

PRAKTIČNI TEST



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

Delajmo znanost skupaj!

SREČNO!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

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

Splošna navodila

- Praktični del testa vsebuje 27 strani.
- Pred začetkom testa boš dobil komando **Beri**. Na voljo boš imel 15 minut, da prebereš naloge. Med tem časom lahko samo **bereš; ne smeš pisati ali uporabljati kalkulatorja**.
- Z delom prični, ko dobiš komando **Start**. Za izvedbo nalog boš imel **5 ur časa**.
- Naloge lahko izvedeš v kateremkoli vrstnem redu, vendar pa **svetujemo, da začneš z nalogo P1**.
- Vse rezultate in odgovore jasno zapiši s **kemičnim svinčnikom v označene prostorčke** na listih. Odgovorov, ki so napisani izven teh, ne bodo upoštevali.
- Če potrebuješ dodatni prostor za izračune, uporabi zadnjo stran listov testa. Vendar pomni, da **ne bo ocenjeno nič, kar je napisano izven označenih prostorčkov**.
- Na zahtevo lahko dobiš uradno angleško verzijo testa.
- Če moraš zapustiti laboratorij (odhod na stranišče, ali pijača oziroma prigrizki), dvigni ustrezno kartico. Pospremil te bo laboratorijski asistent.
- Polic nad pultom med testom ne uporablaj zaradi izenačenih pogojev za tekmovalce.
- Upoštevaj navodila IChO za **varno delo**. Če jih ne boš upošteval, boš dobil samo eno opozorilo od asistenta. Naslednjič boš moral iz laboratorija, tvoj praktični test pa bo ocenjen z nič točk.
- Kemikalije in oprema bodo, razen če ni drugače navedeno, ponovno napolnjene in nadomeščene brez kazni samo prvič. Vsakič naslednjič boš izgubil 1 točko od 40, kolikor jih prinese praktični test.
- Asistent te bo opomnil 30 minut pred komando **Stop**.
- Z delom moraš prenehati takoj po komandi **Stop**, sicer bo praktični test ocenjen z nič točk.
- Po komandi **Stop** bo prišel asistent in podpisal tvoje liste za odgovore.
- Ko oba, asistent in ti sam, podpišeta, vstavi liste v kuverto in jo predaj skupaj s svojim produktom in TLC ploščicami.

Laboratorijska pravila in varnost

- V laboratoriju nosi zaščitno haljo z zapetimi gumbi. Obuvalo mora pokriti stopalo in peto.
- Ves čas moraš nositi zaščitna očala ali korekcijska očala. Ne nosi kontaktnih leč.
- V laboratoriju je prepovedana uporaba pijač in prigrizkov. Žvečilni gumi je prepovedan.
- Delaj samo na označenem prostoru. Svoj pult in skupne pulte ohranjaj čiste.
- Neavtorizirani poskusi niso dovoljeni. Prav tako je prepovedana modifikacija poskusov.
- Ne pipetiraj z usti. Vedno uporablaj žogico za pipetiranje.
- Razlite tekočine in polomljeno steklovino na pultu ali na tleh takoj počisti.
- Vse odpadke pravilno odvrzi. Vodne raztopine lahko zliješ v odtok. Organske odpadke zlij v steklenico za odpadke.

Fizikalne konstante in enačbe

V nalogah uporabimo namesto aktivnosti kar ustrezne koncentracije z enoto mol L^{-1} . Nadaljnja poenostavitev je ta, da je opuščena standardna koncentracija $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$.

Avogadrova konstanta:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Splošna plinska konstanta:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standardni tlak:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmosferski tlak:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Ničla Celzijeve skale:	273.15 K
Faradayeva konstanta:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowatna ura:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Planckova konstanta:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Hitrost svetlobe v vakuumu:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementarni naboj:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Električna moč:	$P = \Delta E \times I$
Izkoristek moči:	$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$
Planck-Einsteinova zveza:	$E = hc/\lambda$
Splošna plinska enačba:	$pV = nRT$
Gibbsova prosta energija (prosta entalpija):	$G = H - TS$

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

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

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

Reakcijski kvocient Q za reakcijo
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:

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

Henderson–Hasselbalchova enačba:

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

Nernst–Petersonova enačba:

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

kjer je Q reakcijski kvocient za reakcijo
 redukcije v polčlenu

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

Beer–Lambertov zakon:

$$A = \varepsilon l c$$

Integrirani hitrostni zakoni:

- ničelni red:

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

- prvi red:

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

- drugi red:

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

Razpolovni čas za reakcijo prvega reda:

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

Številsko povprečje molske mase M_n :

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

Masno povprečje molske mase M_w :

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

Indeks polidisperznosti I_p :

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

Opomba

Enota za molarno koncentracijo “M” ali “ mol L^{-1} ”:

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

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

Periodic table

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 -



Definicije varnostnih stavkov

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.

Kemikalije

Za vse naloge

kemikalije	Oznaka	GHS varnostni stavki
Deionizirana voda v: - puhalki (pult) - platenki (pult) - plastičnem kanistru (digestorij)	Deionized Water	neškodljivo
Etanol, v puhalki	Ethanol	H225, H319
Vzorec belega vina, 300 mL v rjavi platenki	Wine sample	H225, H319

Za nalogo P1

Kemikalije	Oznaka	GHS varnostni stavki
4-nitrobenzalhid, 1.51 g v rjavi stekleni viali	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Mobilna faza A, 20 mL in stekleni viali	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Mobilna faza B, 20 mL v stekleni viali	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (sol kalijev peroksomonosulfat), 7.87 g v plastični steklenički	Oxone®	H314
vzorec 4-nitrobenzaldehyda za TLC	TLC standard	H317, H319

Za nalogo P2

Kemikalije	Oznaka	GHS varnostni stavki
1 M kalijev tiocianat, raztopina, 20 mL v plastični steklenički	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M kalijev tiocianat, raztopina, 60 mL v plastični steklenički	KSCN 0.00200 M	neškodljivo
1 M perklorova kislina, raztopina, 10 mL v plastični steklenički	HClO₄	H290, H315, H319
0.00200 M železo(III) raztopina, 80 mL v plastični steklenički	Fe(III) 0.00200 M	neškodljivo
0.000200 M železo(III) raztopina, 80 mL v plastični steklenički	Fe(III) 0.000200 M	neškodljivo
0.3% vodikov peroksid, raztopina, 3 mL v rjavi stekleni viali	H₂O₂	neškodljivo

Za nalogo P3

Kemikalije	Oznaka	GHS varnostni stavki
0.01 M jodovica, raztopina, 200 mL v rjavi plastični steklenici	I₂	H372
0.03 M natrijev tiosulfat, raztopina, 200 mL v plastični steklenici	Na₂S₂O₃	neškodljivo
1 M NaOH raztopina, 55 mL v plastični steklenici	NaOH	H290, H314
2.5 M žveplova kislina, raztopina, 80 mL v plastični steklenici	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M kalijev jodid, raztopina, 25 mL v plastični steklenici	KI	H372
Kalijev jodat, <i>ca</i> 100 mg (natančna masa je napisana na nalepki), v stekleni viali	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Raztopin škroba, 25 mL v plastični steklenici	Starch	neškodljivo

Oprema**Za vse naloge**

Osebna oprema	Količina
Žogica za pipetiranje	1
Zaščitna očala	1
1 L plastenka za organske odpadke označena “ Organic waste ”	1
Papirne brisačke	15 listov
Male papirnate brisačke, ki ne puščajo vlaken	30 lističev
Spatula (velika)	1
Spatula (mala)	1
Štoparica	1
Svinčnik	1
Radirka	1
Črn kemični svinčnik	1
Flomaster za pisanje po steklu	1
Ravnilo	1

Skupna oprema	Količina
UV svetilka za TLC vizualizacijo	2 na laboratorij
Kolorimeter	5 na laboratorij
Rokavice	Vse velikosti (S, M, L, XL), na zahtevo pri asistentu
Vedro z ledom	1 na laboratorij

Za Nalogo P1

Osebna oprema	Količina
Stojalo z:	1
- mufo z malo prižemo	2
- mufo z veliko prižemo	1
Erlenmajerica z obrusom, 100 mL	1
Erlenmajerica z obrusom, 50 mL	1
Vodni hladilnik	1
Mešalo z ogrevalno mizico	1
Kristalizirka	1
Magnetek za mešanje	1
Presesalna erlenmajerica	1
Büchnerjev lij z gumijastim adapterjem (tesnilom)	1
Zip vrečka s 3 kosi filter papirja	1
Petrijevka	1
Kromatografska komora označena “ TLC elution chamber ”	1
Zip vrečka s 3 TLC ploščicami (z fluorescenčnim indikatorjem), označena s študentsko kodo	1
Kapilara za TLC (v petrijevki)	4
Plastična pinceta	1
Steklena palčka	1
Merilni valj, 25 mL	1
Čaša, 150 mL	2
Plastičen lij za prah	1

Plastične kapalke	2
Rjavi stekleni viali, za TLC vzorce, 1.5 mL, z zamaškom, označeni C in R	2
Stehtana rjava steklena viala, 10 mL, z zamaškom, označena s študentsko kodo	1
Magnetna palica za odstranjevanje mešalnih magnetkov	1

Za Nalogo P2

Osebna oprema	Količina
Polnilna pipeta, 10 mL	1
Merilna pipeta, 10 mL	3
Merilna pipeta, 5 mL	3
Stojalo za epruvete	1
Epruvete	15
Zamaški za epruvete	7
Kivete za kolorimeter, dolžina optične poti 1.0 cm	2
Čaša, 100 mL	2
Plastične kapalke	15

Za Nalogo P3

Osebna oprema	Količina
Stojalo s prižemo za birete	1
Bireta, 25 mL	1
Stekleni lij	1
Erlenmajerica, 100 mL	3
Erlenmajerica, 250 mL	3
Čaša, 150 mL	1
Čaša, 100 mL	2
Merilna bučka, 100 mL, z zamaškom	1
Polnilna pipeta, 50 mL	1
Polnilna pipeta, 25 mL	1
Polnilna pipeta, 20 mL	1
Merilni valj, 25 mL	1
Merilni valj, 10 mL	1
Merilni valj, 5 mL	1
Plastične kapalke	3
Parafilm	20 lističev

Praktična naloga P1	Vprašanje	Izkoristek	Čistoča	TLC	P1.1	P1.2	Skupaj
13% celote	Točke	12	12	8	2	3	37
	Rezultat						

Naloga P1. Okolju prijaznejša oksidacija nitrobenzaldehida

Zadnja leta poskušajo kemiki zamenjati reagente za oksidacije, saj večina teh reagentov onesnažuje vode. V tej nalogi bomo kot oksidant uporabili kalijev peroksomonosulfat (Oxone®), ki daje okolju nenevarne in nestrupene sulfatne soli. Reakcijo izvajamo v mešanici vode in etanola, ki tudi veljata za okolju prijazni topili.

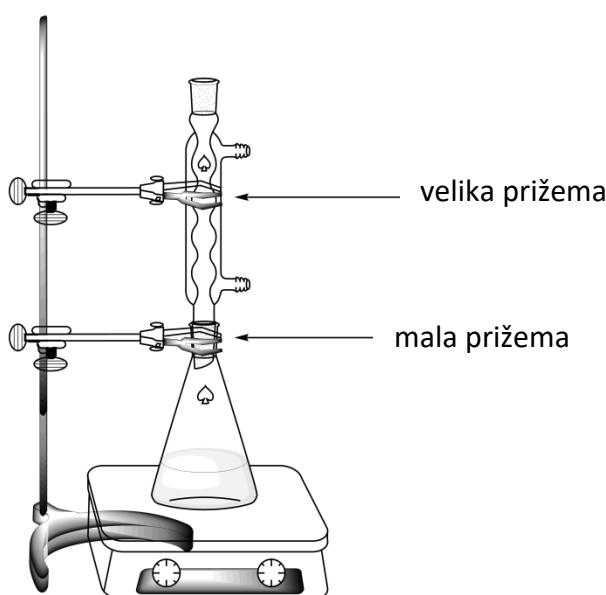
Tvoja naloga je izvesti reakcijo oksidacije 4-nitrobenzaldehida, dobljeni produkt prekristalizirati, primerjati mobilni fazi za TLC in preveriti čistočo produkta s TLC.

Opomba: Odpadni etanol in mobilne faze zavrzi v posodo za odpadke "Organic waste".

Postopek

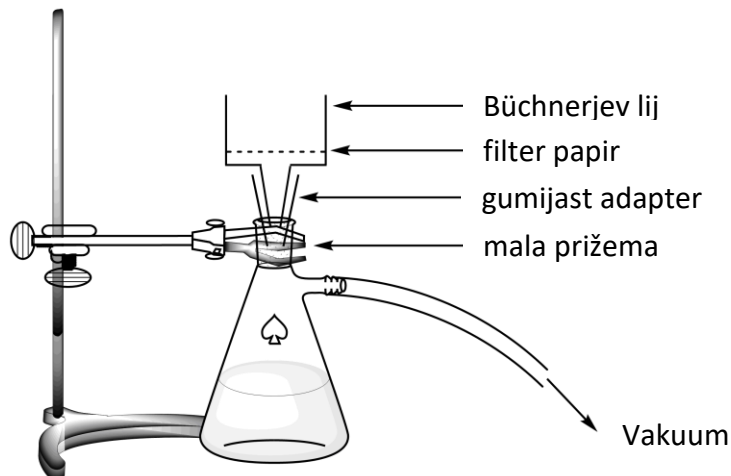
I. Oksidacija 4-nitrobenzaldehida

- Zmešaj** 20 mL vode in 5 mL etanola.
- Vstavi** magnetek v 100 mL erlenmajerico **z obrusom**.
- Prenesi** 1.51 g 4-nitrobenzaldehida iz viala v erlenmajerico. **Dodaj** vso predhodno pripravljeno mešanico vode in etanola. Erlenmajerico **vpni** na stojalo. **Začni mešati**, nato **dodaj** 7.87 g Oxona® iz plastične steklenice.
- Namesti** vodni hladilnik. V ta namen popusti veliko prižemo in hladilnik vstavi, pri tem pazi, da se obrusi dobro prilegajo (glej Sliko 1). **Dvigni** HELP kartonček. Asistent bo odprl vodo in nastavljal gretje na magnetnem mešalu.
- Reakcijsko zmes **segrevaj**, da rahlo vre (topilo kaplja s *približno* hitrostjo 1 kaplja na sekundo) 45 minut. Na gumbu magnetnega mešala je oznaka temperature, pri kateri naj bi refluks primerno potekal.



Slika 1. Aparatura za segrevanje reakcijske zmesi pod refluksom

6. **Izklopi** gretje na magnetnem mešalu. **Odstrani** mešalo in **pusti** reakcijsko zmes, da se 10 minut hladi. Po tem času jo **potopi** v kristalizirko, napolnjeno z vodo in ledom. **Hladi** še 10 minut.
7. **Sestavi** aparaturu za nučanje (vacuum filtration) (glej Sliko 2) iz Büchnerjevega lija, filter papirja in presesalne erlenmajerice, ki jo vpneš na stojalo z malo prižemo. **Dvigni** HELP kartonček. Asistent ti bo pokazal, kako priklopiš presesalno erlenmajerico na vakuum.



Slika 2. Aparatura za nučanje

8. **Omoči** filter papir z vodo in **preveri**, da pokriva vse luknjice Büchnerjevega lija.
9. **Nalij** suspenzijo surovega produkta na Büchnerjev lij in priklopi vakuumsko cev. Dobro **speri** pogačo na nuči z deionizirano vodo (najmanj s 4×20 mL).
10. Produkt posuši na nuči tako, da **pustiš**, da vakuum vleče zrak skozi oborino 5 minut. **Odstrani** cev za vakuum. Uporabi **malo** spatulo in prenesi za konico spatule produkta v 1.5 mL rjavo stekleno vialo, **označeno s C**. Vialo **zapri** in jo **shrani** za del III.
11. **Prenesi** preostali trdni del v 50 mL erlenmajerico z obrusom.
12. **Zavrzi** filtrat v plastenko “Organic waste” in **speri** tako presesalno erlenmajerico kot Büchnerjev lij z etanolom in vodo. Etanolni odpadki **zavrzi** v plastenko “Organic waste”.

II. Prekristalizacija produkta

1. **Zmešaj** 9 mL vode in 21 mL etanola.
2. **Prekristaliziraj** surovi produkt, ki je v 50 mL erlenmajerici z obrusom, s primerno količino topila (predhodno pripravljene mešanice voda/etanol). Uporabi enako aparaturu kot za reflux (glej Sliko 1). **Dvigni** HELP kartonček. Asistent bo odprl vodo in nastavil gretje na magnetnem mešalu. **Če je potrebno**, dodaj topilo skozi vrh hladilnika.
3. Ko produkt izpade, uporabi enak postopek kot je opisan prej (I.7 to I.10) za izolacijo oborine. Uporabi **malo** spatulo ter prenesi za konico spatule produkta v 1.5 mL rjavo stekleno vialo, **označeno z R**. Vialo **zapri** in **shrani** za del III.
4. Prekristaliziran produkt **prenesi** v stehano vialo, označeno s tvojo študentsko kodo. Vialo zapri.

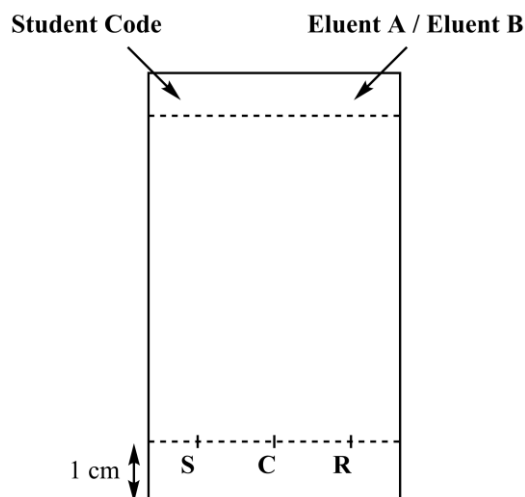
5. **Zavrzi** filtrat v plastenko “Organic waste” in **dvigni** HELP kartonček. Asistent bo zaprl vodo za hladilnik.

III. TLC analiza

6. **Pripravi komoro za kromatografijo.** V kromatografsko komoro **nalij** ca do višine 0.5 cm mobilno fazo A. Pokrij s petrijevko. **Počakaj**, da se komora nasiti s parami topila.

7. **Pripravi vzorce.** Dobil si vzorec 4-nitrobenzaldehida v rjavi stekleni viali, označeni s **TLC standard** (označi **S** na TLC ploščici). Imaš tudi vzorec svojega surovega produkta (viala **C**) in svojega prekrizaliziranega produkta (viala **R**) v dveh rjavih steklenih vialah. V vsako vialo **dodaj** ca 1 mL etanola in raztopi vzorce.

8. **Pripravi TLC ploščice.** Z navadnim svinčnikom **narahlo** nariši startno linijo (1 cm od spodnjega roba ploščice) in **označi** položaje, kamor boš nanese tri vzorce. **Označi** jih **S** (izhodna spojina), **C** (surovi produkt) in **R** (prekrizaliziran produkt), kot je prikazano v Sliki 3. Na zgornji levi rob ploščice **napiši** svojo **študentsko kodo**, na desni pa uporabljeno mobilno fazo (**Eluent A** oziroma **Eluent B**). Na ploščico s kapilaro nanese vse tri vzorce.



Slika 3. Priprava TLC ploščice

9. **Izvedba TLC analize.** Pripravljeno TLC ploščico vstavi v kromatografsko komoro z uporabo pincete. Komoro pokrij s petrijevko. Počakaj, da mobilna faza pripotuje približno 1 cm pod zgornjim robom ploščice. S pinceto vzemi TLC ploščico iz komore, s svinčnikom označi fronto topila in posuši na zraku.

10. **Vizualizacija TLC ploščice.** TLC ploščico postavi pod UV lučko, ki se nahaja na skupnem pultu. S svinčnikom **obkroži** vse vidne lise.

11. **Zavrzi mobilno fazo v plastenko “Organic waste”.**

12. **Ponovi** korake 1, 3, 4, 5, in 6 z mobilno fazo B.

13. **Vstavi** svoje ploščice v zip vrečko, označeno s tvojo študentsko kodo.

Rezultati tvoje TLC analize (v shemi vriši svoje rezultate). Ti shemi ti lahko pomagata pri odgovorih na naslednja vprašanja, shemi ne bosta točkovani.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Na koncu praktičnega testa bo tvoj asistent pobral naslednje stvari:

- Stekleno vialo označeno s tvojo **študentsko kodo**, ki vsebuje prekrystaliziran produkt;
- TLC ploščici A in B v zaprti vrečki, označeni s tvojo **študentsko kodo**.

Oddane stvari:

Prekrystaliziran produkt ☐

TLC ploščica A ☐

TLC ploščica B ☐

Podpisi:

Študent

Asistent

Vprašanja

14. **Predlagaj** strukturo končnega organskega produkta pri reakciji 4-nitrobenzaldehida z Oxonom[®].

15. Glede na rezultate tvoje TLC analize, **odgovori** na naslednja vprašanja.

- Katera mobilna faza je boljša za zasledovanje poteka reakcije?

☐ **A** ☐ **B**

- Surovi produkt (C) vsebuje sledove 4-nitrobenzaldehida.

☐ **Pravilno** ☐ **Napačno**

- Prekristaliziran produkt (R) vsebuje sledove 4-nitrobenzaldehida.

☐ **Pravilno** ☐ **Napačno**

Praktična naloga P2 14% celote	Vprašanje	Kalibracija	Določanje železa	P2.1	P2.2	P2.3	Določanje stehiometrije	P2.4	P2.5	Skupaj
	Točke	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Rezultat									

Naloga P2. Železo in staranje vina

Železo je element, ki ga najdemo v vinu. Ko njegova koncentracija preseže 10 do 15 mg na liter, se zaradi oksidacije železa(II) v železo(III) lahko poslabša kvaliteta vina, ker nastanejo oborine. Zato je nujno določevanje vsebnosti železa med proizvodnjo vina.

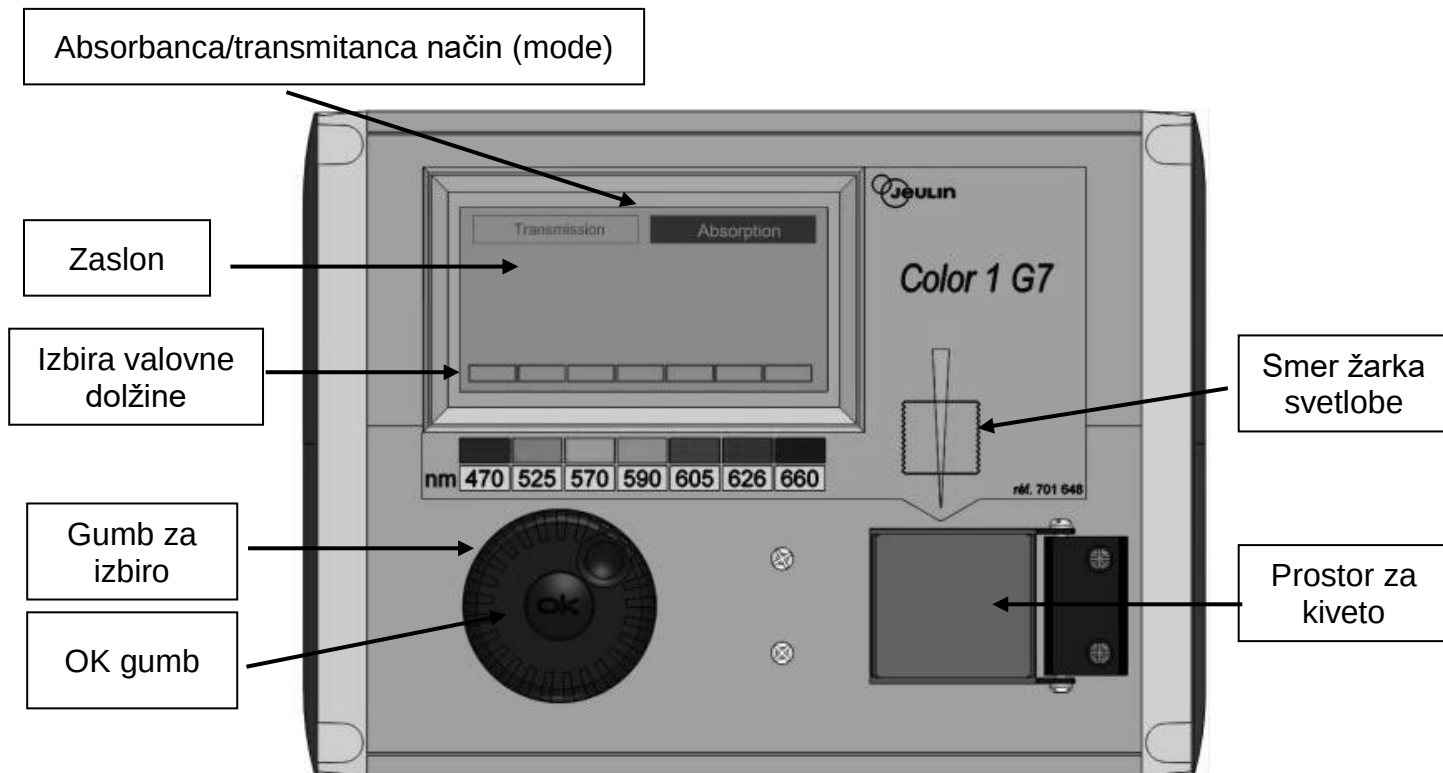
Pri zelo nizkih koncentracijah železa lahko količino železa določimo z nastankom obarvanega kompleksa železa(III) s tiocianatom SCN^- kot ligandom, pri čemer uporabimo spektrofotometrične meritve.

Tvoja naloga bo določiti celotno (totalno) koncentracijo železa v vzorcu belega vina z uporabo spektrofotometrije, in določiti stehiometrijo kompleksa tiocianat – železo(III).

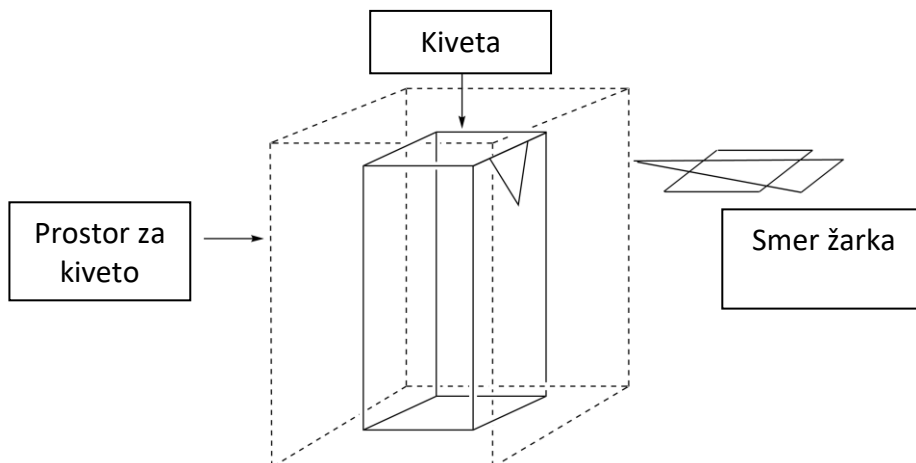
OPOZORILO

- V tej nalogi imaš dve raztopini železa(III) in dve raztopini kalijevega tiocianata z različnima koncentracijama. Pazi, da ju ne zamenjaš.
- Ko so raztopine pripravljene za spektrofotometrične meritve, odčitaj absorbanco najkasneje eno uro po dodatku tiocianata.
- Ko potrebuješ kolorimeter, dvigni HELP kartonček. Laboratorijski asistent ti bo dal označeni kolorimeter. Za uporabo kolorimetra imaš ekskluzivno pravico do 15 minut. Asistent ti ga bo vzel, čim ga odrabiš, oziroma najkasneje po preteku 15 minut. Če v danem momentu kolorimeter ni na voljo, te bodo vpisali v čakalno listo.
- Navodila za uporabo kolorimetra so na naslednji strani.
- Kolorimeter lahko na zahtevo dobiš samo trikrat pri tej nalogi.

Navodila za uporabo kolorimetra



- Vklopi kolorimeter.
- Preveri, ali dela v načinu "Absorbanca", kar piše osvetljeno na zaslonu. Če ne, obračaj gumb za izbiro, dokler se ne pojavi črtkana črta okrog napisa "Absorbance"; nato pritisni OK gumb.
- Obračaj gumb za izbiro, da se pojavi črtkana črta okrog željene valovne dolžine (470 nm). Pritisni OK gumb.
- Kiveto, napolnjeno s *približno* 3 cm slepe raztopine, vstavi v prostor za kiveto. Pazi, da izbereš pravilno orientacijo kivete (poglej smer žarka na kolorimetru, ki jo ponazarja rumena puščica, glej sliko spodaj). Pazi tudi, da potisneš kiveto navzdol do končnega položaja. Zapri pokrov.
- Obračaj gumb za izbiro, da se pojavi črtkana črta okrog "Absorbance", in pritisni OK gumb. Z obračanjem gumba za izbiro nato izberi "Calibration" in pritisni OK gumb.
- Počakaj, da se na zaslonu pojavi vrednost 0.00 (ali -0.00).
- Kiveto, napolnjeno s *približno* 3 cm analizirane raztopine (vzorca), vstavi v prostor za kivete. Zapri pokrov.
- Odčitaj po že opisanem postopku vrednost absorbance.



I. Določanje koncentracije železa v vinu

V tem delu boš potreboval 0.000200 M raztopino železa(III) in 1 M raztopino kalijevega tiocianata.

Postopek

1. **Pripravi** 6 epruvet, v vsako dodaš potrebne volumne danih raztopin, kot je navedeno v spodnji tabeli. Predpostavi, da so volumni aditivni.

Epruveta #	1	2	3	4	5	6
0.000200 M raztopina železa(III)	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M raztopina perklorove kisline	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Vino					10.0 mL	10.0 mL
Raztopina vodikovega peroksida					0.5 mL	0.5 mL
Deionizirana voda	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Zamaši** epruvete in s stresanjem **homogeniziraj** vsebino.

3. **Dodaj** 1.0 mL 1 M raztopine kalijevega tiocianata v epruvete 1, 2, 3, 4 in 5. Tega **ne dodaj** v epruveto 6. **Zamaši** in **homogeniziraj**.

4. Ko so vse epruvete pripravljene, **dvigni** svoj HELP kartonček, da boš dobil kolorimeter od asistenta.

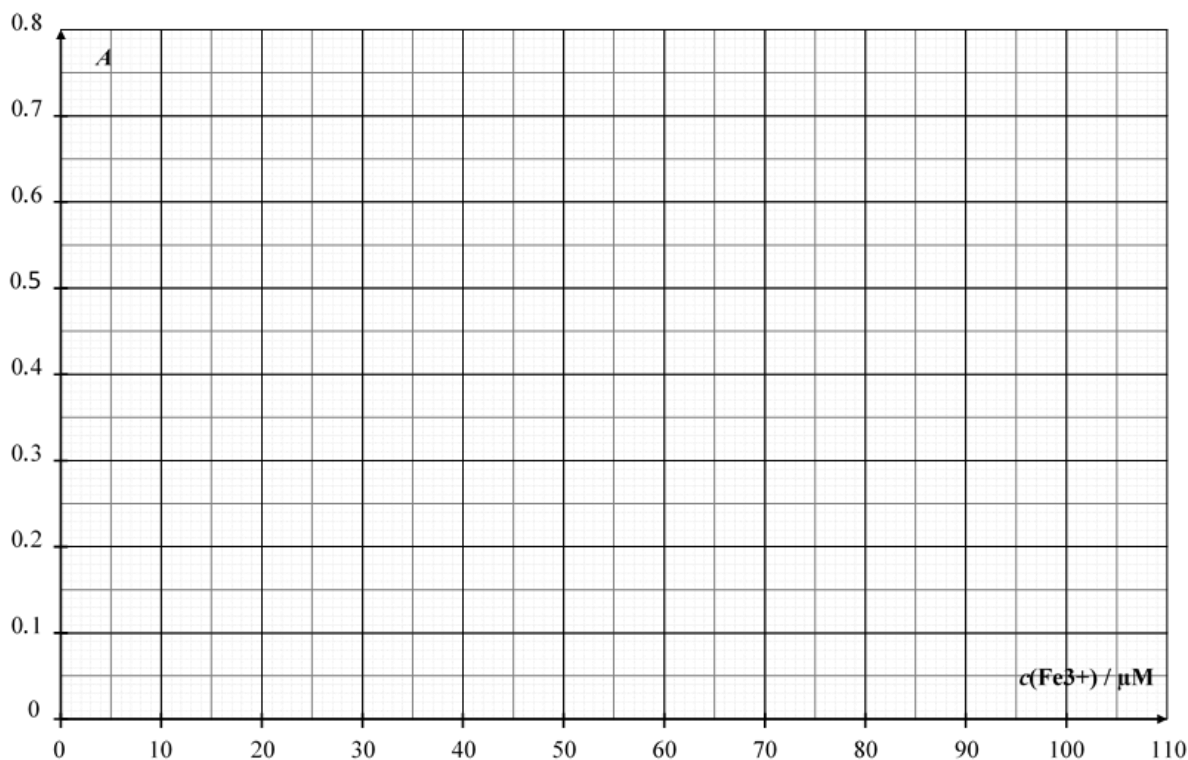
5. **Pripravi** kolorimeter po postopku, ki je bil opisan prej (glej stran 16). **Nastavi** valovno dolžino na 470 nm. **Uporabi** deionizirano vodo kot slepo raztopino.

6. **Izmeri in zapiši** absorbanco za vsako epruveto (1 do 6) pri tej valovni dolžini. **Rezultate zapiši** v naslednjo tabelo. **Dvigni** svoj HELP kartonček, da bi vrnil kolorimeter.

Epruveta #	1	2	3	4	5	6
Absorbanca (pri 470 nm)						
Analitska koncentracija Fe^{3+} v epruveti, $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Koda kolorimetra						

Vprašanja

1. **Nariši** absorbanco A v epruvetah **1** do **4** v odvisnosti od analitske koncentracije Fe^{3+} v epruveti.



- Sedaj izpolni okvirčke s podatki, ki jih boš uporabil za svojo kalibracijsko krivuljo.

Epruveta #	1	2	3	4
Vrednosti absorbance, uporabljene za kalibracijsko krivuljo				

2. Uporabi prejšnji diagram in izbrane podatke, ter **nariši** kalibracijsko premico na prejšnji diagram, in **določi** analitsko koncentracijo (enota $\mu\text{mol L}^{-1}$) Fe^{3+} v epruveti **5**.

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

Če nisi izračunal $c(\text{Fe}^{3+})$, uporabi vrednost $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ v nadaljnjih računih.

3. **Izračunaj** masno koncentracijo (enota mg na liter) železa v vzorcu belega vina.

$$c_{\text{m}}(\text{železo}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

II. Določanje stehiometrije kompleksa

V tem delu naloge boš potreboval 0.00200 M raztopino železa(III) in 0.00200 M raztopino kalijevega tiocianata.

Postopek

V delu I te naloge smo uporabili barvo kompleksa železo(III)-tocianat, da bi določili koncentracijo železa v vzorcu vina. Del II te naloge pa je namenjen raziskovanju stehiometrije kompleksa $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (koordinacija vode ni prikazana), kjer sta a in b celi številk, ki nista večji od 3.

Za ta del imaš na voljo naslednje vodne raztopine:

- 0.00200 M raztopina železa(III) (je že nakisana) (80 mL)
- 0.00200 M raztopina kalijevega tiocianata (80 mL)

Imaš tudi epruvete (z zamaški, ki jih lahko pomiješ in osušiš), merilne pipete, kiveto, kolorimeter (na zahtevo), in karkoli drugega koristnega na pultu.

1. **Izpolni** prve tri vrstice naslednje tabele z volumni, ki ti bodo omogočili določiti stehiometrijo kompleksa s spektrofotometričnimi meritvami. *Ni ti treba izpolniti vseh stolpcov.* **Izračunaj** molski delež železa(III) v vsaki epruveti, pri čemer uporabi naslednjo formulo:

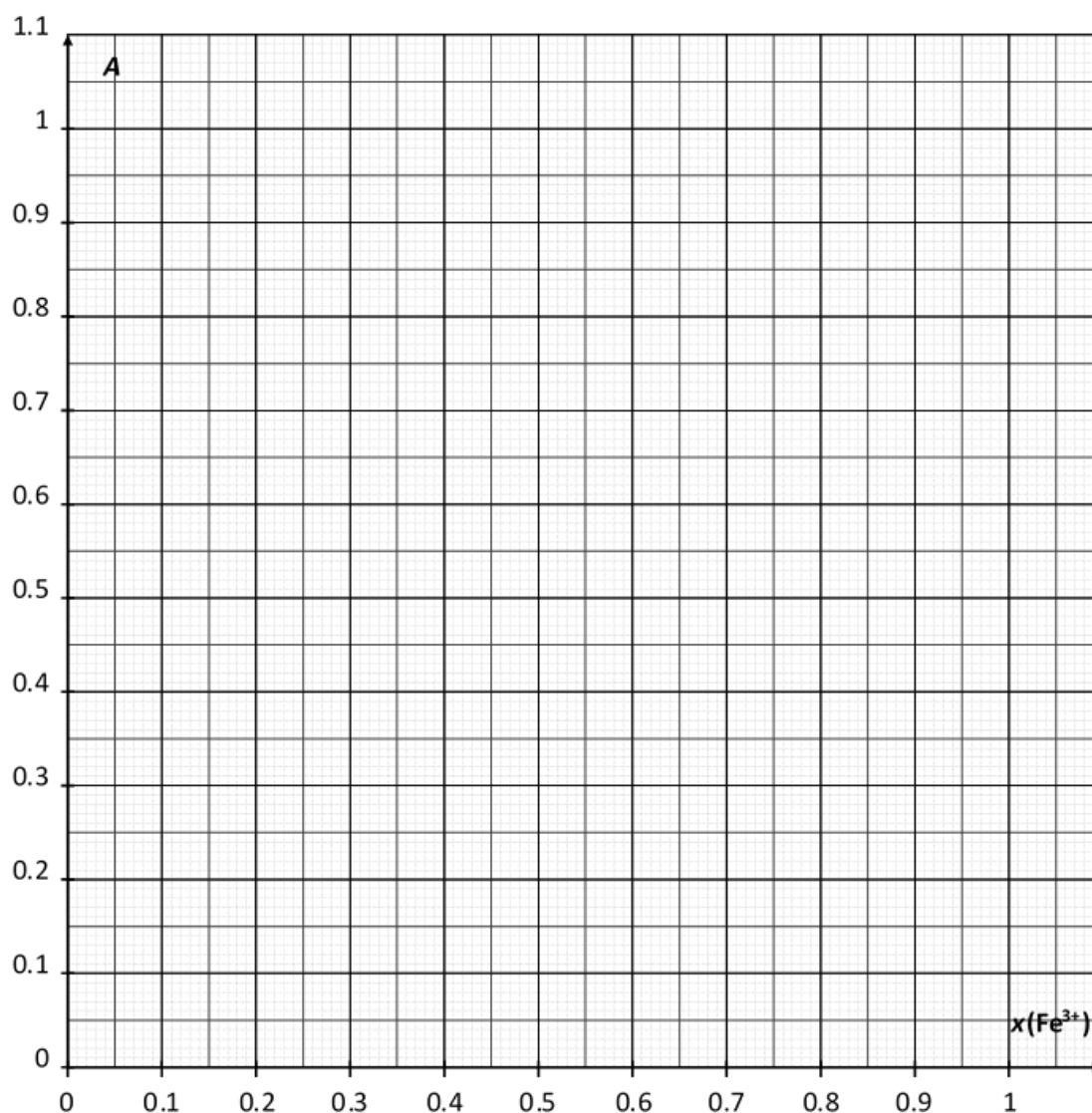
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

Epruveta #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volumen 0.00200 M raztopine železa(III), $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen 0.00200 M raztopine kalijevega tiocianata, $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Molski delež železa(III), $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbanca (pri 470 nm)									
Koda kolorimetra									

2. **Pripravi** epruvete. Ko so vse pripravljene, **dvigni** svoj HELP kartonček, da bi dobil kolorimeter od asistenta.
3. **Pripravi** kolorimeter po postopku, ki je bil opisan prej (glej stran 16). **Nastavi** valovno dolžino na 470 nm. **Uporabi** deionizirano vodo kot slepo raztopino.
4. **Izmeri** absorbanco v vsaki epruveti pri tej valovni dolžini. **Zapiši** rezultate v zgornjo tabelo.

Vprašanja

4. **Nariši** absorbanco A raztopin v epruvetah v odvisnosti od molskega deleža železa(III), $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Glede na svoje rezultate **določi** stehiometrijo kompleksa $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

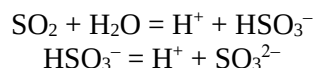
$a =$ _____

$b =$ _____

Praktična naloga P3 13% celote	Vprašanje	Titracija I	Titracija II	Titracija III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Skupaj
	Točke	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Rezultat									

Naloga P3. Skladiščenje vina

Žveplov dioksid, SO_2 , se uporablja kot konzervans za vino. Ko vinu dodamo SO_2 , lahko ta reagira z vodo, pri čemer nastanejo bisulfitni ioni, HSO_3^- , in protoni, H^+ . Če odstranimo drugi proton, lahko bisulfit spremenimo v sulfit, SO_3^{2-} .



Te tri različne oblike žveplovega dioksida v vodi lahko reagirajo z drugimi spojinami v vinu, na primer acetaldehidom, pigmenti, sladkorji itd., pri čemer nastanejo produkti P. Celotna (totalna) koncentracija žveplovega dioksida je vsota koncentracij "prostih" oblik (SO_2 , HSO_3^- and SO_3^{2-}) in P.

Koncentracijo konzervansov nadzorujejo in regulirajo, ker so sulfiti in žveplov dioksid za nekatere ljudi škodljivi. V EU je maksimalna dovoljena celotna koncentracija žveplovega dioksida 100 mg L^{-1} za rdeče vino in 150 mg L^{-1} za belo vino ter rozé.

Tvoja naloga bo, da določiš celotno koncentracijo žveplovega dioksida vzorca belega vina z jodometrično titracijo.

Postopek

I. Standardizacija raztopine natrijevega tiosulfata

- Dobil boš vzorec *približno* 100 mg čistega kalijevega jodata KIO_3 . Točna masa je napisana na etiketi stekleničke. **Zapiši jo** v spodnjo tabelo.
- Pripravi** 100 mL raztopine kalijevega jodata v 100 mL merilni bučki tako, da uporabiš ves trden vzorec kalijevega jodata in deionizirano vodo. To raztopino bomo imenovali **S**.
- V 100 mL erlenmajerico **dodaj**:
 - 20 mL raztopine **S** s polnilno pipeto;
 - 5 mL raztopine kalijevega jodida (0.5 M), pri čemer uporabi 5 mL merilni valj;
 - 10 mL raztopine žveplove kisline (2.5 M), uporabi 10 mL merilni valj.
- Rahlo premešaj** vsebino erlenmajerice, jo **pokrij** s parafilmom, in jo **shrani** v zaprto omaro za najmanj 5 minut.
- Napolni** bireto z raztopino tiosulfata, ki jo imaš na voljo, pri čemer uporabi čašo. **Titriraj** vsebino erlenmajerice, pri čemer stalno rahlo mešaj z obračanjem v zapestju. Ko postane tekočina blede rumena, **dodaj** deset kapljic raztopine škroba, in **nadaljuj s titriranjem**, dokler se raztopina ne razbarva. **Zapiši** uporabljeni volumen V_1 .
- Ponovi** postopek (koraki 3-5) po potrebi.

Masa kalijevega jodata (napiši vrednost na etiketi)	
Analiza št°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Povprečna vrednost V_1 / mL	

II. Standardizacija raztopine joda

1. S polnilno pipeto **odpipetiraj** 25 mL raztopine joda (jodovice) z oznako I_2 v 100 mL erlenmajerico.
2. **Titriraj** vsebino erlenmajerice z raztopino natrijevega tiosulfata. Ko postane tekočina blede rumena, **dodaj** deset kapljic raztopine škroba in **nadaljuj s titriranjem**, dokler se raztopina ne razbarva. **Zapiši** uporabljeni volumen V_2 .
3. **Ponovi** postopek (koraka 1-2) po potrebi.

Analiza št°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Povprečna vrednost V_2 / mL	

III. Določevanje celotnega žveplovega dioksida

1. S polnilno pipeto **odpipetiraj** 50 mL vina v 250 mL erlenmajerico.
2. **Dodaj** 12 mL raztopine natrijevega hidroksida (1 M), uporabi 25 mL merilni valj. **Pokrij** erlenmajerico s parafilmom, **rahlo premešaj** vsebino in jo pusti stati najmanj 20 minut.
3. Dodaj 5 mL raztopine žveplove kisline (2.5 M). Dodaj še *približno* 2 mL raztopine škroba, pri čemer uporabi graduirano kapalko.
4. **Titriraj** vsebino erlenmajerice z raztopino joda v bireti, dokler se ne pojavi temna barva, ki je obstojna vsaj 15 sekund. **Zapiši** uporabljeni volumen V_3 .
5. **Ponovi** postopek (koraki 1-4) po potrebi.

Analiza št°	V_3 / mL
1	
2	
3	
Povprečna vrednost V_3 / mL	

Vprašanja

1. **Napiši** urejene enačbe vseh kemijskih reakcij, ki potечеjo med standardizacijo natrijevega tiosulfata.

2. **Izračunaj** molarno koncentracijo raztopine natrijevega tiosulfata. Molska masa kalijevega jodata je $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Če nisi mogel izračunati $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, lahko v nadaljnjih izračunih uporabiš vrednost koncentracije $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$.

3. **Izračunaj** molarno koncentracijo raztopine joda.

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

Če nisi izračunal $c(\text{I}_2)$, lahko v nadaljnjih izračunih uporabiš vrednost $c(\text{I}_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$.

4. **Zapiši** urejeno enačbo reakcije med I_2 in žveplovim dioksidom SO_2 , če predpostaviš, da se žveplov dioksid oksidira v sulfatne ione SO_4^{2-} .

5. **Izračunaj** masno koncentracijo (z enoto mg na liter) celotnega žveplovega dioksida v vinu. Molska masa žveplovega dioksida je $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_{\text{m}}(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

KAZENSKÉ TOČKE

Dogodek #	Podpis študenta	Podpis nadzornika
1 (ni kazenskih točk)		
2		
3		
4		
5		