

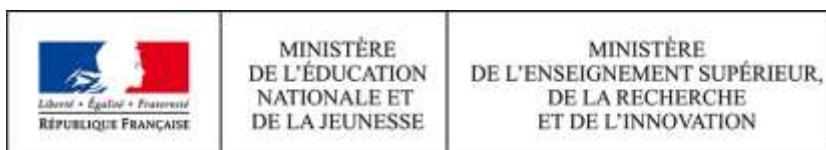
ПРАКТИЧЕСКИ ИЗПИТ



Да правим наука заедно!

УСПЕХ!!!

2019-07-24



Общи инструкции

- Това задание с практически задачи съдържа 27 страници.
- Преди да започнете практическия изпит, ще бъде дадена командата: **Четете**. Разполагате с 15 минути, за да прочетете заданието. През това време можете само да **четете; не пишете и не използвайте калкулатора**.
- Можете да започнете работа, след като е дадена командата **Старт**. Имате **5 часа** да завършите изпита.
- Можете да работите по задачите в произволен ред, но е **препоръчително да започнете със задача 1**.
- Всички резултати и отговори трябва да бъдат ясно написани **с химикалка в съответните полета** в изпитната работа. Отговори, написани извън полетата за отговор, няма да бъдат оценявани.
- Ако имате нужда от чернова, използвайте гърба на изпитните листи. Помнете, че **нищо извън означените полета няма да бъде оценявано**.
- Официалната версия на английски език на изпитната работа ще Ви бъде предоставена при поискване и служи само за доизясняване.
- Ако е необходимо да напуснете лабораторията (за тоалетна или за да пийнете или хапнете нещо) вдигнете съответната карта. Лаборантът ще Ви придружи.
- Рафтовете над работните места няма да се използват по време на работа, за да бъдете при равни условия.
- Трябва да **спазвате правилата за безопасност**, съобразно правилата на IChO. Ако нарушите тези правила, ще получите само едно предупреждение от лаборанта. Всяко нарушение след първото предупреждение ще доведе до отстраняването Ви от лабораторията и 0 точки на практическия изпит.
- Химикалите и лабораторното оборудване, освен ако не е отбелязано друго, ще бъдат подменени или допълнени без наказателни точки само при първия инцидент. Всеки следващ инцидент ще доведе до намаляване с 1 точка от общо 40-те точки за практическия изпит.
- Лаборантът ще Ви предупреди 30 минути преди да бъде дадена командата **Stop**.
- Трябва да спрете работа веднага, след като е дадена командата **Stop**. Ако не направите това и работите още една минута или по-дълго, ще получите 0 точки на практическия изпит.
- След като е дадена командата **Stop**, лаборантът ще дойде и ще подпише вашата изпитна работа.
- След като и вие и лаборантът се подпишете, поставете изпитната работа в плика и го предайте за оценяване заедно с вашия продукт и плаките за TLC.

Лабораторни правила и безопасност

- Трябва да носите постоянно закопчана лабораторна престилка. Обувките трябва да са затворени.
- Винаги, когато работите в лабораторията, носете предпазни очила или очила, предписани с рецепта. Не носете контактни лещи.
- Не яжте и не пийте в лабораторията. Дъвченето на дъвка не е позволено.
- Работете само в определената за вас зона. Пазете чисти вашето работно място и общите работни зони.
- Не се допускат никакви други експеримент, освен тези в заданието. Не се допуска модификация на експериментите.
- Не отпипетирайте с уста. Винаги използвайте круша, за да отпипетирате.
- Ако разлеее или счупите нещо, веднага почистете работното си място и пода. Всички отпадъци трябва да се изхвърлят, за да се предотврати замърсяване или нараняване. Водните разтвори могат да се изхвърлят в мивката. Органичните отпадъци трябва да се изхвърлят в обозначените затворени контейнери.

Физични константи и уравнения

При тези задачи приемаме, че активностите на всички химични форми във воден разтвор адекватно се апроксимират със съответните концентрации в mol L^{-1} . За опростяване на формули и изрази, стандартната концентрация $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ се пропуска.

Константа на Avogadro:

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

Универсална газова константа:

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

Стандартно налягане:

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

Налягане в атмосфери:

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

0 °C:

$$273.15 \text{ K}$$

Константа на Faraday:

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

Ват:

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

Киловатчас:

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

Константа на Planck:

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

Скорост на светлината във вакуум:

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

Заряд на електрона:

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

Електрическа мощност:

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

Коефициент на полезно действие:

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

Зависимост на Planck-Einstein:

$$E = hc / \lambda$$

Уравнение на състоянието на идеален газ:

$$pV = nRT$$

Свободна енергия на Gibbs:

$$G = H - TS$$

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

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

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

Реакционно отношение Q за реакцията

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

$a A(\text{aq}) + b B(\text{aq}) = c C(\text{aq}) + d D(\text{aq})$:

Уравнение на Henderson–

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

Hasselbalch:

Уравнение на Nernst–Peterson:

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

където Q е реакционното отношение на полуреакцията - редукция

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

Закон на Beer–Lambert:

$$A = \epsilon lc$$

Интегрални кинетични уравнения:

- Нулев порядък:

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

- Първи порядък:

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

- Втори порядък:

$$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$$

Презположително време за реакция от първи порядък:

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

Средна бройна молна маса M_n :

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

Средна масова молна маса M_w :

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

Индекс на полидисперсност I_p :

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

Забележка

Мерната единица за молна концентрация се записва и по двата начина: “М” или “ mol L^{-1} ”:

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

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

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

Периодична таблица

1																	18
1 H 1.008	2											13	14	15	16	17	2 He 4.003
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3
55 Cs 132.9	56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



Definition of GHS statements

The GHS hazard statements (H-phrases) associated with the materials used are indicated in the problems. Their meanings are as follows.

Physical hazards

H225 Highly flammable liquid and vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
H228 Flammable solid.
H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
H272 May intensify fire; oxidizer.
H290 May be corrosive to metals.

Health hazards

H301 Toxic if swallowed.
H302 Harmful if swallowed.
H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
H311 Toxic in contact with skin.
H312 Harmful in contact with skin.
H314 Causes severe skin burns and eye damage.
H315 Causes skin irritation.
H317 May cause an allergic skin reaction.
H318 Causes serious eye damage.
H319 Causes serious eye irritation.
H331 Toxic if inhaled.
H332 Harmful if inhaled.
H333 May be harmful if inhaled.
H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
H335 May cause respiratory irritation.
H336 May cause drowsiness or dizziness.
H351 Suspected of causing cancer.
H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
H371 May cause damage to organs.
H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

Environmental hazards

H400 Very toxic to aquatic life.
H402 Harmful to aquatic life.
H410 Very toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H411 Toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H412 Harmful to aquatic life with long-lasting effects.

Chemicals

For all problems

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
Deionized water in: - Wash bottle (bench) - Plastic bottle (bench) - Plastic canister (hood)	Deionized Water	Not hazardous
Ethanol, in a wash bottle	Ethanol	H225, H319
Sample of white wine, 300 mL in amber plastic bottle	Wine sample	H225, H319

For problem P1

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
4-nitrobenzaldehyde, 1.51 g in amber glass vial	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluent A, 20 mL in glass vial	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 mL in glass vial	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (potassium peroxomonosulfate salt), 7.87 g in plastic bottle	Oxone[®]	H314
Sample of 4-nitrobenzaldehyde for TLC	TLC standard	H317, H319

For problem P2

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
1 M potassium thiocyanate solution, 20 mL in plastic bottle	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M potassium thiocyanate solution, 60 mL in plastic bottle	KSCN 0.00200 M	Not hazardous
1 M perchloric acid solution, 10 mL in plastic bottle	HClO₄	H290, H315, H319
0.00200 M iron(III) solution, 80 mL in plastic bottle	Fe(III) 0.00200 M	Not hazardous
0.000200 M iron(III) solution, 80 mL in plastic bottle	Fe(III) 0.000200 M	Not hazardous
0.3% hydrogen peroxide solution, 3 mL in amber glass bottle	H₂O₂	Not hazardous

For problem P3

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
0.01 M iodine solution, 200 mL in brown plastic bottle	I₂	H372
0.03 M sodium thiosulfate solution, 200 mL in plastic bottle	Na₂S₂O₃	Not hazardous
1 M NaOH solution, 55 mL in plastic bottle	NaOH	H290, H314
2.5 M sulfuric acid solution, 80 mL in plastic bottle	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M potassium iodide solution, 25 mL in plastic bottle	KI	H372
Potassium iodate, <i>ca</i> 100 mg (exact mass written on the label), in glass vial	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Starch solution, 25 mL in plastic bottle	Starch	Not hazardous

**Equipment
For all problems**

Personal equipment	Quantity
Pipette filler bulb	1
Safety goggles	1
1 L plastic bottle for organic waste, labeled “ Organic waste ”	1
Paper towels	15 sheets
Precision wipers	30 sheets
Spatula (large)	1
Spatula (small)	1
Stopwatch	1
Pencil	1
Eraser	1
Black pen	1
Felt-tip pen for glassware	1
Ruler	1

Shared equipment	Quantity
UV lamp for TLC visualization	2 per lab
Colorimeter	5 per lab
Gloves	All sizes (S, M, L, XL) available upon request to a lab assistant
Ice bucket	1 per lab

For problem P1

Personal equipment	Quantity
Laboratory stand with:	1
- Clamp holder with small clamp	2
- Clamp holder with large clamp	1
Erlenmeyer flask with ground joint, 100 mL	1
Erlenmeyer flask with ground joint, 50 mL	1
Reflux condenser	1
Hotplate stirrer	1
Crystallizing dish	1
Magnetic stirring bar	1
Suction flask	1
Büchner funnel with rubber adapter	1
Zipped bag with 3 pieces of filter paper	1
Petri dish	1
TLC elution chamber, labeled “ TLC elution chamber ”	1
Zipped bag with 3 TLC plates (with fluorescence indicator), labeled with Student Code	1
TLC graduated spotters (in the Petri dish)	4
Plastic tweezers	1
Glass rod	1
Graduated cylinder, 25 mL	1
Beaker, 150 mL	2
Plastic powder funnel	1
Disposable plastic pipette	2

Amber glass vial, for TLC sample, 1.5 mL, with stopper, labeled C and R	2
Pre-weighed amber glass vial, 10 mL, with stopper, labeled with Student Code	1
Magnetic stirring bar retriever	1

For problem P2

Personal equipment	Quantity
Volumetric pipette, 10 mL	1
Graduated pipette, 10 mL	3
Graduated pipette, 5 mL	3
Test tube stand	1
Test tube	15
Test tube stopper	7
Colorimeter cuvette, path length 1.0 cm	2
Beaker, 100 mL	2
Disposable plastic pipette	15

For problem P3

Personal equipment	Quantity
Laboratory stand with burette clamp	1
Burette, 25 mL	1
Glass transfer funnel	1
Erlenmeyer flask, 100 mL	3
Erlenmeyer flask, 250 mL	3
Beaker, 150 mL	1
Beaker, 100 mL	2
Volumetric flask, 100 mL, with stopper	1
Volumetric pipette, 50 mL	1
Volumetric pipette, 25 mL	1
Volumetric pipette, 20 mL	1
Graduated cylinder, 25 mL	1
Graduated cylinder, 10 mL	1
Graduated cylinder, 5 mL	1
Disposable plastic pipette	3
Parafilm	20 sheets

Задача P1 13% от общия брой точки	Въпрос	Добив	Чистота	TLC	P1.1	P1.2	Общо
	Точки	12	12	8	2	3	37
	Оценка						

Задача P1. „Зелено“ окисление на нитробензалдехид

През последните десетилетия, за да намалят опасните отпадъци, учените се опитват да заменят опасните реагенти при окислителните процеси. В тази задача като окислител е избран potassium peroxomonosulfate, тъй като при окислението се отделят само нетоксичните и незамърсяващи околната среда сулфати. В тази задача той се предлага под името Oxone®. Освен това реакцията се извършва в смес от вода и етанол, които са зелени разтворители.

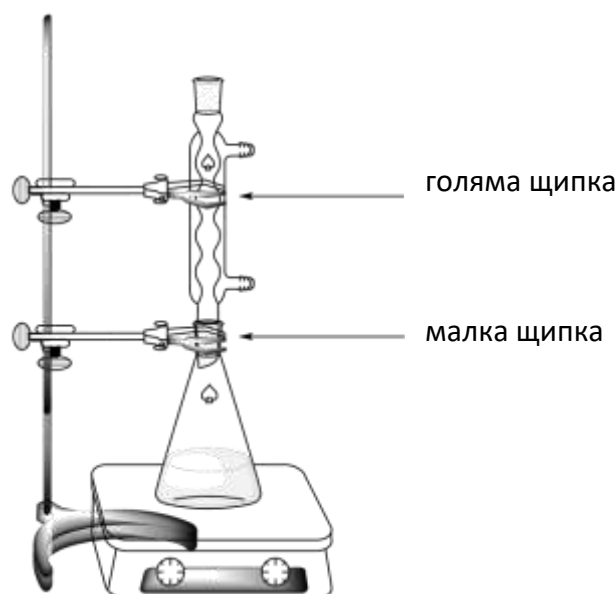
Задачата ви е да проведете окисление на 4-nitrobenzaldehyde, да прекристализирате продукта, да сравните елуентите за TLC и да проверите чистотата на продукта посредством TLC.

Забележка: Отпадъчните етанол и елуент изхвърлете в бутилката с надпис “Organic waste”.

Експериментална процедура

I. Окисление на 4-nitrobenzaldehyde

- Смесете 20 mL вода и 5 mL етанол.
- Поставете котвичката в ерленмайеровата колба с шлиф от 100 mL.
- Прехвърлете в ерленмайеровата колба предварително претеглени 1.51 g 4-nitrobenzaldehyde. Добавете цялото количество предварително приготвена смес вода/етанол. Закрепете с щипка ерленмайеровата колба към статива. Започнете да разбърквате сместа, след което добавете предварително претеглените 7.87 g of Oxone®.
- Свържете обратния хладник към колбата, като разхлабете голямата щипка и свържете шлифовете, както е показано (Фигура 1). Вдигнете вашата карта HELP. Лаборантът ще дойде да включи водата и да настрои нагряването.
- Нагрявайте реакционната смес в продължение на 45 минути, така че да кипи леко (около 1 капка кондензат за секунда). На нагревателя има маркирано положение, което съответства на необходимата мощност за леко кипене.



Фигура 1. Апаратура за нагряване на реакционна смес при кипене под обратен хладник

6. **Изключете** нагряването на електромагнитната бъркалка. **Отстранете** нагревателя и **оставете** реакционната смес да се охлади в продължение на 10 минути. Поставете я в кристализатора, напълнен със смес лед-вода. **Оставете** я да престои още 10 минути.
7. **Сглобете** апаратура за филтруване под вакуум (Фигура 2), като използвате бюхнерова фуния, филтърна хартия и смукално шише, закрепено за статива с малка щипка. **Вдигнете** вашата карта HELP. Лаборантът ще Ви покаже как да свържете смукалното шише към източника за вакуум.

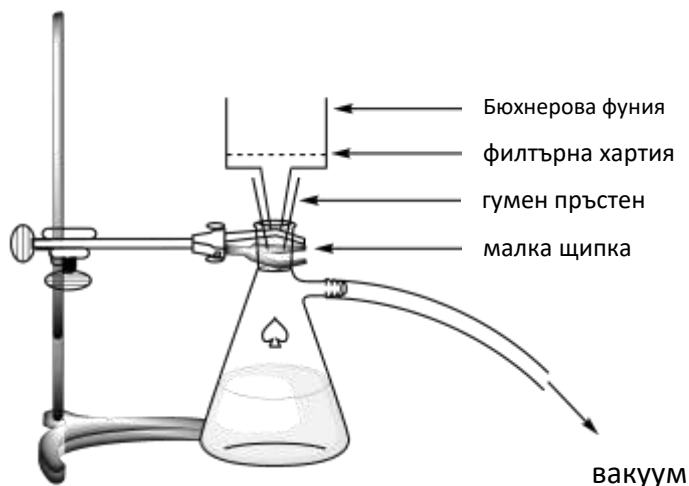


Figure 2. Апаратура за филтруване под вакуум

8. **Намокрете** филтърната хартия с вода и **се уверете**, че тя покрива всички дупки на бюхнеровата фуния.
9. **Излейте** суспензията със суровия продукт в бюхнеровата фуния и **включете** вакуума. Промийте утайката старателно с дейонизирана вода (поне с 4×20 mL).
10. **Оставете** въздухът да се просмуква през утайката в продължение на 5 минути за предварително изсушаване на продукта. **Разкачете** източника на вакуум. На върха на малката шпатула прехвърлете продукт в шишенцето с обем 1.5 mL с **надпис С**. **Затворете** шишенцето и го **запазете** за част III.
11. **Прехвърлете** цялата останала утайка в ерленмайеровата колба с шлиф от 50 mL.
12. **Изхвърлете** филтрат в бутилката с надпис “Organic waste” и **измийте** смукалното шише и бюхнеровата фуния с етанол и вода. **Използвайте** бутилката с надпис “Organic waste” да изхвърлите отпадъчния етанол.

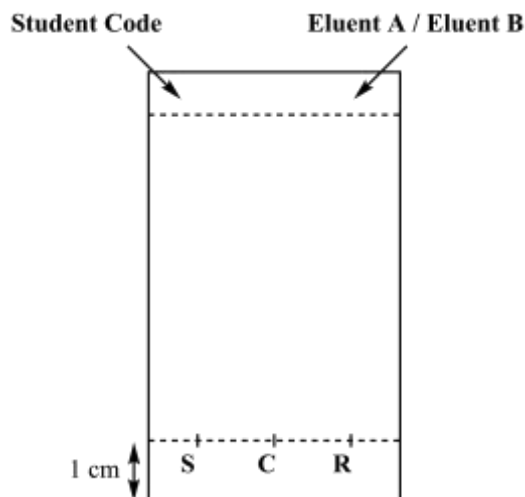
II. Прекристализиране на продукта

1. **Смесете** 9 mL вода и 21 mL етанол.
2. **Прекристализирайте** суровия продукт в ерленмайеровата колба с шлиф от 50 mL с подходящото количество от сместа вода/етанол, като използвате същата апаратура за нагряване под обратен хладник (виж Фигура 1). **Вдигнете** вашата карта HELP. Лаборантът ще дойде да включи водата и да настрои нагряването на бъркалката. **Добавете** разтворител от горната част на хладника, ако е необходимо.
3. След като продуктът е кристализирал, **използвайте** процедурата, описана по-горе в т. (I.7 до I.10), за да съберете твърдата фаза. На върха на малката шпатула **прехвърлете** от прекристализирания продукт в шишенцето с обем 1.5 mL с **надпис R**. **Затворете** шишенцето и го **запазете** за част III.

4. **Прехвърлете** пречистеното твърдо вещество в предварително претеглено шишенце, надписано с вашия студентски код. **Затворете** шишенцето.
5. **Изхвърлете** филтрат в бутилката с надпис “Organic waste” и **вдигнете** вашата карта HELP. Лаборантът ще дойде да спре водата в хладника.

III. TLC анализ

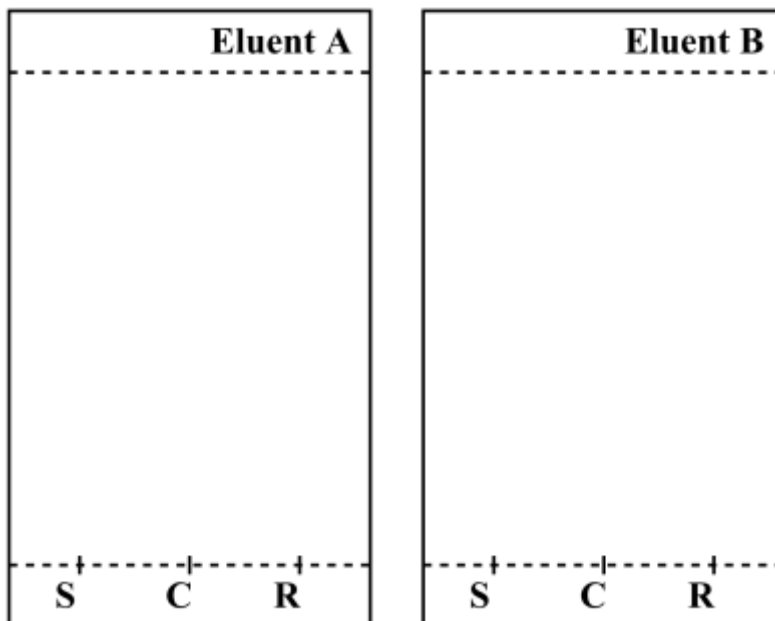
1. **Пригответе съда за елуиране.** **Налейте** в съда за елуиране елуента А на височина около 0.5 cm. Покрийте го с Петри. **Изчакайте** елуентът да насити атмосферата в съда за елуиране.
2. **Подгответе вашите проби.** Предоставена ви е проба от 4-nitrobenzaldehyde в стъклено шишенце с надпис **TLC standard** (означена като **S** върху TLC плаката). Запазили сте малки проби от вашия суров продукт (шишенце с надпис **C**) и от вашия прекристализиран продукт (шишенце с надпис **R**). За да разтворите пробите, **добавете** около 1 mL етанол във всяко от шишенцата.
3. **Подгответе вашите TLC плаки.** Начертайте с молив внимателно старта (1 cm от долния ръб на плаката) и **означете** позициите, на които ще нанесете трите проби. Означете ги с **S** (изходно съединения), **C** (суров продукт) и **R** (прекрисаилизиран продукт), както е показано на Фигура 3. В горния ляв ъгъл на плаката, **напишете** вашия студентски код. В горния десен ъгъл на плаката, напишете елуента, който сте използвали (най-напред **Eluent A** и след това **Eluent B**). **Нанесете** трите проби на плаката, като използвате капилари.



Фигура 3. Приготвяне на TLC плака

4. **Извършете TLC анализа.** С помощта на пинсета **поставете** TLC плаката в съда за елуиране и го **покрийте** с Петри. **Оставете** елуента да достигне до около 1 cm от горния ръб на плаката. Като използвате пинсета, **извадете** плаката, означете фронта на елуента с молив и оставете плаката да изсъхне на въздуха.
5. **Визуализирайте TLC плаката.** **Поставете** TLC плаката под UV лампата, която се намира на общия плот. С молив **очертайте** всички видими петна.
6. **Изхвърлете елуента в бутилката с надпис “Organic waste”.**
7. **Повторете** стъпки 1, 3, 4, 5 и 6 с елуента В.
8. **Поставете** вашите плаки в плика с цип, надписан с вашия студентски код.

Резултати от вашия TLC анализ (**попълнете** схемите с Вашите резултати). Можете да използвате чертежите по-долу, за да прерисувате вашите TLC плаки. Това ще ви помогне да отговорите на въпросите по-долу. Тези схеми няма да бъдат оценявани.



В края на изпита, вашият лаборант ще вземе:

- Стъкленото шишенце, надписано с вашия **студентски код**, съдържащо вашия прекристализиран продукт;
- TLC плаките A и B в плика с цип, надписан с вашия **студентски код**.

Предадени на лаборанта:

Прекристализиран продукт ☐

TLC плака A ☐

TLC плака B ☐

Подписи

Студент

Лаборант

Въпроси

1. **Предложете** структура на крайния органичен продукт от реакцията на 4-nitrobenzaldehyde и Oxone[®].

2. Въз основа на Вашите резултати от TLC анализа, **отговорете** на следните въпроси.

- Кой елуент е по-добър за проследяване на хода на реакцията?

☐ **A** ☐ **B**

- Суровият продукт (C) съдържа следи от 4-nitrobenzaldehyde.

☐ **Вярно** ☐ **Грешно**

- Прекристализираният продукт (R) съдържа следи от 4-nitrobenzaldehyde.

☐ **Вярно** ☐ **Грешно**

Задача 2	Въпрос	Калибриране	Определяне на желязо	P2.1	P2.2	P2.3	Определяне на стехиометрията	P2.4	P2.5	Общо
14% от общия брой точки	Точки	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Оценка									

Задача P2. Желязо във вино

Желязото е елемент, който естествено присъства във виното. Когато концентрацията му надвишава 10 до 15 mg L⁻¹, окислението на желязо(II) до желязо(III) може да доведе до влошаване на качество на виното, поради образуване на утайки. Поради това е необходимо да се определя съдържанието на желязо във виното при неговото производство.

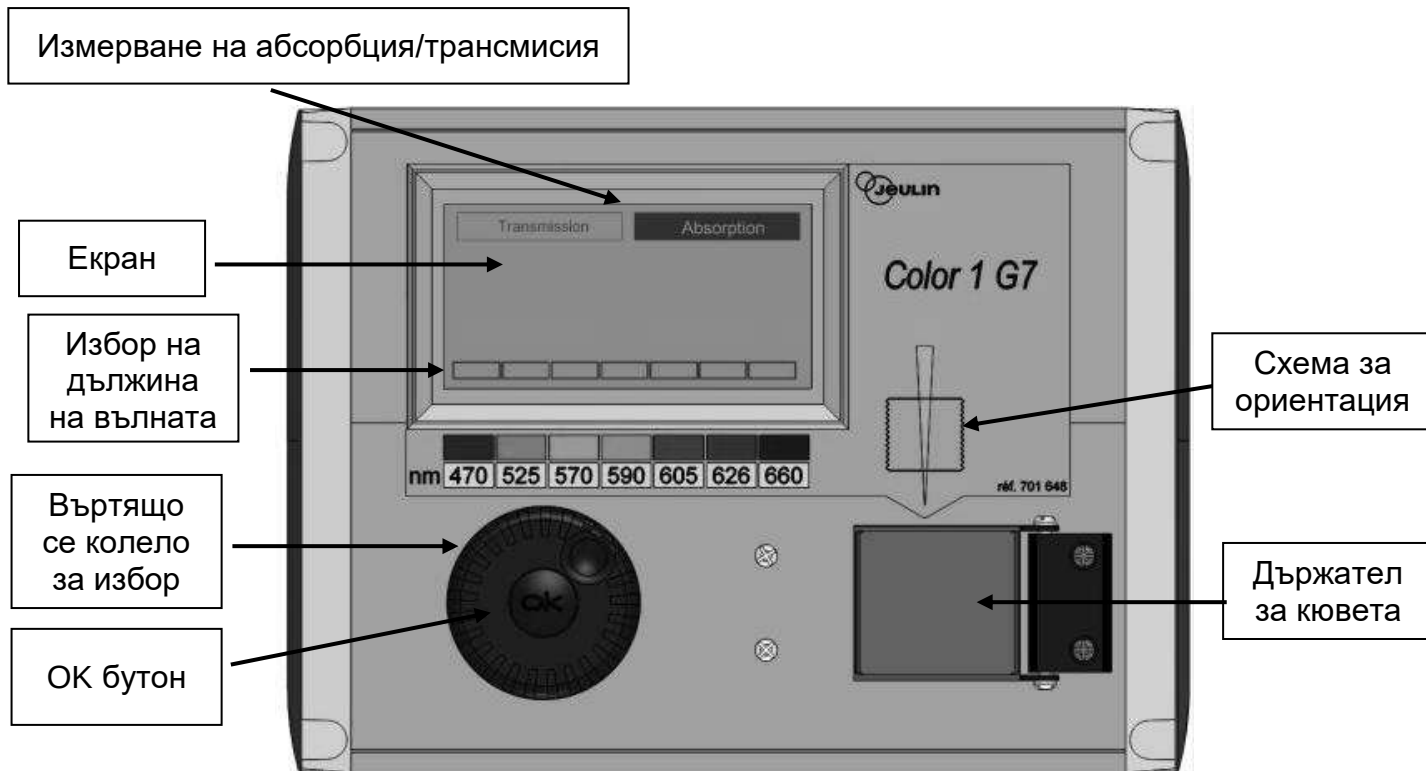
Като се има предвид много ниската концентрация на химичните форми на желязо във виното, за неговото количествено определяне чрез спектрофотометрични измервания може да се използва оцветен комплекс на желязо(III) с лиганди тиоцианатни йони SCN⁻.

Вашата задача е да определите спектрофотометрично общата концентрация на желязо в предоставеното ви бяло вино и да определите стехиометрията на тиоцианат - желязо(III) комплекса.

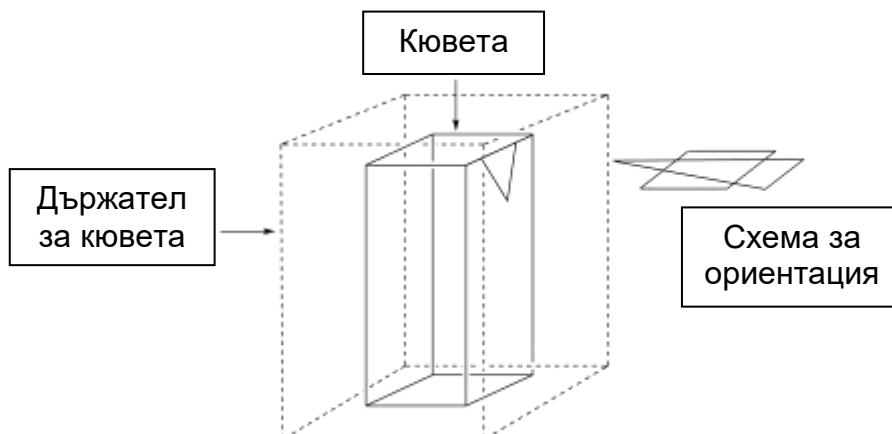
ВНИМАНИЕ

- За тази задача ви се предоставят два разтвора на желязо(III) и два разтвора на potassium thiocyanate с различни концентрации. Бъдете много внимателни, за да не ги объркате.
- Трябва да измерите и запишете абсорбцията на приготвените от вас разтвори за спектрофотометрични измервания не по-късно от един час след добавяне на тиоцианата.
- Когато имате нужда от колориметър, вдигнете вашата карта HELP. Лаборант ще ви даде колориметър с надписан код. Ще разполагате с уреда максимум 15 минути. Лаборантът ще го върне на мястото му веднага, след като приключите измерванията, или след като изтекат вашите 15 минути. Ако няма свободен уред точно в момента, в който искате да измервате, лаборантът ще ви добави към списъка на чакащите.
- Инструкциите за работа с колориметъра са дадени на следващата страница.
- Можете да поискате колориметър за измервания само три пъти за този проблем.

Инструкции за използване на колориметъра



- Включете колориметъра.
- Проверете дали е маркиран надписът “Absorbance”. Ако не, завъртете колелото за избор, докато се появи пунктир около “Absorbance ” и след това натиснете бутона ОК.
- Завъртете колелото за избор, докато се появи пунктир около желаната дължина на вълната (470 nm). Натиснете бутона ОК.
- Напълнете кювета с празната проба, така че течният стълб да има приблизително 3 cm височина, и я поставете в държателя. Като я поставяте, внимавайте да сте избрали правилната ѝ ориентация (погледнете схемата за ориентация на колориметъра, лъчът е в посока на жълтата стрелка, вижте фигурата по-долу). Натиснете кюветата надолу до крайна позиция. Затворете капака.
- Завъртете колелото за избор, докато се появи пунктир около “Absorbance”, и след това натиснете бутона ОК. С помощта на колелото за избор маркирайте “Calibration” и натиснете бутона ОК.
- Изчакайте, докато дисплеят покаже 0.00 (или –0.00).
- Напълнете кювета с анализираната проба, така че течният стълб да има приблизително 3 cm височина, и я поставете в държателя. Затворете капака.
- Отчетете на дисплея измерената абсорбция.



I. Определяне на съдържание на желязо във вино

В тази част ще ви е нужен разтвор на iron(III) с концентрация 0,000200 M и разтвор на potassium thiocyanate с концентрация 1 M.

Процедура

1. **Пригответе** 6 епруетки, като във всяка от тях поставите необходимите обеми от предоставените ви разтвори, както е описано в таблицата по-долу.

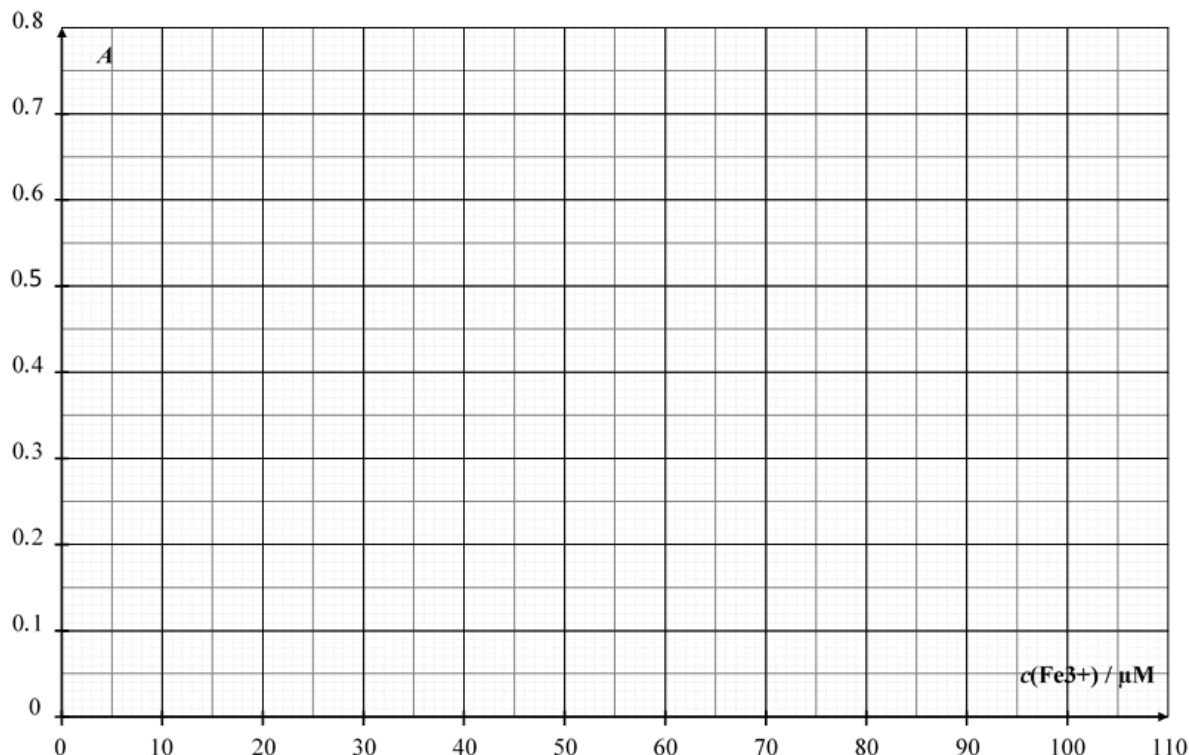
Епруетка #	1	2	3	4	5	6
0.000200 M разтвор на iron(III)	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M разтвор на perchloric acid	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Wine					10.0 mL	10.0 mL
Разтвор на hydrogen peroxide					0.5 mL	0.5 mL
Дейонизирана вода	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Запушете** епруетките и **хомогенизирайте**.
3. **Добавете** 1.0 mL 1 M разтвор на potassium thiocyanate в епруетки 1, 2, 3, 4 и 5. Не добавяйте този разтвор в епруетка 6. **Запушете** епруетките и **хомогенизирайте**.
4. Когато всички епруетки са приготвени, **вдигнете** вашата карта HELP, за да получите от лаборанта колориметър за вашите измервания.
5. **Подгответе** колориметъра за работа, като използвате процедурата, описана по-горе (вж. стр. 16). **Задайте** дължина на вълната 470 nm. **Използвайте** дейонизирана вода за празна проба.
6. **Отчетете** абсорбцията на пробата във всяка епруетка (от 1 до 6) при тази дължина на вълната. **Запишете** резултатите в таблицата по-долу. **Вдигнете** вашата карта HELP, за да върнете колориметъра.

Епруетка #	1	2	3	4	5	6
Абсорбция (при 470 nm)						
Аналитична концентрация на Fe^{3+} в епруетката, $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Код на колориметъра						

Въпроси

1. **Начертайте** графиката на абсорбцията A на пробите в епруветки от **1** до **4** като функция от аналитичната концентрация на Fe^{3+} в съответната проба.



- По-долу в таблицата отбележете с тикче данните, които сте избрали да използвате за калибровъчната линия.

Епруветка #	1	2	3	4
Стойности на абсорбцията, използвани за калибровъчна линия				

2. Като използвате графиката, която вече сте начертали, и данните, които сте избрали, **начертайте** на същата милиметровата хартия калибровъчната права линия. **Определете** аналитичната концентрация (в $\mu\text{mol L}^{-1}$) на Fe^{3+} в пробата в епруветка 5.

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

Ако не сте изчислили $c(\text{Fe}^{3+})$, може да използвате за изчисленията в останалата част на задачата стойността: $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$.

3. **Изчислете** масовата концентрация, в mg L^{-1} , на желязото в изследваното бяло вино.

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

II. Определяне на стехиометрията на комплекса

В тази част ще ви е нужен разтвор на iron(III) с концентрация 0,00200 M и разтвор на potassium thiocyanate с концентрация 0.00200 M.

Процедура

В част I на този проблем използваме цвета на комплекса iron(III)-thiocyanate, за да определим концентрацията на желязото в пробата вино. Част II на този проблем има за цел да изследва стехиометрията на комплекса $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (координацията на водата не е показана), където a и b са цели числа, не по-големи от 3.

За тази част са ви предоставени следните водни разтвори:

- 0.00200 M разтвор на iron(III) (вече подкислен) (80 mL)
- 0.00200 M разтвор на potassium thiocyanate (80 mL)

Имате също така епруветки (със запушалки, които може да измиете и изсушите), градуирани пипети, кювета за спектрофотометър, колориметър (след като го поискате) и всички други лабораторни прибори на вашето място, които смятате, че ще ви бъдат полезни.

1. **Попълнете** първите три реда от следващата таблица със стойности за обеми, които ще ви позволят да определите чрез спектрофотометрични измервания стехиометрията на комплекса. *Не трябва да попълвате всички колони.* **Изчислете** молната част на iron(III) в пробата във всяка епруетка, като използвате следната формула.

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

Епруетка #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Обем на 0.00200 M разтвор на iron(III), $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Обем на 0.00200 M разтвор на potassium thiocyanate, $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Молна част на iron(III), $x(\text{Fe}^{3+})$									
Абсорбция (при 470 nm)									
Код на колориметъра									

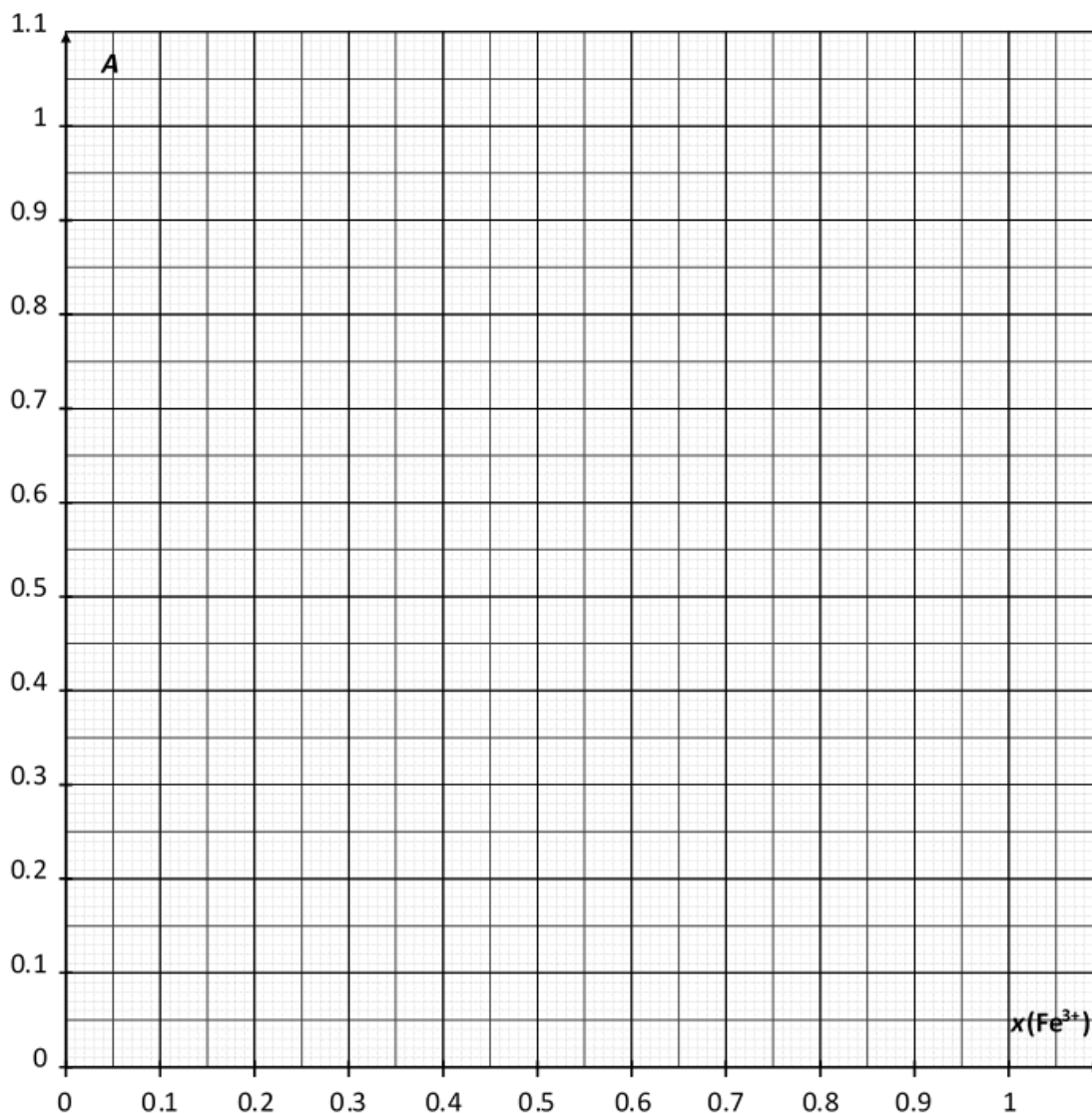
2. **Подгответе** епруетките. Когато всички епруетки са готови, **вдигнете** вашата карта HELP, за да получите колориметъра от лаборанта.

3. **Подгответе** колориметъра, като използвате процедурата, описана по-горе (вж. стр. 16). **Задайте** дължина на вълната 470 nm. **Използвайте** дейонизирана вода за празна проба.

4. **Отчетете** абсорбцията на пробата във всяка епруветка при тази дължина на вълната. **Запишете** резултатите в таблицата по-горе.

Въпроси

4. **Начертайте** графика на абсорбцията A на пробите в епруветките като функция на молната част на iron(III), $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Въз основа на резултатите от проведените експерименти, **определете** стехиометрията на комплекса $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

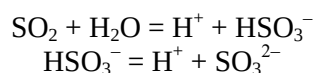
$a =$ _____

$b =$ _____

Задача РЗ	Въпрос	Титруване I	Титруване II	Титруване III	РЗ.1	РЗ.2	РЗ.3	РЗ.4	РЗ.5	Общо
13% от общия брой точки	Точки	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Оценка									

Задача РЗ. Стабилизиране на вино

Серен диоксид, SO_2 , се използва като консервант на виното. Когато SO_2 се добави към виното, той може да реагира с водата, при което се образуват хидрогенсулфитни йони, HSO_3^- , и протони, H^+ . Хидрогенсулфитът може се превърне в сулфит, SO_3^{2-} , чрез отделяне на втори протон.



Тези три различни форми на серен диоксид във вода могат да реагират със съединения във виното, като например ацеталдехид, пигменти, захари и др., при което се получават продукти Р. Общата концентрация на серен диоксид е сумата от концентрациите на „свободните“ форми (SO_2 , HSO_3^- и SO_3^{2-}) и Р.

Концентрацията на консерванта се регулира, тъй като сулфитите и серният диоксид могат да бъдат опасни за хората. В ЕС максимално допустимото общо съдържание на серен диоксид е 100 mg L^{-1} за червено вино и 150 mg L^{-1} за бяло вино или розе.

Вашата задача е да определите общата концентрация на серен диоксид на предоставеното ви бяло вино чрез йодометрично титруване.

Процедура

I. Стандартизиране на разтвор на sodium thiosulfate

- Разполагате с проба от чист potassium iodate KIO_3 с приблизителна маса 100 mg. Точната маса е записана на етикета на шишенцето. **Запишете** я в таблицата по-долу.
- Пригответе** 100 mL разтвор на potassium iodate в мерителна колба от 100 mL, като използвате цялата проба от твърд potassium iodate и дейонизирана вода. Този разтвор е означен със символа S.
- В Ерленмайерова колба от 100 mL **поставете**:
 - 20 mL от разтвора S с помощта на мерителна пипета от 20 mL;
 - 5 mL от разтвора на potassium iodide (0.5 M) с помощта на цилиндър от 5 mL;
 - 10 mL от разтвора на sulfuric acid (2.5 M) с помощта на цилиндър от 10 mL.
- Разклатете** ерленмайеровата колба, **покрийте** я с парафилм и я **оставете** в шкафа в продължение най-малко на пет минути.
- Напълнете** бюретата с предоставения ви разтвор на тиосулфат, като използвате бехерова чаша. **Титрувайте** съдържанието на ерленмайеровата колба при постоянно разклащане. Когато течността стане бледо жълта, **добавете** десет капки от разтвор на starch и **продължете да титрувате**, докато разтворът стане безцветен. **Запишете** обема на изразходвания за титруване разтвор V_1 .
- Повторете** процедурата (стъпки 3-5), ако е необходимо.

Маса на potassium iodate (запишете стойността от етикета)	
Анализ n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Възприет обем V_1 / mL	

II. Стандартизиране на разтвор на iodine

1. С мерителна пипета прехвърлете 25 mL от разтвора на iodine, надписан със символа I_2 , в Ерленмайерова колба от 100 mL.
2. Титрувайте съдържанието на ерленмайеровата колба с разтвор на sodium thiosulfate. Когато течността стане бледо жълта, добавете десет капки от разтвор на starch и продължете да титрувате, докато разтворът стане безцветен. Запишете обема на изразходвания за титруване разтвор V_2 .
3. Повторете (стъпки 1-2), ако е необходимо.

Анализ n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Възприет обем V_2 / mL	

III. Определяне на общото съдържание на серен диоксид

1. С мерителна пипета прехвърлете 50 mL от пробата вино в ерленмайерова колба от 250 mL.
2. Прибавете 12 mL от разтвора на sodium hydroxide (1 M) с помощта на цилиндър от 25 mL. Покрийте колбата с парфилм, разклатете съдържанието в колбата, след което я оставете в продължение най-малко на 20 минути.
3. Прибавете 5 mL от разтвора на sulfuric acid (2.5 M) и около 2 mL от разтвора на starch с помощта на градуирана пластмасова пипета за еднократна употреба.
4. Титрувайте съдържанието на ерленмайеровата колба с разтвора на iodine в бюретата, докато се появи тъмен цвят, който да се запази в продължение на поне 15 секунди. Запишете обема на изразходвания за титруване разтвор V_3 .
5. Повторете процедурата (стъпки 1-4), ако е необходимо.

Анализ n°	V_3 / mL
1	
2	
3	
Възприет обем V_3 / mL	

Въпроси

1. **Запишете** изравнените уравнения на всички реакции, протичащи при стандартизирането на разтвора на sodium thiosulfate.

2. **Изчислете** молната концентрация на разтвора на sodium thiosulfate. Молната маса на potassium iodate е $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Ако не сте изчислили $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, за следващите изчисления в проблема използвайте стойността: $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$.

3. **Изчислете** молната концентрация на разтвора на iodine.

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

Ако не сте изчислили $c(I_2)$, за следващите изчисления в проблема използвайте стойността:
 $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$.

4. **Напишете** уравнението на реакцията между йод I_2 и серен диоксид SO_2 , като приемете, че серният диоксид се окислява до сулфатни йони SO_4^{2-} .

5. **Изчислете** общата масова концентрация, в mg L^{-1} , на серен диоксид във виното. Молната маса на серния диоксид е $M(SO_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Наказателни точки

Инцидент#	Подпис на студента	Подпис на лаборанта
1 (без наказателни точки)		
2		
3		
4		
5		