe(III) 0.00200 M**	безопасно
0,000200 M раствор гвожђа(III), 80 mL у пластичној боци	**Fe(III) 0.000200 M**	безопасно
0,3% раствор водоник-пероксида, 3 mL у затамњеној стакленој боци	**H_2O_2**	безопасно

За задатак P3

Хемикалије	Ознака	Ознаке ризика GHS
0,01 M раствор јода, 200 mL у затамњеној пластичној боци	**I_2**	H372
0,03 M раствор натријум-тиосулфата, 200 mL у пластичној боци	**$Na_2S_2O_3$**	безопасно
1 M раствор NaOH, 55 mL у пластичној боци	**NaOH**	H290, H314
2,5 M раствор сумпорне киселине, 80 mL у пластичној боци	**H_2SO_4**	H290, H315, H319
0,5 M раствор калијум-јодида, 25 mL у пластичној боци	**KI**	H372
калијум-перјодат, око 100 mg (тачна маса је написана на етикети), у стакленој бочици	**KIO_3**	H272, H315, H319, H335
раствор скроба, 25 mL у пластичној боци	**Starch**	безопасно

Опрема

За све задатке

Опрема намењена једном такмичару	Количина
пропипета	1
заштитне наочаре	1
пластична боца од 1 L за органски отпад, означена „**Organic waste**“	1
папирни убруси	15 листова
папирићи за брисање финих површина	30 листића
шпатула (велика)	1
шпатула (мала)	1
штоперица	1
оловка	1
гумица	1
црна хемијска оловка	1
маркер за писање по стаклу	1
лењир	1

Опрема коју дели више такмичара	Количина
UV-лампа за визуализацију TLC-плочица	2 по лабораторији
колориметар	5 по лабораторији
рукавице	све величине (S, M, L, XL) су доступне по обраћању асистенту
посуда са ледом	1 по лабораторији

За задатак P1

Опрема намењена једном такмичару	Количина
Статив са: - малом клемом и муфом - великом клемом и муфом	1 2 1
шлифовани ерленмајер, 100 mL	1
шлифовани ерленмајер, 50 mL	1
повратни кондензатор	1
магнетна мешалица са грејањем	1
кристализациона шоља	1
магнет	1
Гуч-боца	1
Бихнеров левак са гуменим адаптером	1
патент-врећица која садржи 3 комада филтер-папира	1
Петри-шоља	1
Чаша за развијање TLC-плочица, означена „**TLC elution chamber**“	1
патент-врећица која садржи 3 TLC-плочице (са флуоресцентним индикатором), означена са вашим кодом	1
капиларе за наношење раствора на TLC-плочице (у Петри-шољи)	4
пластична пинцета	1
стаклени штапић	1
мензура, 25 mL	1
чаша, 150 mL	2

пластични левак за додавање чврстих супстанци	1
једнократне пластичне пипете	2
затамњене стаклене бочице за узорке за TLC, 1,5 mL, са затварачем, означене са **C** и **R**	2
Претходно измерена затамњена стаклена бочица, 10 mL, са затварачем, означена са **вашим кодом**	1
штап за вађење магнета	1

За задатак P2

Опрема намењена једном такмичару	**Количина**
трбушаста пипета, 10 mL	1
градуисана пипета, 10 mL	3
градуисана пипета, 5 mL	3
сталак за епрувете	1
епрувета	15
запушач за епрувету	7
кивета за колориметар, дужина оптичког пута је 1,0 cm	2
чаша, 100 mL	2
једнократне пластичне пипете	15

За задатак P3

Опрема намењена једном такмичару	**Количина**
статив са клемом за бирете	1
бирета, 25 mL	1
стаклени левак	1
ерленмајер, 100 mL	3
ерленмајер, 250 mL	3
чаша, 150 mL	1
чаша, 100 mL	2
нормални суд, 100 mL, са запушачем	1
трбушаста пипета, 50 mL	1
трбушаста пипета, 25 mL	1
трбушаста пипета, 20 mL	1
мензура, 25 mL	1
мензура, 10 mL	1
мензура, 5 mL	1
једнократне пластичне пипете	3
парафилм	20 листова

задатак P1 13% од укупног	питање	принос	чистоћа	TLC	P1.1	P1.2	укупно
	максималан број поена	12	12	8	2	3	37
	поени						

Задатак P1. Оксидација нитробензалдехида под „зеленим“ условима

Последњих неколико деценија хемичари покушавају да замене штетне реагенсе за оксидацију да би се смањиле потребе за обраду опасног отпада. У овом задатку изабран је калијум-пероксомоносулфат као оксидационо средство јер као производе даје само сулфатне јоне који нису токсични и не загађују животну средину. Ова супстанца је означена комерцијалним називом Oxone®.
Поред тога, реакција се изводи у смеси воде и етанола који се сматрају „зеленим“ растварачима.

Ваш задатак је да изведете оксидацију 4-нитробензалдехида, прекристалишете сирови производ и упоредите два елуента за TLC, те да проверите чистоћу добијеног производа коришћењем TLC.

Напомена: Отпад који садржи етанол и елуенте се одлаже у боцу означену са „Organic waste“.

Поступак

I. Оксидација 4-нитробензалдехида

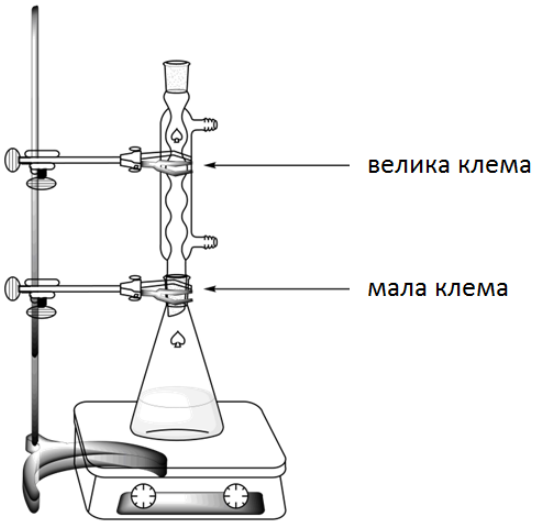
1. **Помешајте** 20 mL воде и 5 mL етанола.

2. **Убаците** магнет у **шлифовани** ерленмајер од 100 mL.

3. **Пренесите** претходно одмерених 1,51 g 4-нитробензалдехида у ерленмајер. **Сипајте** целокупну количину претходно направљене смесе етанола и воде. **Причврстите клемом** ерленмајер за статив. **Започните са мешањем** смесе, па затим **додајте** претходно одмерених 7,87 g реагенса Oxone®.

4. **Поставите** повратни кондензатор тако што олабавите велику клему и подесите да кондензатор приања на шлифовано грло ерленмајера (видети слику 1). **Подигните** картон HELP. Асистент ће доћи да пусти воду за хлађење и укључи загревање.

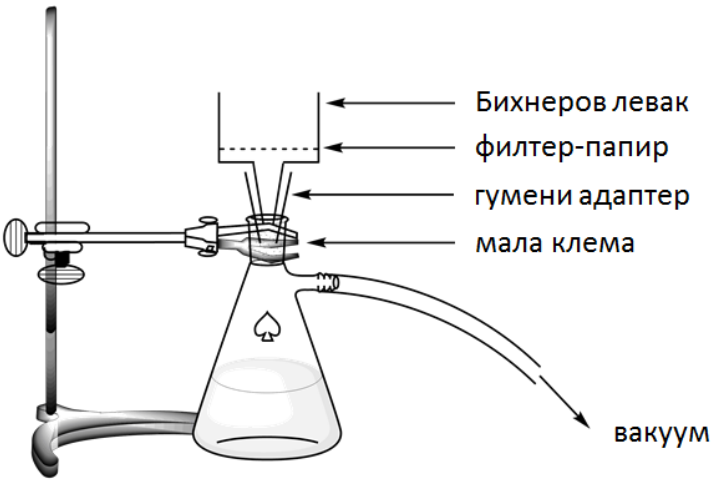
5. **Загревајте** реакциону смешу да благо кључа (приближно 1 кап кондензованог растварача у секунди) током 45 минута. Ознака на мешалици (део за грејање) требало би да одговара потребној снази за одржавање благог рефлуктовања.



Слика 1. Апаратура за загревање реакционе смесе уз благо кључање

6. По истеку времена, **искључите** загревање на магнетној мешалици. **Склоните** мешалицу и **оставите** реакциону смесу да се хлади током 10 минута. Након тога **уроните** суд у кристализациону шољу која је напуњена смесом леда и воде. **Оставите** је у купатилу 10 минута.

7. **Саставите** апаратуру за цеђење под вакуумом (видети слику 2) коришћењем Бихнеровог левка, филтер-папира и гуч-боце причвршћене за статив малом клемом. **Подигните** картон HELP. Асистент ће доћи и показати вам како да повежете гуч-боцу са вакуум-пумпом.



Слика 2. Апаратура за цеђење под вакуумом

8. **Навлажите** филтер-папир водом и **проверите** да он прекрива све рупе на Бихнеровом левку.

9. **Пренесите** суспензију сировог производа на Бихнеров левак и **укључите** вакуум. **Исперите** темељно талог дејонизованом водом (барем 4×20 mL).

10. **Оставите** талог на левку још 5 минута да се вакуумом уклони највећи део растварача. **Одвојите** гуч-боцу од вакуум-пумпе. **Помоћу** мале шпатуле пренесите веома малу количину (на врху шпатуле) производа у затамњену стаклену бочицу од 1,5 mL, **означену са C**. **Затворите** бочицу и **сачувајте** је за III део задатка.

11. **Пренесите** целокупну преосталу количину чврстог производа у шлифовани ерленмајер од 50 mL.

12. **Баците** филтрат у боцу означену са „Organic waste“ и **оперите** гуч-боцу и Бихнеров левак етанолом и водом. **Бацајте** отпад који садржи етанол у боцу означену са „Organic waste“.

II. Прекристализација производа

1. **Помешајте** 9 mL воде са 21 mL етанола.

2. **Изведите** прекристализацију сировог производа у шлифованом ерленмајеру од 50 mL користећи одговарајућу количину ове смесе воде и етанола, а помоћу апаратуре коју сте користили за загревање (видети слику 1). **Подигните** картон HELP. Асистент ће доћи и

пустити воду за хлађење и укључити загревање. **Додавајте** смесу растварача кроз горњи отвор кондензатора.

3. Када је производ искристалисао, **на исти начин** као што је претходно описано (тачке I.7 до I.10) одвојите талог од раствора. **Помоћу** мале шпатуле пренесите веома малу количину (на врху шпатуле) производа у затамњену стаклену бочицу од 1,5 mL, **означену са R**. **Затворите** бочицу и **сачувајте** је за III део задатка.

4. **Пренесите** целокупну преосталу количину чистог чврстог производа у претходно измерену стаклену бочицу означену са вашим кодом. **Затворите** бочицу.

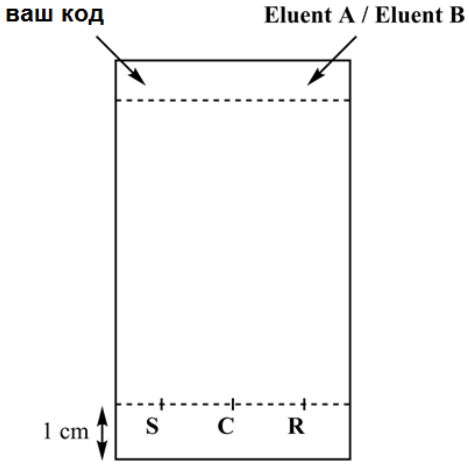
5. **Баците** филтрат у боцу означену са „Organic waste“ и **подигните** картон HELP. Асистент ће доћи и затворити доток воде.

III. Анализа помоћу танкослојне хроматографије (TLC)

1. **Припрема чаше за хроматографију (TLC elution chamber). Улијте** у ову чашу елуент A тако да његова висина буде око 0,5 cm. Покријте чашу поклопцем Петри-шоље. **Сачекајте** да се елуентом засити атмосфера у чаши.

2. **Припрема узорака**. Добили сте узорак 4-нитробензалдехида у затамњеној стакленој бочици означеној са **TLC standard** (на TLC плочици стартна мрља ће бити означена са **S**). Сачували сте узорке сировог (бочица **C**) и прекристалисаног (бочица **R**) производа. **Сипајте** око 1 mL етанола у сваку бочицу да би се узорци растворили.

3. **Припрема плочице за TLC**. Користећи оловку пажљиво **нацртајте** стартну линију (1 cm од дна плочице) и **означите** стартне мрље за 3 узорка. **Обележите** их са **S** (полазни материјал), **C** (сирови производ) и **R** (прекристалисани производ), као што је приказано на слици 3. У горњем левом углу плочице, **упишите** свој **код**. У горњем десном углу плочице, **назначите** који сте елуент користили за развијање плочице (прву плочицу означите са „**Eluent A**“, а другу са „**Eluent B**“). **Нанесите** три узорка на плочицу помоћу капилара.



Слика 3. Означавање плочице за TLC

4. **Извођење анализе помоћу TLC-а**. Користећи пинцету, **ставите** плочицу за TLC у чашу за TLC и **покријте** је поклопцем Петри-шоље. **Сачекајте** да се елуент **попне** на приближно 1 cm испод врха плочице. **Извадите** плочицу пинцетом, означите фронт растварача оловком и оставите плочицу да растварачи испаре на ваздуху.

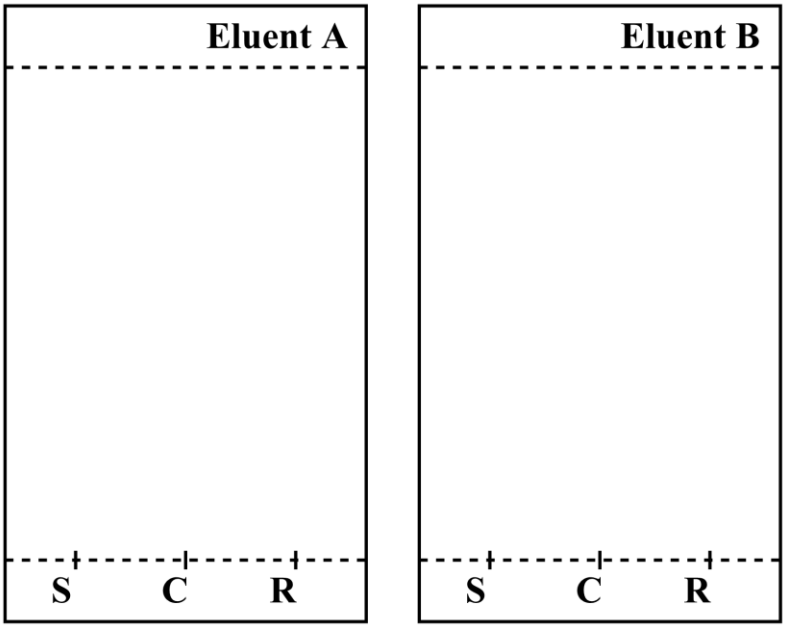
5. **Визуализација мрља на плочицама за TLC**. **Поставите** плочицу за TLC испод UV-лампе на заједничком радном простору. Оловком **заокружите** све мрље које се виде.

6. **Проспите елуенте у боцу означену са „Organic waste“.**

7. **Поновите** кораке 1, 3, 4, 5 и 6 користећи елуент B.

8. **Ставите** своје плочице у патент-врећицу означену вашим кодом.

Изглед ваших плочица за TLC (**доцртајте** своје мрље у шеме). Можете користити ове цртеже као помоћ за давање одговора на следећа питања. Ове шеме неће бити оцењиване.



На крају, асистент ће узети следеће:
- стаклену бочицу означену **вашим кодом** у којој се налази прекристалисани производ;
- плочице за TLC означене са A и B у патент-врећици означеној **вашим кодом**.

Submitted items	
Recrystallized product	□
TLC plate A	□
TLC plate B	□
Signatures	

Student _____ Lab Supervisor _____

Питања

1. **Напишите** структуру коначног органског производа који настаје у реакцији 4-нитробензалдехида и реагенса Oxone®.

2. На основу анализе TLC-ом, **одговорите** на следећа питања.

- Који елуент је бољи за праћење тока реакције?

□ **A** □ **B**

- Сирови производ (C) садржи трагове 4-нитробензалдехида

□ **True (тачно)** □ **False (нетачно)**

- Прекристалисани производ (R) садржи трагове 4-нитробензалдехида.

□ **True (тачно)** □ **False (нетачно)**

Задатак P2 14% од укупног	Питање	Калибрација	Одређивање гвожђа	P2.1	P2.2	P2.3	Одређивање стехиометријског односа	P2.4	P2.5	укупно
	максималан број поена	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	поени									

Задатак P2. Гвожђе и старење вина

Гвожђе се може наћи у вину. Када концентрација гвожђа пређе 10 до 15 mg по литру, оксидација гвожђа(II) у гвожђе(III) може довести до губитка квалитета услед грађења талога. Због тога се одређује садржај гвожђа у вину током производње.

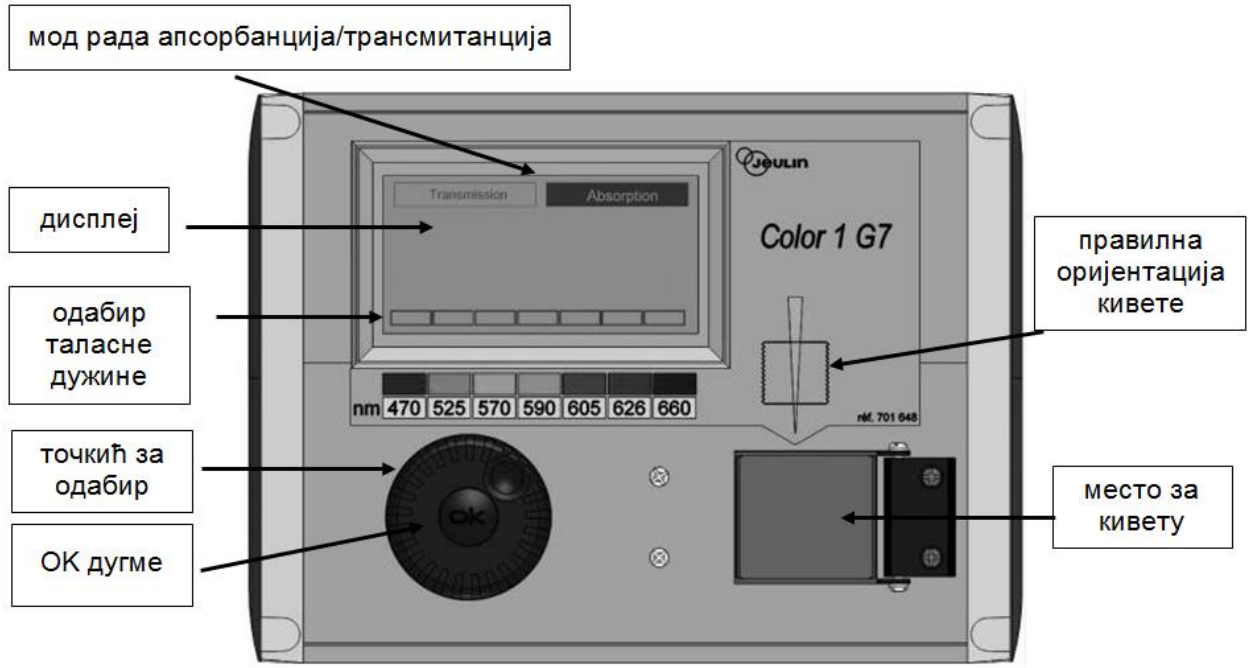
Услед врло ниске концентрације гвожђа, за његово одређивање се користи спектрофотометријска метода заснована на грађењу комплекса гвожђа(III) и SCN^- као лиганда.

Ваш задатак је да одредите укупну концентрацију гвожђа у узорку белог вина који вам је дат, користећи спектрофотометрију, а и да одредите стехиометријски однос тиоцијаната и гвожђа(III) у комплексу.

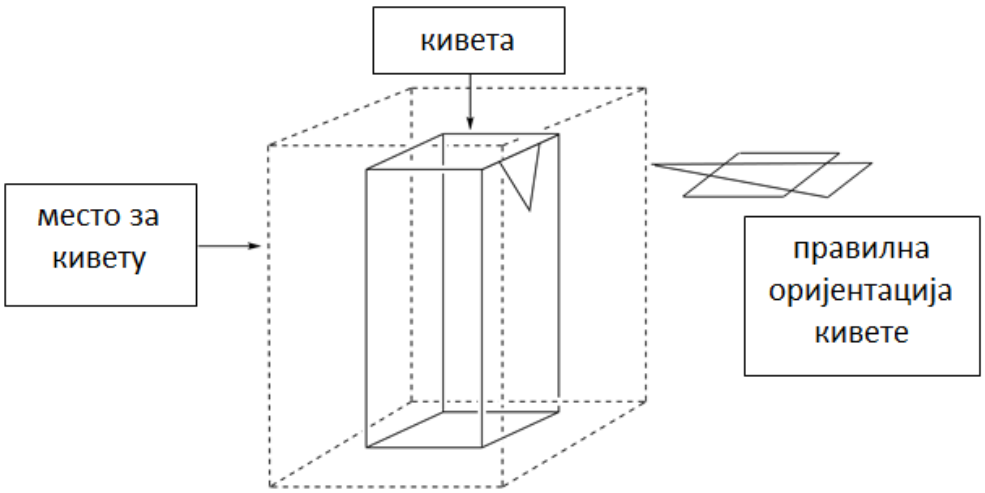
УПОЗОРЕЊЕ

- У овом задатку добили сте два раствора гвожђа(III) различитих концентрација и два раствора тиоцијаната различитих концентрација. Будите обазриви при раду да их не помешате.
- Када сте припремили растворе за спектрофотомеријско мерење, треба да измерите апсорбанције најкасније сат времена после додавања тиоцијаната.
- Када вам је потребан колориметар, подигните картон HELP. Асистент ће вам дати колориметар са неком ознаком. Можете без ометања од других такмичара користити овај колориметар максимално 15 минута. Асистент ће преузети колориметар када завршите или по истеку 15 минута. Ако ниједан колориметар није слободан када га затражите, ставиће вас на листу чекања.
- Упутства за рад на колориметру су дата на следећој страници.
- Можете користити колориметар највише три пута за израду овог задатка.

Упутства за рад на колориметру



- Укључите колориметар!
- Проверите да ли је мод рада „Absorbance" означен? Ако није, окрећите точкић за одабир док се испрекидана линија не појави око „Absorbance", па онда притисните OK дугме.
- Окрећите точкић за одабир док се испрекидана линија не појави око предвиђене таласне дужине (470 nm). Притисните OK дугме.
- Поставите кивету са приближно 3 cm високим стубом течности слепе пробе на одговарајуће место у колориметру. Будите обазриви да правилно оријентишете кивету (погледајте колориметар, сноп светлости је усмерен као што показује жута стрелица, погледати слику доле), гурните кивету до краја и затворите поклопац.
- Окрећите точкић за одабир док се испрекидана линија не појави око „Absorbance", а затим притисните OK дугме. Окрећући точкић за одабир, означите „Calibration" и притисните дугме OK.
- Сачекајте да се на дисплеју појави 0.00 (или –0.00).
- Ставите кивету са око 3 cm високим стубом течности анализираног раствора на место за кивету! Затворите поклопац!
- Очитајте вредност апсорбанције.



I. Одређивање садржаја гвожђа у узорку вина

За овај део задатка, биће вам потребан раствор гвожђа(III) концентрације 0,000200 M и раствор калијум-тиоцијаната концентрације 1 M.

Поступак

1. **Припремите** 6 епрувета одмеравањем доле наведених запремина раствора које сте добили, према доњој табели.

Епрувета #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
0,000200 M раствор гвожђа(III)	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M раствор перхлорне киселине	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
узорак вина					10,0 mL	10,0 mL
раствор водоник-пероксида					0,5 mL	0,5 mL
дејонизована вода	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

2. **Запушите** епрувете и **промућкајте** садржај.

3. **Додајте** по 1,0 mL раствора калијум-тиоцијаната концентрације 1 M у епрувете **1**, **2**, **3**, **4** и **5**. **Немојте** га додавати у епрувету **6**. **Запушите** епрувете и **промућкајте** садржај.

4. Када сте припремили све растворе, **подигните** картон HELP да добијете колориметар од асистента.

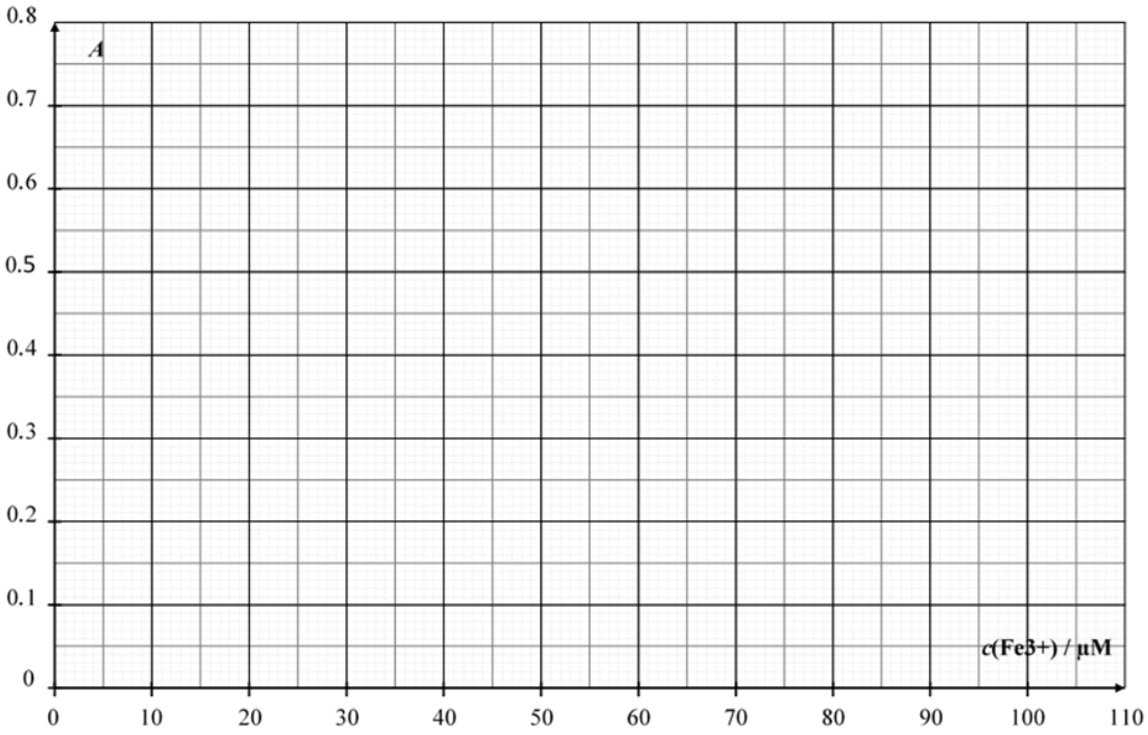
5. **Припремите** колориметар према упутству датом на страни 17. **Подесите** таласну дужину на вредност од 470 nm. **Користите** дејонизовану воду као слепу пробу.

6. **Очитајте** апсорбацију раствора из сваке епрувете (од **1** до **6**) на овој таласној дужини. **Упишите** вредности у доле дату табелу. **Подигните** картон HELP да вратите колориметар.

Епрувета #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
апсорбанција (на 470 nm)						
аналитичка концентрација Fe^{3+} у епрувети $c(Fe^{3+})$ / μM	16	32	64	96		
ознака колориметра						

Питања

1. **Нацртајте** график зависности апсорбанције *A* раствора у епруветама **1** до **4** у функцији аналитичке концентрације Fe^{3+}, уношењем одговарајућих тачака.



- У датој табели штиклирајте које вредности апсорбанције сте одабрали да користите за цртање калибрационе праве.

Епрувета #	**1**	**2**	**3**	**4**
апсорбанција коју ћете користити за калибрациону праву				

2. Коришћењем претходне зависности и података које сте одабрали, **нацртајте** калибрациону праву на графику горе и **одредите** аналитичку концентрацију Fe^{3+} (у µmol L^{-1}) у епрувети **5**.

$$\boldsymbol{c(Fe^{3+})_{\text{епрувета 5}} = _____\ \mu mol\ L^{-1}}$$

Ако нисте израчунали концентрацију $c(Fe^{3+})$, користите вредност $c(Fe^{3+}) = 50\ \mu mol\ L^{-1}$ у наставку задатка.

3. **Израчунајте** масену концентрацију, у mg по литру, гвожђа у испитиваном узорку белог вина.

c_m**(гвожђе) =** _____ **mg** L^{-1}

II. Одређивање стехиометријског односа у комплексу

За овај део задатка, биће вам потребан раствор гвожђа(III) концентрације 0,00200 M и раствор калијум-тиоцијаната концентрације 0,00200 M.

Поступак

У делу I овог задатка, користили сте боју комплекса гвожђа(III) и тиоцијаната за одређивање концентрације гвожђа у узорку вина. Део II овог задатка се бави одређивањем стехиометријског односа у комплексу $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$ (координована вода није приказана), где су *a* и *b* цели бројеви који нису већи од 3.

За овај део задатка дати су вам следећи водени раствори:

- 0,00200 M раствор гвожђа(III) који је већ закишељен (80 mL)
- 0,00200 M раствор калијум-тиоцијаната (80 mL).

На располагању су вам и даље епрувете (и запушачи које можете да оперете и осушите), градуисане пипете, кивете за спектрофотометар, колориметар (на захтев), и друга опрема на вашем радном месту коју сматрате потребном.

1. **Попуните** прва три реда доле наведене табеле вредностима запремина на основу којих ћете спектофотометријски одредити стехиометријски однос у комплексу. *Није неопходно да попуните све колоне табеле*. **Израчунајте** молски удео гвожђа(III) у свакој епрувети користећи следећу формулу:

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

Епрувета #	**7**	**8**	**9**	**10**	**11**	**12**	**13**	**14**	**15**
запремина раствора гвожђа(III) концентрације 0,00200 M $V_{Fe(III)}$ / mL									
запремина раствора калијум-тиоцијаната концентрације 0,00200 M V_{SCN-} / mL									
молски удео гвожђа(III) $x(Fe^{3+})$									
апсорбанција (на 470 nm)									
ознака колориметра									

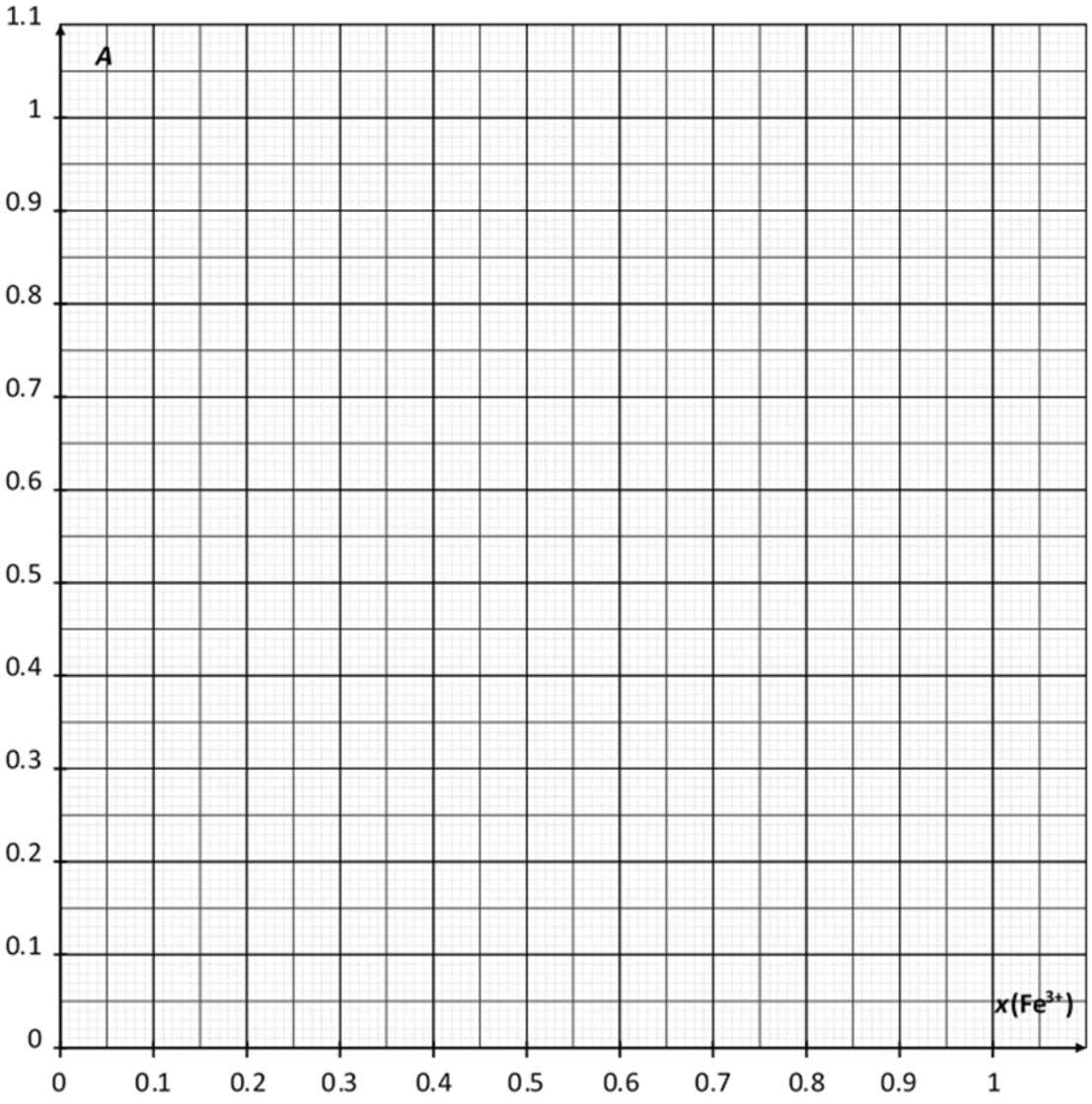
2. **Припремите** растворе у епруветама. Када сте их све припремили, **подигните** картон HELP да бисте добили колориметар од асистента.

3. **Припремите** колориметар за снимање према упутству описаном на страни 17. **Подесите** вредност таласне дужине на 470 nm. **Користите** дејонизовану воду као слепу пробу.

4. **Измерите** вредност апсорбанције на овој таласној дужини раствора из сваке епрувете. **Унесите** вредности у табелу на претходној страници.

Питања

4. **Нацртајте** зависност апсорбанције *A* раствора у епруветама у функцији молског удела гвожђа(III), $x(Fe^{3+})$, уношењем одговарајућих тачака.



5. На основу вредности које сте добили у експериментима, **одредите** стехиометријски однос у комплексу $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$.

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

Задатак Р3 13% од укупног	Питање	Титрација I	Титрација II	Титрација III	Р3.1	Р3.2	Р3.3	Р3.4	Р3.5	Укупно
	максималан број поена	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	поени									

Задатак Р3. Вино које треба сачувати

Сумпор-диоксид, SO_2, користи се као конзерванс за вино. Када се SO_2 додаје у вино долази до реакције са водом и грађења хидрогенсулфитних јона, HSO_3^-, и протона, H^+. Хидрогенсулфит се може претворити у сулфит, SO_3^{2-}, губитком другог протона.

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

Могућа је даља реакција са састојцима присутним у вину, као што су ацеталдехид, пигменти, шећери итд., при чему настају производи P. Укупна концентрација сумпор-диоксида представља збир концентрација „слободних“ облика (SO_2, HSO_3^- и SO_3^{2-}) и P.

Концентрација конзерванса је регулисана зато што сулфити и сумпор-диоксид могу бити штетни по здравље неких људи. У Европској унији, максимална дозвољена укупна концентрација сумпор-диоксида износи 100 mg L^{-1} за црвено вино, а 150 mg L^{-1} за бело, односно розе вино.

Ваш задатак је да одредите укупну концентрацију сумпор-диоксида у узорку вина који сте добили, користећи јодиметријску титрацију.

Поступак

I. Стандардизација раствора натријум-тиосулфата

1. Дат вам је узорак калијум-јодата, KIO_3, масе око 100 mg. Тачна маса је написана на етикети бочице. **Упишите** ову вредност у доле дату табелу.

2. **Припремите** 100 mL раствора калијум-јодата у нормалном суду од 100 mL, користећи целокупну количину чврстог калијум-јодата и дејонизовану воду. Овај раствор се означава са **S**.

3. У ерленмајер од 100 mL **додајте**:
- 20 mL раствора **S** трбушастом пипетом;
- 5 mL раствора калијум-јодида (0,5 M), користећи мензуру од 5 mL;
- 10 mL раствора сумпорне киселине (2,5 M), користећи мензуру од 10 mL.

4. **Промешајте** садржај ерленмајера, **прекријте** отвор парафилмом и **оставите** ерленмајер у ормарић испод радног места током барем 5 минута.

5. **Напуните** бирету раствором тиосулфата који сте добили, користећи чашу. **Титрујте** садржај ерленмајера уз константно мешање. Када садржај ерленмајера постане бледожут, **додајте** десет капи раствора скроба и **наставите са титрацијом** до потпуног обезбојавања раствора. **Забележите** запремину утрошеног титрационог средства V_1.

6. **Поновите** по потреби кораке 3-5.

Маса калијум-јодата (упишите вредност са етикете)	

Анализа n°	**V_1 / mL**
1	
2	
3	
Одабрана вредност, V_1 / mL	

II. Стандардизација раствора јода

1. Користећи трбушасту пипету, **пренесите** 25 mL раствора јода означеног са $\mathbf{I_2}$ у ерленмајер запремине 100 mL.

2. **Титрујте** садржај ерленмајера раствором натријум-тиосулфата. Када садржај постане бледожут, **додајте** десет капи раствора скроба и **наставите са титрацијом** док раствор не постане безбојан. **Забележите** запремину утрошеног титрационог средства, $\boldsymbol{V_2}$.

3. **Поновите** по потреби кораке 1-2.

Анализа n°	**V_2 / mL**
1	
2	
3	
Одабрана вредност, V_2 / mL	

III. Одређивање укупног садржаја сумпор-диоксида

1. Користећи трбушасту пипету, **пренесите** 50 mL узорка вина у ерленмајер од 250 mL.

2. **Додајте** 12 mL раствора натријум-хидроксида (1 M), помоћу мензуре од 25 mL. **Прекријте** отвор парафилмом, **промешајте** садржај и оставите барем 20 минута.

3. **Додајте** 5 mL раствора сумпорне киселине (2,5 M) и око 2 mL раствора скроба, користећи једнократну градуисану пластичну пипету.

4. **Титрујте** садржај ерленмајера раствором јода из бирете до појаве тамног обојења које је присутно барем 15 секунди. **Забележите** запремину утрошеног титрационог средства, V_3.

5. **Поновите** по потреби кораке 1-4.

Анализа n°	**V_3 / mL**
1	
2	
3	
Одабрана вредност, V_3 / mL	

Питања

1. **Напишите** сређене једанчине свих реакција које се одигравају приликом стандардизације раствора натријум-тиосулфата.

2. **Израчунајте** моларну концентрацију раствора натријум-тиосулфата. Моларна маса калијум-јодата износи $M(KIO_3) = 214{,}0\ g\ mol^{-1}$.

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

Ако нисте могли да израчунате $c(S_2O_3^{2-})$, у остатку задатка користите вредност $c(S_2O_3^{2-}) = 0{,}0500\ mol\ L^{-1}$.

3. **Израчунајте** моларну концентрацију раствора јода.

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

Ако нисте могли да израчунате $c(I_2)$, у остатку задатка користите вредност $c(I_2) = 0{,}00700\ mol\ L^{-1}$.

4. **Напишите** сређену једначину реакције између јода, I_2, и сумпор-диоксида, SO_2; узмите да се сумпор-диоксид оксидује до сулфатних јона SO_4^{2-}.

5. **Израчунајте** укупну масену концентрацију, у mg по литру, сумпор-диоксида у узорку вина. Моларна маса сумпор-диоксида износи $M(SO_2) = 64{,}1\ g\ mol^{-1}$.

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

PENALTIES (КАЗНЕ)

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