

PRACTICAL EXAM



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

Genel Bilgiler

- Deneysel sınav kitapçığı 29 sayfadan oluşmaktadır.
- Deneye başlamadan önce öğrencilere deneyi okumaları için 15 dakika süre verilecektir. **Bu süreçte, deneye başlamayınız, çözüm yada hesaplama yapmayınız.**
- Başla (**START**) komutu verilir verilmez deneye başlayabilirsiniz., Tüm deneylerin tamamlanması için toplam **5 saat** süreniz vardır.
- İstedığınız deneyden başlayabilirsiniz, ancak **P1 deneyi ile başlamanız önerilir.**
- Tüm sonuçlar ve cevaplar, **sınav kağıtlarındaki ilgili alanlara tükenmez kalemle** açık bir şekilde yazılmalıdır. Cevap kutuları dışında yazılan cevaplara puan verilmeyecektir.
- Karalama kağıdına ihtiyacınız varsa, sınav kağıtlarının arkasını kullanınız. **Cevap kağıdında size ayrılan alan dışına yazılan cevaplar puanlandırılmayacağını unutmayınız.**
- Talep edilmesi durumunda **sınav kağıdının İngilizce baskısı** sadece ilave bilgi amaçlı olarak öğrenciye temin edilecektir.
- Lavabo ve yeme/içme gibi ihtiyaçlarınız için laboratuvarı terk etmeniz gerektiğinde uygun kardi havaya kaldırınız. Laboratuvar sorumlusunu size eşlik edecektir.
- Eşitlik olması açısından, tezgahların üzerindeki raflar sınav sırasında kullanılmamalıdır.
- IChO yönergesinde yer alan **güvenlik kurallarına uymanız** gerekmektedir. Güvenlik kurallarına uymamanız durumunda laboratuvar asistanı tarafından sadece bir kez uyarılacaksınız. Birinci uyarıdan sonra güvenlik kurallarının tekrar ihlali halinde laboratuvardan çıkarılacak ve tüm deneysel sınavdan “0” puan alacaksınız.
- Aksi belirtilmedikçe, kimyasallar ve laboratuvar malzemeleri, sadece bir defaya mahsus ceza olmaksızın yeniden doldurulur veya değiştirilir. Daha sonraki her değişim, 40 pratik sınav notunuzdan 1 puanlık kesinti ile sonuçlanacaktır.
- Laboratuvar asistanı, Stop (BİTTİ) komutundan önce SON 30 dakika hatırlatması yapacaktır.
- “Bitti” (**STOP**) komutu ile beraber deneyi derhal bırakmalıdır. Bu aşamadan sonra, çalışmaya veya yazmaya bir dakika veya daha uzun süre devam edilmesi, pratik sınavınızın geçersiz sayılmasına neden olacaktır.
- BİTTİ komutu verildikten sonra, cevap sayfanızı imzalamak için bir laboratuvar asistanı yanınıza gelecektir. Asistanın ve sizin imzanızdan sonra, sınav kitapçığını sınav zarfına geri koyun ve elde ettiğiniz ürün ve TLC plakaları puanlandırılması için teslim edin.

Lab Kuralları ve Güvenlik

- Laboratuvar önlüğü giymeli ve düğmelerin bağlı olması gerekir. Ayakkabınızın ayak ve topuğu tamamen kapatması gerekir
- Laboratuvarda çalışırken daima koruyucu gözlük veya gözlük takın. Kontak lens kullanmayınız.
- Laboratuvarda bir şey yiyip içmeyin. Sakız çiğnenmesine izin verilmez.
- Sadece size ayrılan alanda çalışın. Çalışma alanınızı ve ortak çalışma alanlarınızı düzenli tutun.
- Keyfi deneylere izin verilmez. Deneylerin modifiye edilmesi yada değişiklik yapılmasına izin verilmez.
- Ağızınızı kullanarak pipetle sıvı çekmeyin. Bu amaç için sadece pipet puvarı kullanın.
- Zemine ve tezgaha dökülen numune ve kırık cam malzemeleri hemen temizleyin.
- Kirlenmeyi veya yaralanmayı önlemek için tüm atıkların uygun şekilde atık kaplarına atılması gerekir. Tehlikeli olmayan suda çözünebilir / karışabilir laboratuvar atıklarının, lavaboya atılması bertaraf için uygundur. Diğer laboratuvar atıkları işaretli kapaklı bir kaba atılmalıdır.

Fiziksel sabitler ve denklemler

Verilen problemler için, sulu çözültide bulunan bütün türlerin aktivitelerinin, mol L⁻¹ cinsinden verilen derişimler ile ifade edilebileceğini varsayınız. Formül ve denklemleri daha da basitleştirmek için, standart derişim $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ değeri formüllerden çıkarılmıştır.

Avogadro sabiti:

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

İdeal gaz sabiti:

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

Standart basınç:

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

Atmosfer basıncı:

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

Celsius skalasının sıfır noktası:

$$273.15 \text{ K}$$

Faraday sabiti:

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

Watt:

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

Kilowatt saat:

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

Planck sabiti:

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

Işığın vakumdaki hızı:

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

Temel yük:

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

Elektriksel güç:

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

Güç verimi:

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

Planck-Einstein bağıntısı:

$$E = hc / \lambda$$

İdeal gaz sabiti:

$$pV = nRT$$

Gibbs serbest enerjisi:

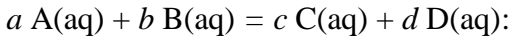
$$G = H - TS$$

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

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

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

Reaksiyon oranı Q



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

Henderson–Hasselbalch denklemi:

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

Nernst–Peterson denklemi:

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

burada Q indirgenme yarı tepkimesinin reaksiyon oranıdır

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

Beer–Lambert yasası:

$$A = \epsilon l c$$

İntegre edilmiş hız yasaları:

- Sıfırıncı derece:

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

- Birinci derece:

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

- İkinci derece:

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

Birinci dereceden bir işlem için yarı ömür:

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

Sayica ortalama molar kütle M_n :

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

Kütlece ortalama molar kütle M_w :

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

Polidispersite indeksi I_p :

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

Not

Molar derişimin birimi “M” veya “mol L⁻¹” dır:

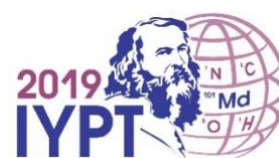
$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

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

Periodik tablo

1 H 1.008																	18 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 tehlike ifadelerinin tanımı**Fiziksel riskler**

- H225 Son derece yanıcı sıvı ve buhar.
H226 Yanıcı sıvı ve buhar.
H228 Yanıcı katı.
H271 Yangın veya patlamaya neden olabilir; güçlü oksitleyici.
H272 Ateşi yoğunlaştırabilir; oksitleyici.
H290 Metaller için aşındırıcı olabilir.

Sağlık tehlikeleri

- H301 Yutulması zehirlidir.
H302 Yutulması halinde sağlığa zararlıdır.
H304 Yutulduğunda ve solunum yollarına girerse ölümcül olabilir.
H311 Cilt ile temasında zehirlidir.
H312 Cilt ile temasında sağlığa zararlıdır.
H314 Ciddi cilt yanıkları ve göz hasarına neden olur.
H315 Cilt tahrişine neden olur.
H317 Alerjik cilt reaksiyonuna neden olabilir.
H318 Ciddi derecede göz hasarına neden olur.
H319 Ciddi derecede göz tahrişine neden olur.
H331 Solunursa zehirlidir.
H332 Solunursa zararlıdır.
H333 Solunduğunda zararlı olabilir.
H334 Solunduğunda alerji veya astım semptomlarına veya nefes darlığına neden olabilir.
H335 Solunum tahrişine neden olabilir.
H336 Uyku veya baş dönmesine neden olabilir.
H351 Kansere neden olduğundan şüphelenilir.
H361 Doğurganlığa ya da doğmamış çocuğa zarar vermesinde şüphelenilir.
H371 Organlara zarar verebilir.
H372 Uzun süreli veya tekrar tekrar maruz kalındığında organlara zarar verir.
H373 Uzun süreli veya tekrar tekrar maruz kalındığında organlara zarar verebilir.

Çevresel tehlikeler

- H400 Suda yaşama karşı çok zehirlidir.
H402 Hayata zararlıdır.
H410 Uzun süreli etkileri ile yaşama karşı çok zehirlidir.
H411 Uzun süreli etkileri ile su canlıları için zehirlidir.
H412 Uzun süreli etkileri ile su canlıları için zararlıdır.

Kimyasallar

Bütün problemler için

Kimyasallar	Etiket	GHS tehlike ifadesi
Deiyonize su water aşağıdakiler içerisinde: - Yıkama şişesi (benç) - Plastik şişe (benç) - Plastik kutu (çeker ocak)	Deionized Water	Tehlikeli değil
Etanol, bir yıkama şişesinde	Ethanol	H225, H319
Beyaz şarap numunesi, 300 mL lik plastik şişede	Wine sample	H225, H319

Problem P1 için

Kimyasallar	Etiket	GHS tehlike ifadesi
4-nitrobenzaldehyde, bir cam şişede 1.51 g	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Yürütücü A (Eluent A), 20 mL lik cam şişede	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Yürütücü B, 20 mL lik cam şişede	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (potassium peroxomonosulfate tuzu), plastik şişede 7.87 g	Oxone®	H314
TLC için 4-nitrobenzaldehyde numunesi	TLC standard	H317, H319

Problem P2 için

Kimyasallar	Etiket	GHS tehlike ifadesi
1 M potasyum tiyosiyanat çözeltisi, 20 mL lik plastik şişede	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M potasyum tiyosiyanat çözeltisi, 60 mL lik plastik şişede	KSCN 0.00200 M	Tehlikeli değil
1 M perklorik asit çözeltisi, 10 mL lik plastik şişede	HClO₄	H290, H315, H319
0.00200 M demir(III) çözeltisi, 80 mL lik plastik şişede	Fe(III) 0.00200 M	Tehlikeli değil
0.000200 M demir(III) çözeltisi, 80 mL lik plastik şişede	Fe(III) 0.000200 M	Tehlikeli değil
0.3% hidrojen peroksit çözeltisi, 3 mL lik cam şişede	H₂O₂	Tehlikeli değil

Problem P3 için

Kimyasallar	Etiket	GHS tehlike ifadesi
0.01 M iyot çözeltisi, 200 mL lik kahve rengi plastik şişede	I₂	H372
0.03 M sodyum tiyosülfat çözeltisi, 200 mL lik plastik şişede	Na₂S₂O₃	Tehlikeli değil
1 M NaOH çözeltisi, 55 mL lik plastik şişede	NaOH	H290, H314
2.5 M sülfürik asit çözeltisi, 80 mL lik plastik şişede	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M potasyum iyodür çözeltisi, 25 mL lik plastik şişede	KI	H372
Potassium iyodat, yaklaşık 100 mg (kesin kütle etiket üzerinde yazılıdır), küçük şişede	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Nişasta çözeltisi, 25 mL lik plastik şişede	Starch	Tehlikeli değil

Araç-Gereçler Bütün Problemler için

Kişisel araç-gereçler	Adet
Pipet doldurma puarı	1
Gözlük	1
Üzerinde “ Organic waste ” etiketi olan, organik atıklar için 1 L lik plastik şişe	1
Kağıt havlu	15 yaprak
Precision wipers (tartım kağıdı)	30 yaprak
Spatula (büyük)	1
Spatula (küçük)	1
Kronometre	1
Kurşun kalem	1
Silgi	1
Siyah tükenmez kalem	1
Cam malzeme için gazlı kalem	1
Cetvel	1

Paylaşılan araç-gereçler	Adet
TLC görüntüleme için UV lambası	Lab başına 2 adet
Colorimetre	Lab başına 5 adet
Eldiven	Her boyutta (S, M, L, XL) mevcuttur. Lab asistanından istenerek temin edilebilir.
Buz kovası	Lab başına 1 tane

Problem P1 için

Kişisel araç-gereçler	Adet
Laboratuvar deteği ve:	1
- Küçük kelepçe (clamp) ve kelepçe tutacağı	2
- Büyük kelepçe (clamp) ve kelepçe tutacağı	1
Şilifli erlen, 100 mL	1
Şilifli erlen, 50 mL	1
Geri soğutucu	1
Isıtıcı-karıştırıcı	1
Kristallendirme tabağı	1
Magnetik karıştırma çubuğu (bar)	1
Süzme erleni (Nuche erleni)	1
Lastik adaptörlü Büchner hunisi	1
3 adet süzgeç kağıdı içeren fermuarlı poşet	1
Petri kabı	1
TLC kabı, “ TLC elution chamber ” olarak etiketlenmiş	1
3 tane TLC plakası içeren ve öğrenci koduyla etiketlenmiş fermuarlı poşet	1
TLC dereceli kapiler spotter (Petri kabında)	4
Plastik cımbız	1
Cam çubuk	1
Dereceli silindir, 25 mL	1
Beher, 150 mL	2
Plastik huni	1

Aatılabilir plastik pipet	2
TLC numunesi için kapaklı cam şişe, 1.5 mL, C ve R olarak etiketlenmiş	2
Önceden tartılmış kapaklı cam şişe, 10 mL, öğrenci koduyla etiketlenmiş	1
Magnetic karıştırıcı çubuk yakalayıcısı (olta)	1

Problem P2 için

Kişisel araç-gereçler	Adet
Volumetrik pipet, 10 mL	1
Dereceli pipet, 10 mL	3
Dereceli pipet, 5 mL	3
Deney tüpü kabı	1
Deney tüpü	15
Deney tüpü kapağı	7
Colorimetre küveti, yol uzunluğu 1.0 cm	2
Beher, 100 mL	2
Atilabilir plastik pipet	15

Problem P3 için

Kişisel araç-gereçler	Adet
Büret kelepçesi içeren spor (destek)	1
Büret, 25 mL	1
Cam aktarma hunisi	1
Erlen, 100 mL	3
Erlen, 250 mL	3
Beher, 150 mL	1
Beher, 100 mL	2
Kapaklı balon joje, 100 mL	1
Volumetrik pipet, 50 mL	1
Volumetrik pipet, 25 mL	1
Volumetrik pipet, 20 mL	1
Dereceli silindir, 25 mL	1
Dereceli silindir, 10 mL	1
Dereceli silindir, 5 mL	1
Atilabilir plastik pipet	3
Parafilm	20 yaprak

Problem P1	Question	Yield (Verim)	Purity (Saflık)	TLC	P1.1	P1.2	Total (Toplam)
13% of total (Toplamı n %13'ü)	Points (Puanlar)	12	12	8	2	3	37
	Score (Not)						

Problem P1. Benzaldehitin çevreye uyumlu (yeşil) oksidasyonu

Son on yılda, zararlı atıkları azaltmak amacı ile kimyacılar oksidasyon reaksiyonlarında kullanılan zararlı reaktifleri değiştirmeye çalışmaktadırlar. Bu amaçla, potasyum perokso monosülfat bir oksidasyon ajanı olarak seçilmiştir. Bunun nedeni geride sadece toksik ve kirletici olmayan sülfat tuzları bırakmasıdır. Burada potasyum perokso monosülfat, Oxone® olarak tanımlanmıştır.

Ayrıca, reaksiyon, çevreye uyumlu (yeşil) olarak sınıflandırılan su ve etanol karışımı içinde yapılmaktadır.

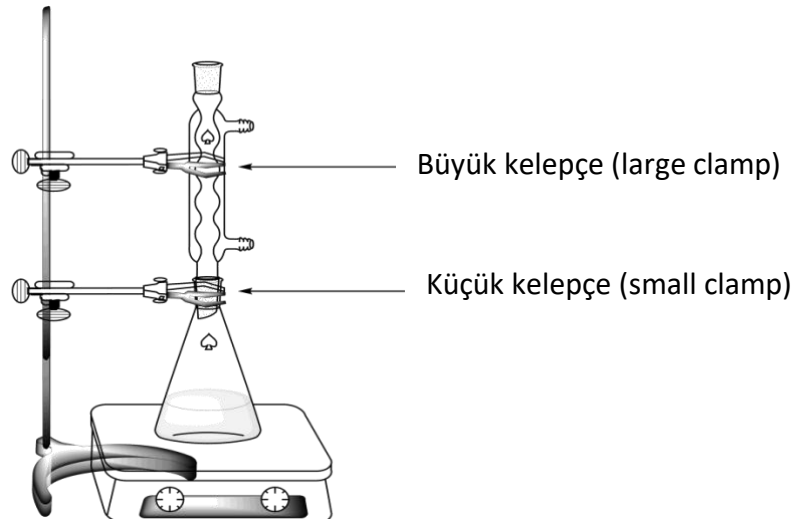
Yapacağımız deney, 4-nitrobenzaldehit'in oksidasyonu, oksidasyon ürününün kristallendirilmesi, TLC yürütme yürütücülerinin (eluent) karşılaştırılması ve ürünün saflığının TLC kullanarak kontrol edilmesini kapsamaktadır.

Not: Atık etanol ve yürütücü solvent (eluent) "Organik waste" plastik şişesine atılmalıdır.

Prosedür

I. 4-Nitrobenzaldehit'in oksidasyonu

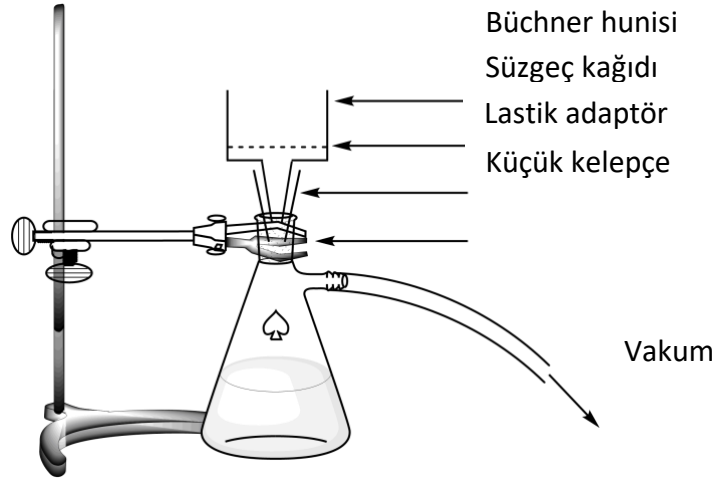
- 20 mL su ve 5 mL etanolü **karıştırın**.
- Manyetik karıştırıcıyı 100 mL **şilifli** (ground-joint) erlen kabın içine **koyun**.
- Önceden tartılmış 1.51 g 4-nitrobenzaldehit'i erlen kabın içine **koyun**. Hazırladığınız bütün su/etanol karışımını **ekleyin**. Erlen kabını stand **kelepçesinin (tutturun)**. Karıştırmayı **başlatın** ve önceden tartılmış 7.87 g Oxone®'u ekleyin.
- Büyük kelepçeyi (large clamp) gevşeterek ve zemin bağlantılarını ayarlayarak geri soğutucuyu (reflux condenser) **takın** (bakınız Şekil 1). HELP kartını kaldırın. Lab asistanı gelerek suyu açacak ve ısıtıcıyı (hot plate) ayarlayacaktır.
- Reaksiyon karışımını reflaks olacak şekilde (yaklaşık saniyede 1 damla oluşacak şekilde) 45 dakika **ısıtın**. Isıtıcı üzerindeki işaret ihtiyacınız olan reflaks ısısına karşılık gelmektedir.



Şekil 1. Karışımın reflaks altında ısıtılma düzeneği

6. Isıtıcı **kapatın**. Isıtıcıyı **uzaklaştırın** ve reaksiyon karışımını 10 dakika soğumaya **bırakın**. Daha sonra buz-su karışımı ile dolu olan kristallendirme kabına (crystallizing dish) **koyun**. Burada 10 dakika daha bekletin.

7. Büchner hunisi, bir filtre kağıdı ve bir Nüchelerleni kullanarak bir vakum süzme düzeneği **kurunuz** (Şekil 2 ye bakınız). Düzeneği, küçük kelepçe (clamp) kullanarak laboratuvar desteğine (spor) sabitleyiniz. **HELP kartınızı kaldırınız**. Bir lab asistanı gelip size Nüchelerleni vakum kaynağına nasıl bağlayacağınızı gösterecektir.



Şekil 2. Vakum süzme düzeneği

8. Süzgeç kağıdını su ile ıslatınız ve Büchner hunisinin bütün deliklerini kapattığından **emin olunuz**.

9. Ham ürünü içeren süspansiyonu Büchner hunisine **dökünüz** ve vakum **uygulayınız**. Katıyı deiyonize su ile **yıkayınız** (en az 4 kez, her bir seferde 20 mL su kullanınız).

10. Ürüne ön kurutma yapmak için çökeleğin 5 dakika boyunca havayı emmesine **izin veriniz**. Vakum kaynağını **kapatınız**. Küçük spatulayı kullanarak, bir spatula ucu kadar ürünü, üzerinde **C** etiketi olan 1.5 mL lik küçük cam şişeye (vial) aktarınız. Cam şişeyi **kapatınız** ve III. Bölüm için **saklayınız**.

11. Geriye kalan katının tamamını 50 mL lik şilifli erlene **aktarınız**.

12. Süzüntüyü “Organic waste” kabına **boşaltınız** ve Nüchelerleni ve Büchner hunisini etanol ve su ile **yıkayınız**. Etanol atığı için “Organic waste” plastik şişesini **kullanınız**.

II. Ürünün yeniden kristallendirilmesi

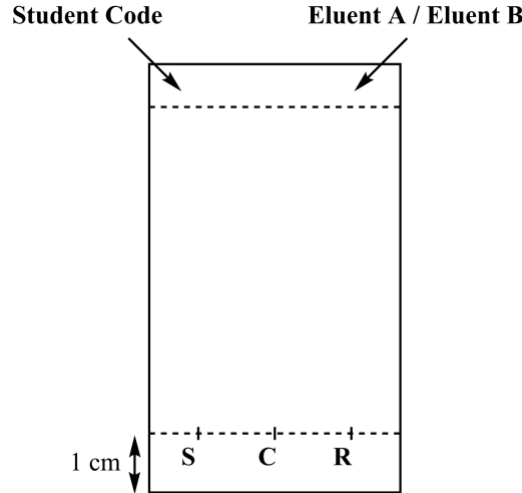
1. 9 mL su ile 21 mL etanolü **karıştırınız**.

2. 50 mL lik şilifli erlende bulunan ham ürünü, uygun miktarda su/etanol karışımı kullanarak yeniden kristallendiriniz. Yeniden kristallendirme için, geri soğutuculu ısıtma için kullandığımız düzeneği (Şekil 1 e bakınız) kullanınız. **HELP kartınızı kaldırınız**. Bir lab asistanı gelip, suyu açacak ve ısıtıcıyı (hotplate) ayarlayacaktır. Eğer gerekirse çözücüğü geri soğutucunun tepesinden **ekleyiniz**.

- Ürün kristallendiğinde katıyı toplamak için, önceden tarif edilen prosedürü uygulayınız (I.7'den I.10'a). Küçük spatulayı kullanarak, bir spatula ucu kadar yeniden kristallendirilmiş ürünü, üzerinde **R** etiketi olan 1.5 mL lik küçük cam şişeye aktarınız. Cam şişeyi **kapatınız** ve III. Bölüm için **saklayınız**.
- Saflaştırılmış katıyı, önceden tartılmış ve üzerinde öğrenci kodunuzun olduğu küçük cam şişeye **aktarınız**. Cam şişeyi **kapatınız**.
- Süzüntüyü "Organic waste" kabına **boşaltınız** ve HELP kartınızı **kaldırınız**. Bir lab asistanı gelip suyu ve geri soğutucuyu kapatacaktır.

III. TLC analizi

- TLC kabını hazırlayınız.** TLC kabına, yaklaşık 0.5 cm yüksekliğe ulaşacak kadar yürütücü A (eluent A) koyunuz. TLC kabını bir Petri kabıyla kapatınız. Yürütücünün, TLC kabının atmosferini doyurması için **bekleyiniz**.
- Numunelerinizi hazırlayınız.** Size, üzerinde **TLC standard** (TLC de **S** ile gösterilecektir) etiketi bulunan küçük bir cam şişede 4-nitrobenzaldehyde örneği verilmiştir. İlaveten, az bir miktarda ham ürününüzü içeren **C** şişesine ve yeniden kristallendirme ürününüzü içeren **R** şişesine sahipsiniz. Numuneleri çözmek için, bu küçük cam şişelerin her birine yaklaşık 1 mL etanol **ekleyiniz**.
- TLC plakalarınızı hazırlayınız.** Bir kurşun kalem kullanarak, plakanın alt kısmından yaklaşık 1 cm yukarıya, dikkatlice bir başlangıç çizgisi çizin ve 3 numunenin yerini **işaretleyiniz**. Bunları, Şekil 3 de gösterildiği gibi **S** (başlangıç maddesi), **C** (ham ürün) ve **R** (yeniden kristallendirme ürünü) olarak **işaretleyiniz**. Plakanın sol üst kısmına **öğrenci kodunuzu yazınız**. Plakanın sağ üst kısmına kullandığınız yürütücünün ismini yazınız (önce **Eluent A**, sonra **Eluent B**). Kapiler spotlayıcıları kullanarak, 3 numuneyi plakaya spotlayınız.

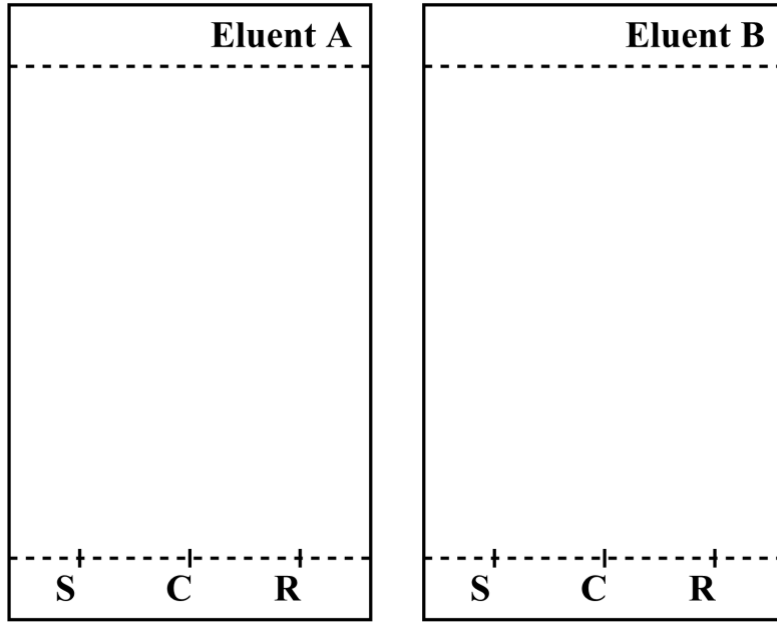


Şekil 3. TLC plaka hazırlanması

- TLC analizi yapınız.** Cımbız (pens) kullanarak TLC plakalarını TLC kabına daldırınız ve kabı Petri kabıyla kapatınız. Yürütücünün, plakanın üst kısmının yaklaşık 1 cm altına kadar ulaşmasına izin veriniz. Cımbız kullanarak plakayı çıkarınız, yürütücünün üst çizgisini bir kurşun kalemle işaretleyiniz ve plakanın havada kurumasına izin veriniz.

5. **TLC plakalarının görüntülenmesi.** TLC plakalarını ortak bençteki UV lambasının altına tutunuz. Bir kurşun kalem ile bütün görünür spotları yuvarlak içine alınız.
6. **Yürütücüyü “Organic waste” şişesine boşaltınız.**
7. 1, 3, 4, 5, ve 6 adımlarını yürütücü B (eluent B) için **tekrarlayınız.**
8. Plakalarınızı, üzerinde öğrenci kodunuzun bulunduğu fermuarlı poşete **koyunuz.**

TLC analiz sonuçlarınız (şemalarını sonuçlarınızla **tamamlayınız** (doldurunuz)). Aşağıdaki soruları cevaplamanıza yardımcı olması için TLC plakalarınızın şeklini aşağıdaki şemalara çizebilirsiniz. Bu şemalar notlandırılmayacaktır.



Deneyin sonunda lab sorumlusu, aşağıdakileri sizden toplayacaktır:

- Yeniden kristallendirme ürününüzü içeren ve üzerinde **öğrenci kodunuzun** olduğu cam şişe;
- Üzerinde **öğrenci kodunuzun** olduğu ve TLC plakaları A ve B yi içeren fermuarlı poşet.

Teslim edilecekler

Yeniden kristallendirme ürünü

TLC plakası A

TLC plakası B

İmzalar

Öğrenci

Lab sorumlusu

Sorular

1. 4-nitrobenzaldehyde ve Oxone® nun reaksiyonu sonucu oluşan, son organik ürün için bir yapı öneriniz.

2. TLC analiz sonuçlarınıza göre aşağıdaki soruları **yanıtlayınız**.

- Hangi yürütücü (eluent) reaksiyonun gidişatını takip etmek için daha iyidir?

A **B**

- Ham ürün (C) 4-nitrobenzaldehyde kalıntısı içermektedir.

True (Doğru) **False (Yanlış)**

- Yeniden kristallendirme ürünü (R) 4-nitrobenzaldehyde kalıntısı içermektedir.

True (Doğru) **False (Yanlış)**

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

Problem P2. Şarabın demir yaşı

Demir, şarapta doğal olarak bulunan bir elementtir. Konsantrasyon litrede 10-15 mg'ı aştığında demir(II), demir (III)'e yükseltgenir ve çökeltilerin oluşması nedeniyle kalite kaybına neden olabilir. Bu nedenle, üretim sırasında şarabın demir içeriğini değerlendirmek gerekir.

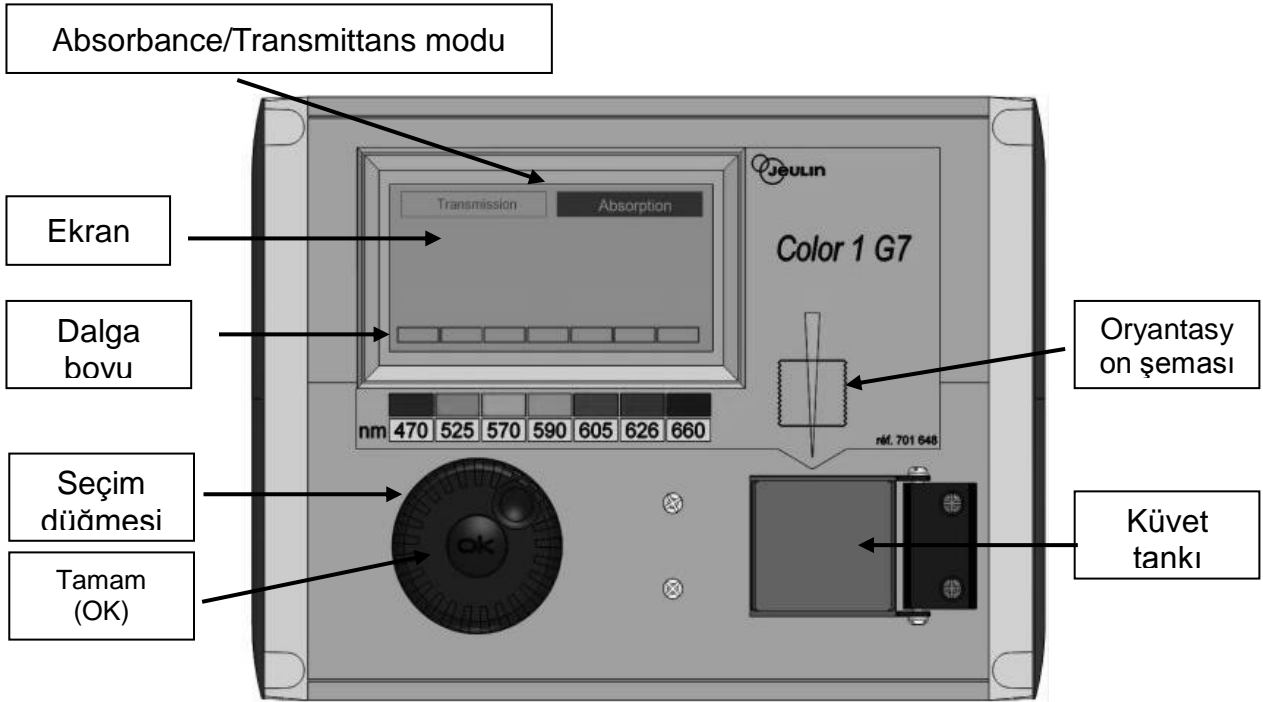
Demir türlerinin çok düşük konsantrasyonları göz önüne alındığında, ligant olarak tiyosiyanat SCN^- içeren renkli bir demir(III) kompleksi spektrofotometrik ölçümlerde demir miktarını ölçmek için kullanılır.

Sizin göreviniz, spektrofotometre kullanarak size verilen beyaz şaraptaki toplam demir konsantrasyonunu ve tiyosiyanat-demir(III) kompleksinin stokiyometrisini belirlemektir.

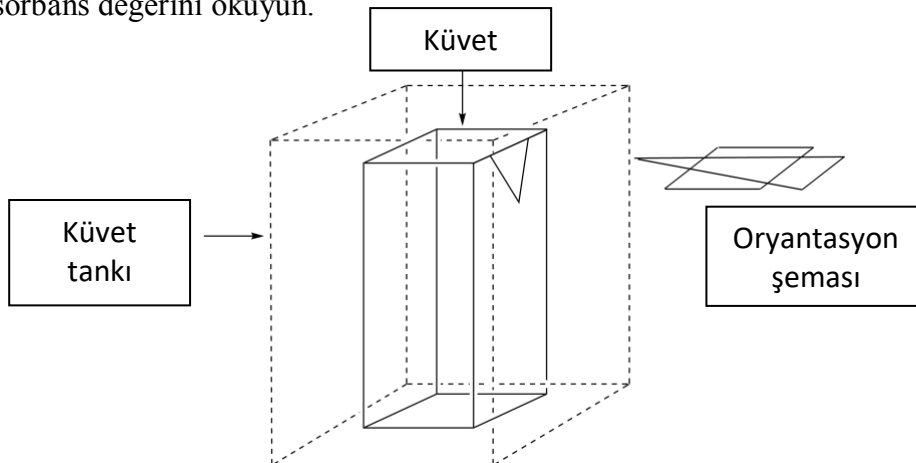
UYARI

- Bu görevde size farklı konsantrasyonlarda iki demir(III) çözeltisi ve iki potasyum tiyosiyanat çözeltisi verilecektir. Kafanızın karışmaması için çok dikkatli olun.
- Çözeltiler spektrofotometrik ölçümler için hazır olduklarında, tiyosiyanat ilavesinden en geç bir saat sonra absorbansı kaydedin.
- Bir kolorimetreye ihtiyacınız olduğunda, HELP kartınızı kaldırın. Bir laboratuvar asistanı size etiketli bir kolorimetre verecektir. Bu kolorimetrenin özel kullanımına 15 dakikaya kadar sahip olacaksınız. Laboratuvar asistanı, işiniz biter bitmez veya 15 dakika bittiğinde geri alacaktır. İstedığınız anda herhangi bir kolorimetre mevcut değilse, bekleme listesine ekleneceksiniz.
- Kolorimetreye ilgili talimatlar aşağıdaki sayfada sunulmuştur.
- Bu hakkınızı kolorimetre için sadece üç kez kullanabilirsiniz.

Kolorimetrenin kullanımı için talimatlar:



- Kolorimetreyi piriye takın.
- “Absorbans”ın çalıştığını kontrol edin. Çalışmıyorsa, seçim düğmesini “Absorbance” etrafında kesikli bir çizgi görünene kadar çevirin ve ardından Tamam (OK) düğmesine basın.
- Seçim düğmesini istediğiniz dalga boyunda kesikli bir çizgi görünene kadar çevirin (470 nm). Tamam (OK) düğmesine basın.
- Küveti tanktaki boş çözeltinin yaklaşık 3 cm yüksekliğinde yerleştirin. Doğru yönü seçmeye dikkat edin (kolorimetredeki yönlendirme şemasına bakın, ışın sarı ok yönündedir, aşağıdaki şekle bakın) ve küveti son konuma kadar aşağı itmek için dikkatli olun. Kapağı kapatın.
- Seçim düğmesini “Absorbance” etrafında kesikli bir çizgi görünene kadar çevirin ve ardından tamam (OK) düğmesine basın. Seçim düğmesini kullanarak, “Calibration” seçeneğini vurgulayın ve tamam (OK) düğmesine basın. Ekranda 0.00 okunana kadar bekleyin (veya -0.00).
- Küveti, analiz edilen çözeltinin yaklaşık 3 cm yüksekliğinde olacak şekilde tanka yerleştirin.
- Kapağı kapatın.
- Absorbans değerini okuyun.



I. Şaraptali demir miktarının tayini

Bu bölümde, 0.000200 M demir(III) çözeltisi ve 1 M potasyum tiyosiyanat çözeltisine ihtiyacınız vardır.

Prosedür

1. Her bir tüpe, aşağıdaki tabloda verilen hacimleri içeren çözeltileri ekleyerek 6 tüp **hazırlayın**.

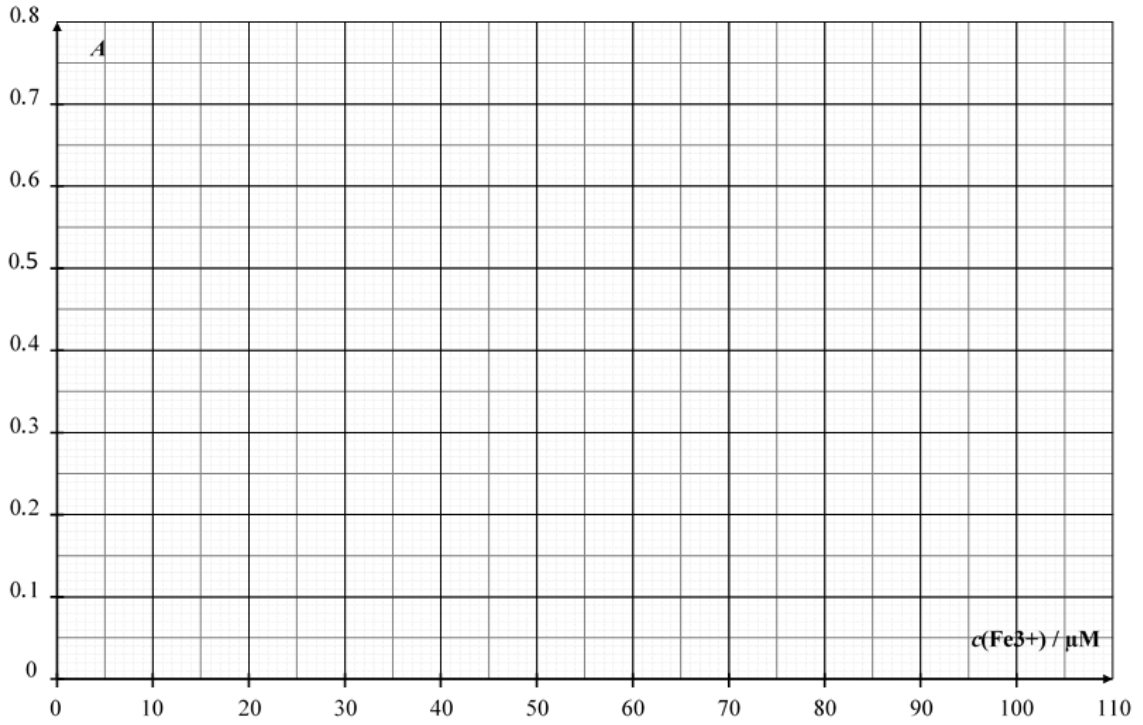
Tüp#	1	2	3	4	5	6
0.000200 M demir(III) çözeltisi	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M perklorik asit çözeltisi	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Şarap					10.0 mL	10.0 mL
Hidrojen peroksit çözeltisi					0.5 mL	0.5 mL
Deiyonize su	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

- Plastik kapakla **tüpü kapatınız** ve homojenliği sağlamak için **tüpü çalkalayınız**.
- 1, 2, 4 ve 5 numaralı tüplere 1.0 mL 1 M potasyum tiyosiyanat çözeltisi ekleyin. 6. tüpe **eklemeyin**. Plastik kapakla **tüpü kapatınız** ve homojenliği sağlamak için **tüpü çalkalayınız**.
- Tüm tüpler hazır olduğunda, laboratuvar asistanından bir kolorimetre almak için HELP kartınızı kaldırın.
- Kolorimetreyi daha önce tarif edilen prosedürü kullanarak hazırlayın (bkz. Sayfa 18). Dalgaboyunu 470 nm'ye ayarlayın. Blank (Kör) olarak deiyonize su kullanın.
- Bu dalga boyunda her tüpün (1-6) absorbansını kaydedin. Sonuçları aşağıdaki tabloda rapor edin.** Kolorimetreyi iade etmek için HELP kartınızı kaldırın.

Tube #	1	2	3	4	5	6
Absorbans (470 nm)						
Tüp içindeki Fe ³⁺ 'ün analitik konsantrasyonu c(Fe ³⁺) / µM	16	32	64	96		
Kolorimetre kodu						

Sorular

1. Fe^{3+} 'ün analitik konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak tüp 1-4'ün absorbans (A) değerlerini grafiğe geçirin.



- Aşağıda, kalibrasyon eğriniz için dikkate alacağınız veri kutularını işaretleyin.

Tube #	1	2	3	4
Kalibrasyon eğrisi için kullanılan absorbans değerleri				

2. Önceki seçtiğiniz verileri kullanarak, 5. Tüpteki Fe^{3+} 'ün **analitik konsantrasyonunu** ($\mu\text{mol L}^{-1}$ cinsinden) **cizdiğiniz kalibrasyon doğrusu kullanarak hesaplayın.**

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

$c(\text{Fe}^{3+})$ (demir konsantrasyonunu) hesaplayamadı iseniz, sorunun devamında $c(\text{Fe}^{3+})$ için $50 \mu\text{mol L}^{-1}$ 'yi kullanabilirsiniz.

3. Çalışılan beyaz şaraptaki demirin kütle konsantrasyonunu mg/L cinsinden **hesaplayın.**

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

II. Kompleksin stokiyometrisinin belirlenmesi

Bu bölümde, 0.00200 M demir(III) ve 0.00200 M potasyum tiyosiyanat çözeltilerini kullanacaksınız.

Prosedür

Bu sorunun ilk bölümünde, şarap içerisinde demir derişiminin tayini için demir(III) tiyosiyanat kompleksinin renginden faydalanacağız. Sorunun ikinci bölümü ise $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ kompleksinin (koordine olan su molekülleri gösterilmemiştir) stokiyometrisinin incelenmesini amaçlamaktadır. Kompleks bileşiminin formülünde gösterilen a ve b değerleri 3'ten büyük olmayan tam sayı değerleridir.

Bu bölüm için aşağıdaki sulu çözeltiler size verilecektir:

- 0.00200 M demir(III) çözeltisi (asitlendirilmiş) (80 mL)
- 0.00200 M potasyum tiyosiyanat çözeltisi (80 mL)

Eğer kullanılması gerektiğini düşünürseniz, laboratuvar tezgahınızda test tüpleri (yıkayıp ve kurutup kullanabileceğiniz kapaklar ile birlikte), dereceli cam pipetler, bir spektrofotometre küveti, bir kalorimetre (talep edildiğinde) ve diğer laboratuvar malzemeleri bulunmaktadır.

1. Aşağıda verilen tablonun ilk üç satırını spektrofotometrik ölçümler ile kompleks bileşiminin stokiyometrisini belirlemenize yardımcı olacak hacim değerleri ile **doldurunuz**. *Tüm kolonları doldurmak zorunda değilsiniz*. Aşağıdaki formülü kullanarak, her test tüpündeki demir(III) molar kesrini **hesaplayınız**.

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

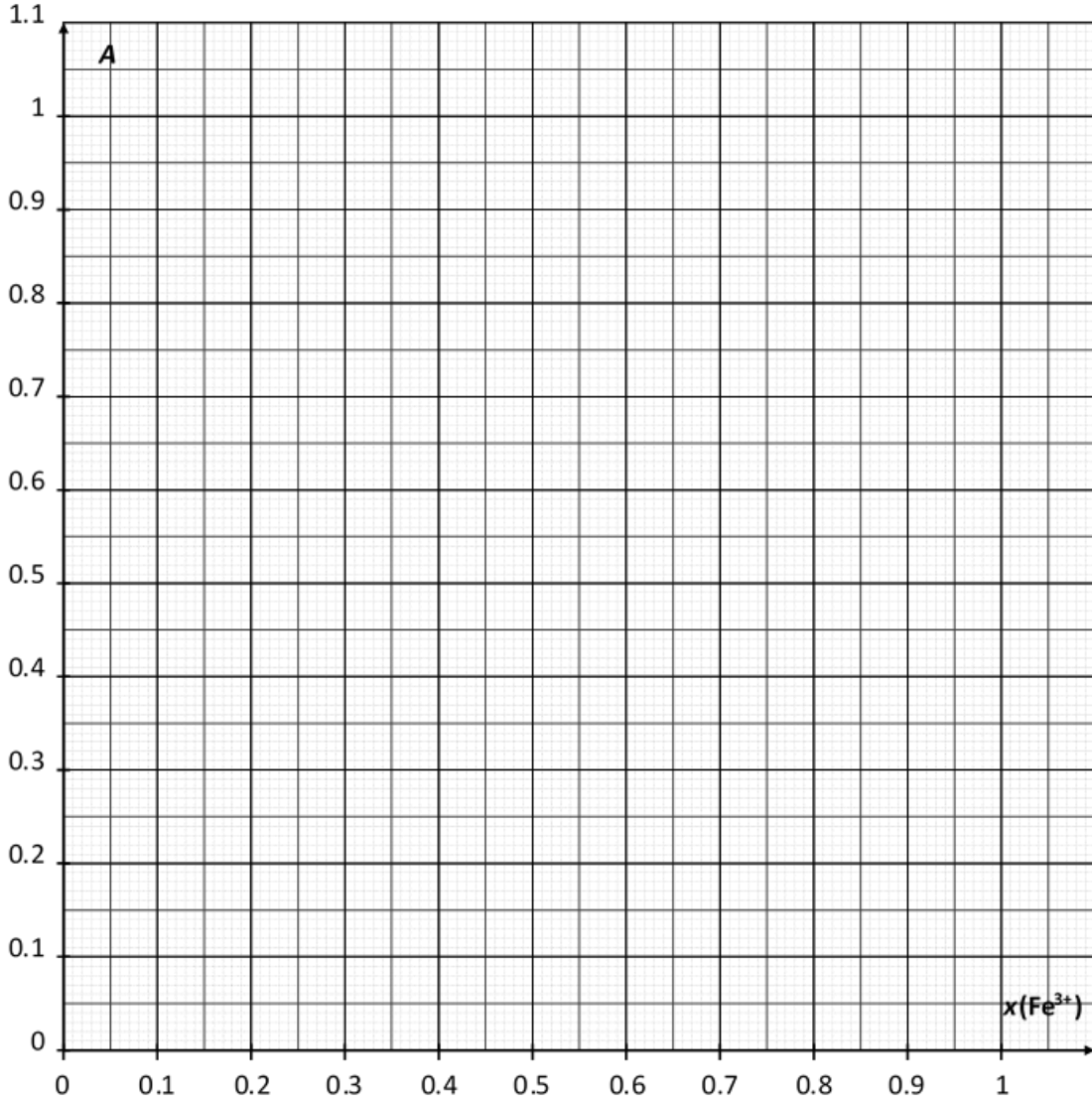
Tüp No	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0.00200 M demir(III) çözeltisinin hacmi ($V_{\text{Fe(III)}}$ / mL)									
0.00200 M potasyum tiyosiyanat çözeltisinin hacmi (V_{SCN^-} / mL)									
Demir(III) iyonunun molar kesri ($x(\text{Fe}^{3+})$)									
Absorbans (470 nm'de)									
Kolorimetre kodu									

2. Tüpleri **hazırlayınız**. Tüm tüpler hazır olduğunda, bir kolorimetri cihazını kullanmak üzere asistandan yardım almak için HELP kartınızı **kaldırınız**.

3. Kolorimetre cihazını daha önce açıklanan prosedürü kullanarak **hazırlayınız** (sayfa 18'ya bakınız). Dalga boyunu 470 nm'ye **ayarlayınız**. Blank (kör) olark deiyonize suyu **kullanınız**.
4. Her test tüpünün absorbansını bu dalga boyunda **ölçünüz**. Sonuçlarınızı bir önceki Tablo'da **rapor ediniz**.

Sorular

4. Test tüplerinin absorbans (A) değerlerini demir(III) iyonunun molar kesrine ($x(\text{Fe}^{3+})$) karşı çiziniz.



5. Yaptığımız deneylerin sonuçlarına bağlı olarak, $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ kompleksinin stokiyometrisini belirleyiniz.

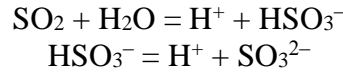
$$a = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$b = \underline{\hspace{2cm}}$$

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

Problem P3. Saklamak için şarap

Kükürt dioksit, SO_2 , şarapta koruyucu olarak kullanılmaktadır. SO_2 şaraba eklendiğinde, su ile tepkimeye girerek bisülfid iyonları (HSO_3^-) ile proton (H^+) vermektedir. Bisülfid, ikinci bir proton kaybederek sülfid'e (SO_3^{2-}) de dönüşebilmektedir.



Kükürt dioksitin sudaki bu üç farklı formu, şarapta bulunan asetaldehit, pigmentler, şekerler, vb. ile tepkimeye girerek, P harfi ile gösterilen ürünleri oluşturabilir. Kükürt dioksitin toplam konsantrasyonu, serbest formları (SO_2 , HSO_3^- ve SO_3^{2-}) ile P'nin konsantrasyonlarının toplamıdır.

Sülfidler ve kükürt dioksit bazı insanlara zararlı olabildiğinden, koruyucu konsantrasyonu düzenlemeye tabidir. Avrupa Birliği'nde (AB), toplam kükürt dioksit miktarı kırmızı şarap için 100 mg L^{-1} , beyaz şarap ve pembe şarabı için ise 150 mg L^{-1} olarak sınırlandırılmıştır.

Sizin göreviniz, iyodometrik titrasyon ile size verilen beyaz şaraptaki toplam kükürt dioksit konsantrasyonunu tayin etmektir.

Prosedür

I. Sodyum tiyosülfat çözeltisinin standardizasyonu

- Yaklaşık 100 mg saf potasyum iyodat (KIO_3) içeren bir örnek size verilmiştir. Kütlelerin kesin miktarı, cam şişedeki (vialdeki) etiketin üzerinde yazmaktadır. Bu değeri aşağıdaki tabloya **kaydedin**.
- Katı potasyum iyodatın tamamı ile deiyonize su kullanarak, 100 mL 'lik balon jöje içinde 100 mL 'lik potasyum iyodat çözeltisi **hazırlayın**. Bu çözelti **S** ile adlandırılacaktır.
- 100 mL 'lik bir erlen'e aşağıdakileri **ekleyin**:
 - Volümetrik pipet ile **S**'nin 20 mL çözeltisi;
 - 5 mL lik mezür kullanılarak 5 mL potasyum iyodür çözeltisi (0.5 M);
 - 10 mL mezür kullanılarak 10 mL sülfürik asit çözeltisi (2.5 M).
- Erlen'i **döndürerek çalkalayın**, parafilm ile **ağzını kapatın**, ve dolabın içine koyarak en az beş dakika **bekleyin**.
- Beher kullanarak, size verilen tiyosülfat çözeltisi ile büreti **doldurun**. Erlen içindeki maddeyi sürekli çalkalayarak **titre edin**. Sıvının rengi açık sarı olduğunda, on damla nişasta çözeltisi **ekleyin** ve çözelti renksiz olana kadar **titre etmeye devam edin**. Titrasyon hacmini V_1 **kaydedin**.
- Bu prosedürü (3. den 5. basamağa kadar) ihtiyacınız olduğu kadar **tekrarlayın**.

Potasyum iyodatın kütlesi (etiketin üstündeki değeri yazın)	
Analiz n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Sunulan değer V_1 / mL	

II. İyot çözeltisinin standardizasyonu

1. Volümetrik pipet ile I_2 ile etiketlenmiş iyot çözeltisinin 25 mL'sini 100 mL'lik Erlen'e **transfer edin.**
2. Erlen içindeki maddeyi sodyum tiosülfat çözeltisi ile **titre edin.** Sıvının rengi açık sarı olduğunda, on damla nişasta çözeltisi **ekleyin** ve çözelti renksiz olana kadar **titre etmeye devam edin.** Titrasyon hacmini V_2 **kaydedin.**
3. Bu prosedürü (1.-2. basamaklar) ihtiyacınız olduğu kadar **tekrarlayın.**

Analiz n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Sunulan değer V_2 / mL	

III. Toplam kükürt dioksit miktarının tayini

1. Volümetrik pipet ile, 50 mL şarabı 250 mL'lik Erlen'e **transfer edin**.
2. 25 mL'lik mezür ile 12 mL sodyum hidroksit çözeltisini (1 M) **ekleyin**. Parafilm ile **ağzını kapatın**, içindekileri **döndürerek çalkalayın**, sonra en az 20 dakika bekleyin.
3. 5 mL sülfürik asit çözeltisi (2.5 M) **ekleyin** ve yaklaşık 2 mL nişasta çözeltisini tek-kullanımlık plastik pipet kullanarak **ekleyin**.
4. Erlen içindeki maddeyi büret içindeki iyot çözeltisi ile koyu bir renk belirinceye ve bu renk en az 15 saniye kalıcı oluncaya dek **titre edin**. Titrasyon hacmini V_3 **kaydedin**.
5. Bu prosedürü (1.-4. basamaklar) ihtiyacınız olduğu kadar **tekrarlayın**.

Analiz n°	V_3 / mL
1	
2	
3	
Sunulan değer V_3 / mL	

Sorular

1. Sodyum tiosülfat çözeltisinin standardizasyonu sırasında gerçekleşen bütün tepkimelerin denkleşmiş denklemlerini **yazın**.

2. Sodyum tiosülfat çözeltisinin molar konsantrasyonunu **hesaplayın**. Potasyum iyodatın mol kütlesi şöyledir: $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ değerini hesaplayamazsanız, sorunun geri kalanında $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ değeri kullanılabilir.

3. İyot çözeltisinin molar konsantrasyonunu **hesaplayın**.

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

c(I₂) değerini hesaplayamazsanız, sorunun geri kalanında c(I₂) = 0.00700 mol L⁻¹ değeri kullanılabilir.

4. Kükürt dioksitin sülfat iyonlarına (SO₄²⁻) yükseltgendiğini varsayarak, iyot (I₂) ile kükürt dioksit (SO₂) arasındaki denkleşmiş denklemi **yazın**.

5. Şaraptaki toplam kükürt dioksitin kütle konsantrasyonunu mg/L cinsinden **hesaplayın**. Kükürt dioksitin mol kütlesi şöyledir: $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

CEZALAR (PENALTIES)

Olay # (Incident #)	(Öğrenci imzası) Student signature	Lab sorumlusu imzası (Lab supervisor signature)
1 ceza yok (no penalty)		
2		
3		
4		
5		