

PRAKTILINE VOOR



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

Making science together!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

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

Üldised juhised

- Selles praktilise voo ülesannete vihikus on 27 lehekülge.
- Enne praktilise töö alustamist antakse märguanne „**READ**“. Sul on 15 minutit ülesannete lugemiseks. Sa võid selle aja jooksul ainult **lugeda. Kirjutamine või kalkulaatori kasutamine** on keelatud.
- Alusta tööd alles siis, kui märguanne „**START**“ on antud. Sul on praktilise töö jaoks **5 tundi**.
- Sa võid ülesandeid lahendada vabalt valitud järjekorras, aga **soovitame alustada esimesest ülesandest (P1)**.
- Vastused kirjuta **ainult pastakaga ja ainult selleks ettenähtud kastidesse** ülesannete vihikus. Mujale kirjutatud teksti ei hinnata.
- Mustandipaberina võid kasutada ülesannete vihiku lehtede tagakülgi, kuid pea meeles, et **väljapoole ettenähtud kaste kirjutatut ei hinnata**.
- Ametlik ingliskeelne versioon on saadaval ainult soovi korral ülesannetega tutvumiseks.
- Kui soovid laborist lahkuda (nt tualetti minekuks, söögi- või joogipausiks), siis tõsta vastav kaart. Laboriassistent saadab sind ruumist välja.
- Kõigile võrdsete tingimuste tagamiseks ei ole lubatud kasutada töökohtade kohal olevaid riieid.
- Sa **pead järgima IChO ohutusnõudeid**. Esmakordsel ohutusnõuete eiramisel antakse sulle hoiatus. Järgneval korral sind aga diskvalifitseeritakse ja sinu praktilise töö tulemus tühistatakse.
- Kui ei ole teisiti märgitud, asendatakse kemikaale ja vahendeid karistuseta ainult esimesel korral. Igal järgneval korral võetakse summaarsest 40 praktikumis saadavast punktist maha 1 karistuspunkt.
- Laborijuhendaja annab teada, kui praktikumi lõpuni on jäänud 30 minutit.
- Lõpeta töö koheselt pärast märguannet „**STOP**“. Kui viivitad töö lõpetamisega minuti või rohkem, tühistatakse sinu praktilise töö tulemus.
- Pärast märguannet „**STOP**“ tuleb sinu juurde laborijuhendaja, kes allkirjastab vastustelehed.
- Kui oled ka ise oma allkirja andnud, pane mõlema allkirjaga ülesannete vihik tagasi ümbrikusse ja anna see koos sünteesisaaduse ja TLC-plaatidega üle hindamiseks.

Ohutus ja reeglid laboris

- Laboris pead kandma kinni nõõbitud kitlit ning kinniseid jalalaba täielikult katvaid jalanõusid.
- Kanna alati kaitseprille või enda prille. Ära kanna kontaktläätsi.
- Ära söö ega joo laboris. Ka nätsu närimine on keelatud.
- Tee katseid ainult selleks ettenähtud tööpindadel. Hoia kõikjal puhtust ja korda.
- Omavoliliste katsete tegemine on keelatud. Ära muuda katsete töö käike.
- Ära pipeteeri suuga. Kasuta alati pipetipumpa.
- Kui sul läheb midagi ümber või mõni klaasist ese puruneb, siis korista see kohe nii tööpinnalt kui ka põrandalt.
- Kõik jäägid tuleb käidelda vastavalt juhistele, et vältida saastamist või vigastusi. Ohutud vees lahustunud jäägid võid valada kraanikaussi. Orgaanilised jäägid vala vastavalt tähistatud suletavasse jääkide anumasse.

Füüsikalised konstandid ja valemid

Eelda, et vesilahuses olevate osakeste aktiivsused on võrdsed nende vastavate kontsentratsioonidega mol L^{-1} . Valemite lihtsustamiseks on ära jäetud standardne kontsentratsioon $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$.

Avogadro arv:

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Universaalne gaasikonstant:

$$R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Standardrõhk:

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

Atmosfäärirõhk:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Celsiuse skaala nullpunkt:

$$273,15 \text{ K}$$

Faraday arv:

$$F = 9,649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

Vatt:

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

Kilovatt-tund:

$$1 \text{ kWh} = 3,6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Plancki konstant:

$$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Valguse kiirus vaakumis:

$$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

Elementaarlaeng:

$$e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Elektriline võimsus:

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

Võimsustegur:

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

Planck-Einsteini võrrand:

$$E = hc / \lambda$$

Ideaalgasi olekuvõrrand:

$$pV = nRT$$

Gibbsi vabaenergia:

$$G = H - TS$$

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

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

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

Reaktsioonijagatis Q reaktsiooni

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

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

Henderson–Hasselbalchi võrrand:

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

Nernst–Petersoni võrrand:

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

kus Q on redutseerumise
poolreaktsiooni jagatis

$$T = 298 \text{ K}, \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0,059 \text{ V}$$

Beer–Lamberti seadus:

$$A = \epsilon l c$$

Integreeritud kiirusvõrrandid:

- Nullindat järku:

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

- Esimest järku:

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

- Teist järku:

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

Esimest järku reaktsiooni poolestusaeg:

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

Arvkeskmine molaarmass M_n :

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

Masskeskmine molaarmass M_w :

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

Polüdisperssuse aste I_p :

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

Märkus

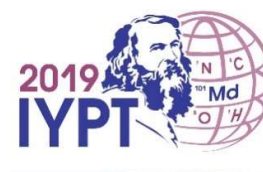
Molaarse kontsentratsiooni ühik on kas “M” või “ mol L^{-1} ”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ } \mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

Periodilisustabel

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

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



GHS ohulausete tähendused

GHS ohulaused (H-laused) kirjeldavad kasutatud kemikaalidega seonduvaid probleeme. Nende tähendused on kirjas allpool.

Füüsilised ohud

H225 Vedelik ja aurud on väga tuleohtlikud.

H226 Vedelik ja aurud on tuleohtlikud.

H228 Tuleohtlik tahkis.

H271 Võib põhjustada tulekahju või plahvatuse; tugev oksüdeerija.

H272 Võib võimendada põlemist; oksüdeerija.

H290 Võib korrodeerida metalle.

Terviseohud

H301 Allaneelamisel mürgine.

H302 Allaneelamisel kahjulik.

H304 Allaneelamisel ja hingamisteedesse sattumisel võib olla surmav.

H311 Nahaga kokkupuutel mürgine.

H312 Kahjulik nahaga kokkupuutumisel.

H314 Põhjustab raskeid nahapõletusi ja silmakahjustust.

H315 Põhjustab nahaärritust.

H317 Võib põhjustada nahaallergiat.

H318 Põhjustab tõsist silmakahjustust.

H319 Põhjustab tõsist silmaärritust.

H331 Sissehingamisel mürgine.

H332 Sissehingamisel kahjulik.

H333 Sissehingamisel võib olla kahjulik.

H334 Võib põhjustada sissehingamisel allergiat, astma sümptomeid või hingamisraskusi.

H335 Võib põhjustada hingamisteede ärritust.

H336 Võib põhjustada uimasust või peapööritust.

H351 Kahtlustatakse kantserogeensust.

H361 Kahtlustatakse viljatuse põhjustamist või loote kahjustamist.

H371 Võib põhjustada elundite kahjustust

H372 Kahjustab pikaajalisel või korduval kokkupuutel elundeid.

H373 Võib põhjustada pikaajalisel või korduval kokkupuutel elundite kahjustust.

Keskkonnaohud

H400 Vee-elustikule väga mürgine.

H402 Vee-elustikule kahjulik

H410 Vee-elustikule väga pikaajalise mõjuga mürk.

H411 Vee-elustikule pikaajalise mõjuga mürk.

H412 Vee-elustikule pikaajaliselt kahjulik.

Kemikaalid**Kõikide ülesannete jaoks**

Kemikaalid	Märgistus	GHS ohulaused
Deioniseeritud vesi: - pesupudel (töölaua) - plastpudel (töölaua) - plastkanistris (tõmbekapis)	Deionized Water	Ohutu
Etanool, pesupudel	Ethanol	H225, H319
Valge veini proov, 300 mL merevaigukollases plastpudel	Wine sample	H225, H319

Ülesande P1 jaoks

Kemikaalid	Märgistus	GHS ohulaused
4-nitrobenzaldehyd, 1,51 g merevaigukollases klaasist viaalis	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluent A, 20 mL klaasist viaalis	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 mL klaasist viaalis	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (kaaliumperoksomonosulfaat), 7,87 g plastpudel	Oxone®	H314
4-nitrobenzaldehydi proov TLC jaoks	TLC standard	H317, H319

Ülesande P2 jaoks

Kemikaalid	Märgistus	GHS ohulaused
1 M kaaliumtiotsüanaadi lahus, 20 mL plastpudel	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M kaaliumtiotsüanaadi lahus, 60 mL plastpudel	KSCN 0.00200 M	Ohutu
1 M perkloorhappe lahus, 10 mL plastpudel	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M raud(III)ioonide lahus, 80 mL plastpudel	Fe(III) 0.00200 M	Ohutu
0,000200 M raud(III)ioonide lahus, 80 mL plastpudel	Fe(III) 0.000200 M	Ohutu
0,3% vesinikperoksiidi lahus, 3 mL merevaigukollases klaaspudel	H₂O₂	Ohutu

Ülesande P3 jaoks

Kemikaalid	Märgistus	GHS ohulaused
0,01 M joodilahus, 200 mL pruunis plastpudel	I₂	H372
0,03 M naatriumtiosulfaadi lahus, 200 mL plastpudel	Na₂S₂O₃	Ohutu
1 M NaOH lahus, 55 mL plastpudel	NaOH	H290, H314
2,5 M väävelhappe lahus, 80 mL plastpudel	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M kaaliumjodiidi lahus, 25 mL plastpudel	KI	H372
Kaaliumjodaat, u 100 mg (täpne kaalutis on kirjas viaalil), klaasist viaalis	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Tärkliselahus, 25 mL plastpudel	Starch	Ohutu

Vahendid
Kõikide ülesannete jaoks

Personaalsed vahendid	Kogus
Pipetipump	1
Kaitseprillid	1
1 L plastpudel orgaaniliste jääkide jaoks, märgisega “Organic waste”	1
Kuivatuspaber	15 lehte
Ebemevabad õhukesed kuivatuslapid	30 lehte
Spaatel (suur)	1
Spaatel (väike)	1
Stopper	1
Harilik pliiats	1
Kustukumm	1
Must pastapliiats	1
Marker klaasi peale kirjutamiseks	1
Joonlaud	1

Ühised vahendid	Kogus
UV-lamp TLC-plaatide visualiseerimiseks	2 labori kohta
Kolorimeeter	5 labori kohta
Kummikindad	Kõik suurused (S, M, L, XL) on saadaval laboriassistendi käest
Jää-ämber	1 labori kohta

Ülesande P1 jaoks

Personaalsed vahendid	Kogus
Statiiv:	1
- muhv ja väike käpp	2
- muhv ja suur käpp	1
Lihviga Erlenmeyeri kolb, 100 mL	1
Lihviga Erlenmeyeri kolb, 50 mL	1
Jahuti	1
Pliit-magnetsegaja	1
Kristallisatsiooninõu	1
Magnetsegajapulk	1
Imikolb	1
Büchneri lehter koos kummitihendiga	1
Suletav plastkott 3 filterpaberiga	1
Petri tass	1
TLC elueerimisnõu märgisega “TLC elution chamber”	1
Võistleja koodiga suletav plastkott 3 TLC-plaadiga (fluorestsentsindikaatoriga)	1
Kapillaarid (Petri tassis)	4
Plastpintsetid	1
Klaaspulk	1
Mõõtesilinder, 25 mL	1
Keeduklaas, 150 mL	2
Plastlehter pulbriliste ainete jaoks	1
Ühekordne plastpipett	2

Korgiga merevaigukollased klaasist viaalid TLC-proovide jaoks, 1,5 mL, tähistega “C” ja “R”	2
Võistleja koodiga merevaigukollane klaasist viaal (korgiga), mis on eelnevalt kaalutud, 10 mL	1
Magnetsegajapulga eemaldaja	1

Ülesande P2 jaoks

Personaalsed vahendid	Kogus
Mahtpipett, 10 mL	1
Mõõtepipett, 10 mL	3
Mõõtepipett, 5 mL	3
Katseklaasistatiiv	1
Katseklaas	15
Kork katseklaasile	7
Kolorimeetri küvett, optilise teepikkusega 1,0 cm	2
Keeduklaas, 100 mL	2
Ühekordne plastpipett	15

Ülesande P3 jaoks

Personaalsed vahendid	Kogus
Statiiv büreti jaoks mõeldud käpaga	1
Bürett, 25 mL	1
Klaaslehter	1
Erlenmeyeri kolb, 100 mL	3
Erlenmeyeri kolb, 250 mL	3
Keeduklaas, 150 mL	1
Keeduklaas, 100 mL	2
Korgiga mõõtekolb, 100 mL	1
Mahtpipett, 50 mL	1
Mahtpipett, 25 mL	1
Mahtpipett, 20 mL	1
Mõõtesilinder, 25 mL	1
Mõõtesilinder, 10 mL	1
Mõõtesilinder, 5 mL	1
Ühekordne plastpipett	3
Parafilm	20 lehte

Problem P1 13% of total	Question	Yield	Purity	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Points	12	12	8	2	3	37
	Score						

Ülesanne P1. Rohelisem nitrobensaldehüüdi oksüdeerimine

Jäätmekäitluse lihtsustamiseks on keemikud viimastel kümnenditel otsinud alternatiive ohtlikele lähteainetele oksüdeerimisprotsessides. Selles ülesandes on oksüdeerijana kasutusel kaaliumperoksomonosulfaat (siin ülesandes Oxone®), millest tekkivad sulfaadid on ohutud ja keskkonnasõbralikud.

Ka töös kasutatavaid lahusteid (vett ja etanooli) peetakse rohelisteks solventideks.

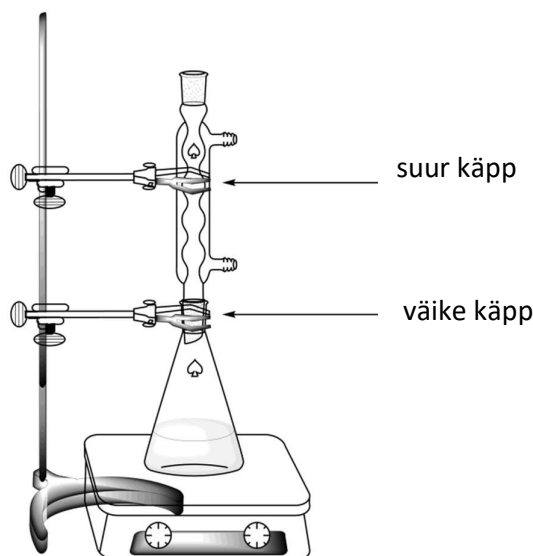
Sinu ülesandeks on oksüdeerida 4-nitrobensaldehüüdi, ümberkristallida saadus, võrrelda TLC-elute ning kontrollida saaduse puhtust TLC-ga.

Märkus: Etanooli ja eluendi jäägid tuleb valada pudelisse tähisega „Organic waste“.

Töö käik

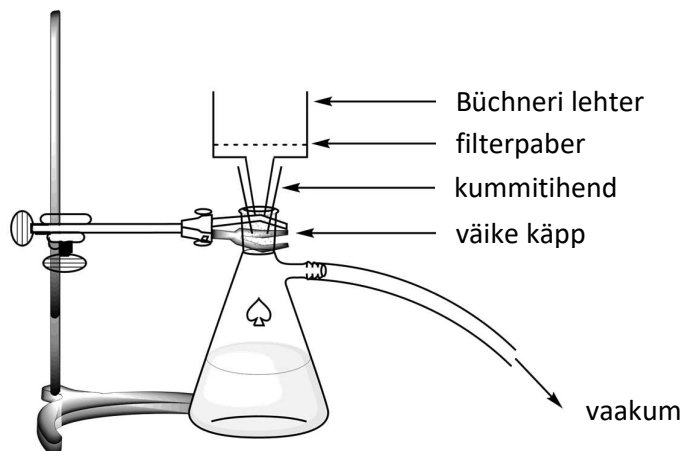
I. 4-nitrobensaldehüüdi oksüdeerimine

- Sega kokku** 20 mL vett ja 5 mL etanooli.
- Aseta** magnetsegajapulk 100 mL lihviga Erlenmeyeri kolbi.
- Kanna** 1,51 g valmis kaalutud 4-nitrobensaldehüüdi Erlenmeyeri kolbi. **Lisa** kogu varasemalt valmistatud vee ja etanooli segu. **Kinnita** Erlenmeyeri kolb käpaga statiivi külge. **Alusta** reaktsioonisegu **segamist** ja **lisa** seejärel 7,87 g valmis kaalutud Oxone®-i.
- Aseta** kolvile jahuti. Selleks lõdvenda natukene suurt käppa ja ühenda omavahel lihvid (vaata joonist 1). **Tõsta üles** oma „HELP“ kaart. Laboriassistent tuleb su juurde, avab veekraani ja paneb tööle pliidi.
- Kuumuta** reaktsioonisegu 45 minutit selliselt, et toimuks mõõdukas tagasijooks (u 1 tilk sekundis). Markerijälg pliidil tähistab mõõdukaks tagasijooksuks vajalikku temperatuuri.



Joonis 1. Seade reaktsioonisegu kuumutamiseks tagasijooksu temperatuuril

6. **Lülita pliit välja.** **Eemalda** pliit ja **jäta** reaktsioonisegu 10 minutiks jahtuma. **Aseta** kolb seeljärel kristallisatsiooninõusse valmistatud jää ja vee segusse. **Jäta** see veel 10 minutiks jahtuma.
7. **Pane** Büchneri lehtrist, filterpaberist ja imikolvist (mis on kinnitatud väikese käpaga õrnalt statiivi külge) **kokku** vaakumfiltrimise seade (vaata joonist 2). **Tõsta üles** oma „HELP“ kaart. Laboriassistent tuleb sinu juurde ja näitab sulle, kuidas ühendada imikolb vaakumpumbaga.



Joonis 2. Vaakumfiltrimise seade

8. **Tee** filterpaber veega **märjaks** ja **kontrolli**, et see kataks kõik Büchneri lehtri avad.
9. **Vala** toorprodukti suspensioon Büchneri lehtrele ja **alusta** vaakumfiltrimist. **Pese** tahkist korralikult deioniseeritud veega (vähemalt 4×20 mL).
10. **Kuivata** sadet filtril 5 minutit. **Ühenda** vaakumpump **lahti**. **Kanna** väikese spaatli otsatäis saadust 1,5 mL merevaigukollasesse klaasist viaali **märgisega** „C“. **Sulge** viaali ja **hoia** see **alles** eksperimenti III. osaks.
11. **Kanna** kogu allesjäänud tahkis 50 mL lihviga Erlenmeyeri kolbi.
12. **Vala** filtraat pudelisse märgisega „Organic waste“ ja **pese** nii imikolbi kui ka Büchneri lehtrit etanooli ja veega. Etanooli jäädgid **vala** pudelisse „Organic waste“.

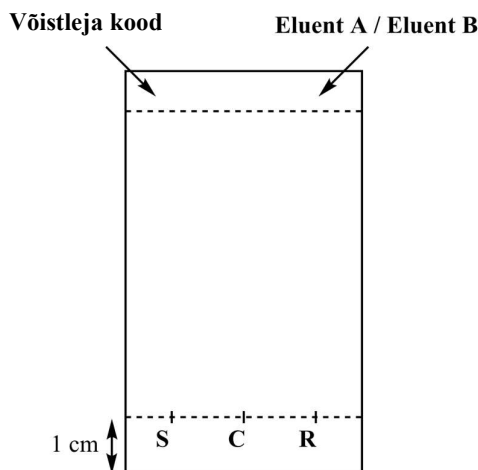
II. Saaduse ümberkristallimine

- Sega kokku** 9 mL vett ja 21 mL etanooli.
- Ümberkristalli** toorprodukt, mis on 50 mL lihviga Erlenmeyeri kolvis, sobiliku koguse valmistatud vee ja etanooli seguga, kasutades sama katseseadet nagu tagasijooksutemperatuuril kuumutamiseks (vaata joonist 1). **Tõsta üles** oma „HELP“ kaart, et laboriassistent keeraks lahti vee ning paneks tööle pliidi. Kui on vaja lisada lahustit, **tee** seda läbi jahuti.
- Kui saadus on kristalliseerunud, **kasuta** tahkise kogumiseks samasugust meetodit nagu eelnevalt kirjeldatud (I.7 kuni I.10). **Kanna** väikese spaatli otsatäis ümberkristallitud saadust 1,5 mL merevaigukollasesse klaasist viaali **märgisega** „R“. **Sulge** viaali ja **hoia** seda TLC-analüüsiks (osa III).

4. **Kanna** puhastatud tahkis eelnevalt kaalutud viaali, millelele on kirjutatud sinu võistleja kood. **Sulge** viaal.
5. **Vala** filtraat pudelisse „Organic waste“ ja **tõsta üles** oma „HELP“ kaart. Laboriassistent tuleb sinu juurde ja keerab veekraani kinni.

III. TLC-analüüs

1. **Valmista ette elueerimisnõu.** **Vala** sinna u 0,5 cm jagu eluenti A. Kata nõu Petri tassiga. **Oota**, kuni nõu küllastub eluendi aurudega.
2. **Tee valmis oma proovid.** Sul on mervaigukollases klaasist viaalis märgisega „TLC standard“ 4-nitrobensaldehüüdi proov (TLC-plaadil tähistatud kui „S“). Eelnevalt hoidsid sa alles oma toorprodukti proovi (viaalis „C“) ja ümberkristallitud saaduse proovi (viaalis „R“). **Lisa** u 1 mL etanooli igasse viaali ja lahusta proovid.
3. **Valmista ette oma TLC-plaat.** **Tõmba** hariliku pliiatsiga ettevaatlikult 1 cm kaugusele plaadi alumisest äärest stardijoon ja **tähista** kolme proovi asukohad (nagu on näidatud joonisel 3): „S“ (lähteaine), „C“ (toorprodukt) ja „R“ (ümberkristallitud saadus). Plaadi ülemisse vasakusse nurka **kirjuta** oma **võistleja kood**. Plaadi ülemisse paremasse nurka **kirjuta**, millist eluenti sa kasutasid (esimesel korral „Eluent A“, teisel korral „Eluent B“). **Kanna** kapillaaridega plaadile kolm proovi.



Joonis 3. TLC-plaadi ettevalmistus

4. **Analüüsi proove TLC-ga.** **Aseta** TLC-plaat pintsettide abil elueerimisnõusse ja **kata** nõu Petri tassiga. **Lõpeta** voolutamist, kui eluendi front **on jõudnud** u 1 cm kaugusele plaadi ülemisest äärest. **Võta** plaat pintsettidega nõust **välja**, märgi sellele hariliku pliiatsiga eluendi front ning jäta plaat seejärel õhu kätte kuivama.
5. **Visualiseeri TLC-plaadil kõik laigud.** **Aseta** TLC-plaat UV-lambi (ühiskasutataval laual) alla ja **tõmba** hariliku pliiatsiga kõigile nähtavatele laikudele **ring ümber**.
6. **Vala eluent pudelisse „Organic waste“.**
7. **Korda** etappe 1, 3, 4, 5 ja 6 eluendiga B.
8. **Aseta** oma plaadid suletatavasse plastkotti, millel on sinu võistleja kood.

Sinu TLC-analüüsi tulemused (**täienda** jooniseid oma tulemustega). TLC-plaatide andmetega täiendatud skeeme võid kasutada järgnevatele küsimustele vastamiseks, kuid jooniseid eraldi ei hinnata.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Ekspérimentaalse vooru lõpus tuleb laborijuhendaja ja korjab ära järgnevad esemed:

- sinu **võistleja koodiga** klaasist viaal, milles on sinu ümberkristallitud saadus;
- sinu **võistleja koodiga** suletud plastkott, milles on TLC-plaadid A ja B.

Submitted items

Recrystallized product ☐

TLC plate A ☐

TLC plate B ☐

Signatures

Student

Lab Supervisor

Küsimused

1. **Joonista** 4-nitrobensaldehüüdi ja Oxone®'i vahelisel reaktsioonil tekkiva orgaanilise lõpp-produkti struktuurivalem.

2. Tuginedes oma TLC-analüüsi tulemustele, **vasta** järgnevatele küsimustele.

- Kumb eluent sobib paremini selle reaktsiooniprotsessi jälgimiseks?

☐ **A** ☐ **B**

- Toorproduktis (C) leidub lisandina 4-nitrobensaldehüüdi.

☐ **Õige** ☐ **Vale**

- Ümberkristallitud saaduses (R) esineb lisandina 4-nitrobensaldehüüdi.

☐ **Õige** ☐ **Vale**

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

Ülesanne P2. Rauasisaldus veinis

Veinis võib sisalduda looduslikku päritolu rauda. Kui selle kontsentratsioon ületab 10–15 mg liitri kohta, võib veini kvaliteet langeda, kuna raud(II)ioonide oksüdeerumisel raud(III)ioonideks tekib sade. Seetõttu on veini tootmisel oluline määrata selle rauasisaldus.

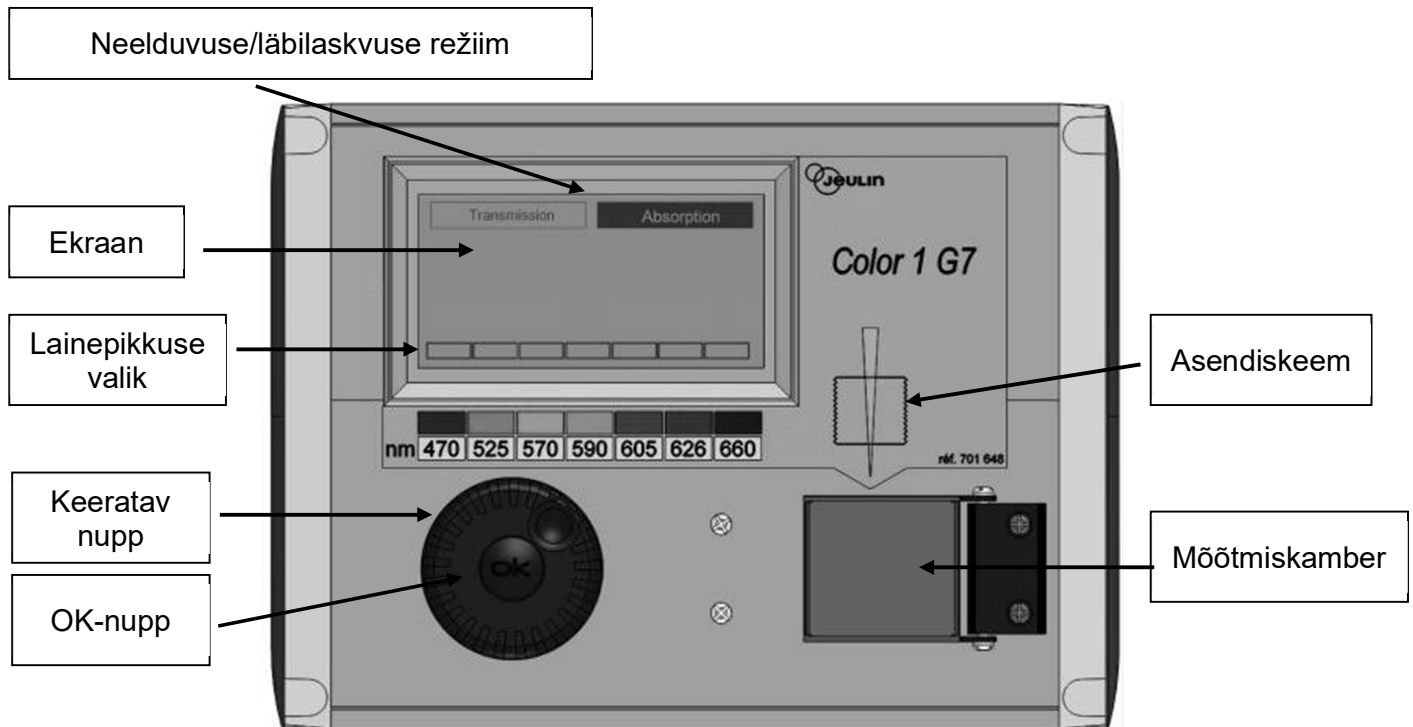
Väga madalate rauasisalduste määramiseks kasutatakse spektrofotomeetrilisi mõõtmisi, kus raud(III)ioon moodustab tiotsüanaadiga SCN^- (ligand) värvilise kompleksühendi.

Sinu ülesandeks on määrata spektrofotomeetriliselt raua kogusisaldus valge veini proovis ja stõhhiomeetria tiotsüanaat–raud(III) kompleksühendis.

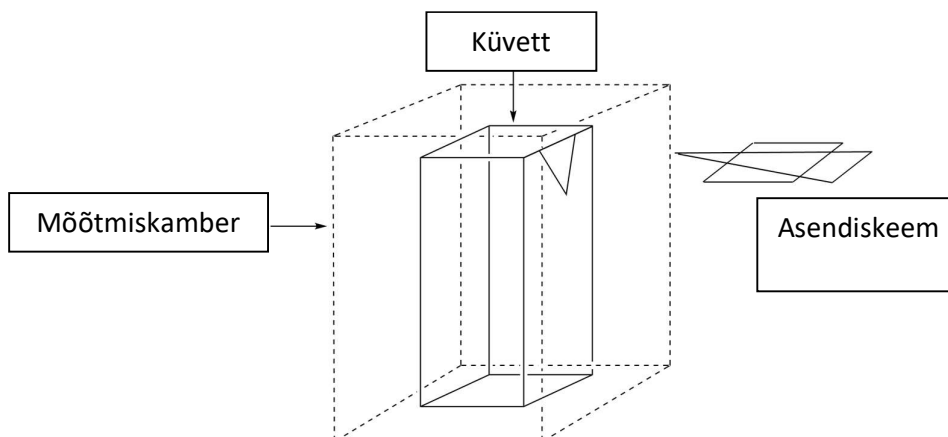
HOIATUS

- Sulle on antud kaks erineva kontsentratsiooniga raud(III)ioone ja kaks erineva kontsentratsiooniga kaaliumtiotsüanaati sisaldavat lahust. Ole väga tähelepanelik, et sa neid segi ei ajaks.
- Valmistatud lahuste neelduvus tuleb mõõta hiljemalt tunni jooksul pärast tiotsüanaadi lisamist.
- Kui sul on vaja kolorimeetrit, tõsta üles oma „HELP“ kaart. Laboriassistent annab sulle märgistatud kolorimeetri. Sul on võimalik kolorimeetrit kasutada 15 minutit. Kui oled lõpetanud või on möödunud 15 minutit, võtab laboriassistent sinult kolorimeetri kohe ära. Kui vaba kolorimeetrit ei ole, lisatakse sind ootejärjekorda.
- Järgneval lehel on toodud kolorimeetri kasutusjuhend.
- Selles töös saad kolorimeetrit kasutada ainult kolm korda.

Kolorimeetri kasutusjuhend



- Lülita kolorimeeter sisse.
- Kontrolli, et „Absorbance“ mõõterežiim on aktiveeritud. Vajadusel reguleeri keeratavat nuppu, kuni sõna „Absorbance“ ümber ilmub katkendlik joon ja vajuta seejärel OK-nuppu.
- Reguleeri keeratavat nuppu, kuni soovitud lainepikkuse (470 nm) ümber ilmub katkendlik joon. Vajuta OK-nuppu.
- Aseta küvett, milles tühiproovi nivoo on u 3 cm kõrgusel, mõõtmiskambris. Jälgi hoolikalt, et küvett oleks kambris õigesti paigutatud (kolorimeetril on asendiskeem, millel kollane nool tähistab kiire suunda, vaata alltoodud joonist), ja suru küvett mõõtmiskambri põhja. Sulge mõõtmiskambri kaas.
- Reguleeri keeratavat nuppu, kuni sõna „Absorbance“ ümber ilmub katkendlik joon ja vajuta seejärel OK-nuppu. Vali keeratava nupu abil mõõterežiim „Calibration“ ja vajuta seejärel OK-nuppu.
- Oota, kuni näit ekraanil on 0.00 (või –0.00).
- Aseta mõõtmiskambris küvett, milles analüüsitava lahuse nivoo on u 3 cm kõrgusel. Sulge mõõtmiskambri kaas.
- Loe neelduvuse väärtus.



I. Veini rauasisalduse määramine

Selles osas läheb sul vaja 0,000200 M raud(III)ioonide lahust ja 1 M kaaliumtiotsüanaadi lahust.

Töö käik

1. **Valmista** 6 katseklaasis lahused, valades neisse kokku järgmises tabelis toodud lahuste kogused.

Katseklaas #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M raud(III)ioonide lahus	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M perkloorhappe lahus	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Vein					10,0 mL	10,0 mL
Vesinikperoksiidi lahus					0,5 mL	0,5 mL
Deioniseeritud vesi	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

2. **Sulge** katseklaasid korgiga ja **sega** lahuseid korralikult.

3. **Lisa** 1,0 mL 1 M kaaliumtiotsüanaadi lahust katseklaasidesse **1, 2, 3, 4** ja **5**. **Ära** lisa seda lahust katseklaasi **6**. **Sulge** katseklaasid ja **sega** lahuseid korralikult.

4. Kui kõik lahused on valmis, **tõsta üles** oma „HELP“ kaart, et laboriassistent tooks sulle kolorimeetri.

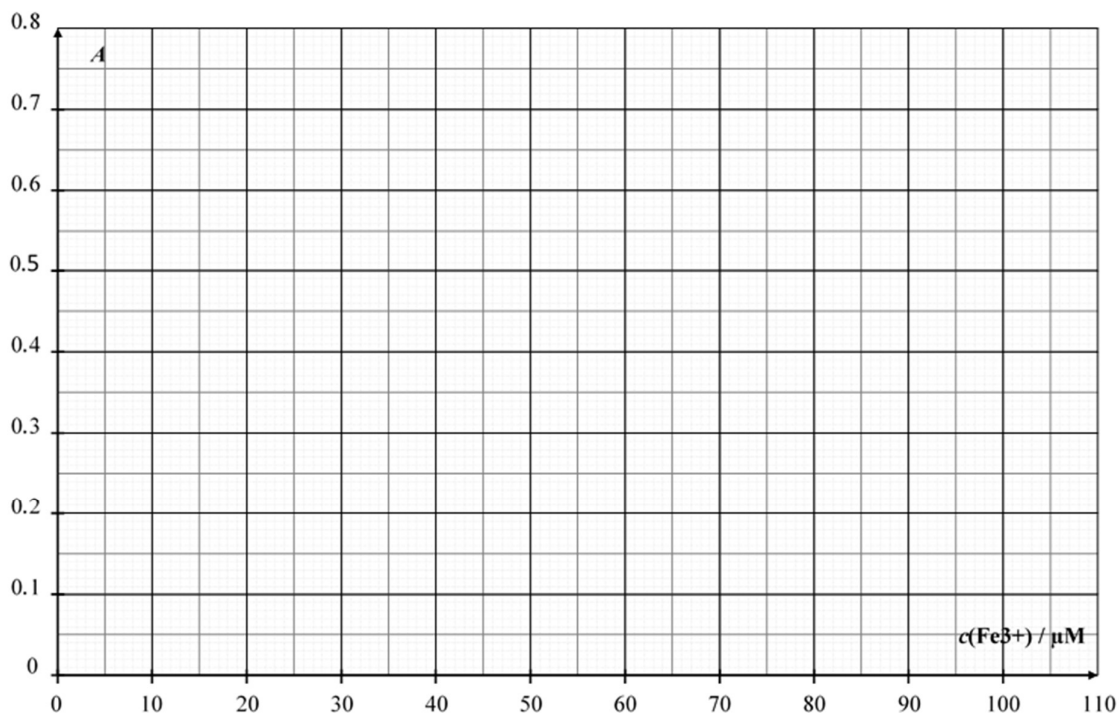
5. **Sea** kolorimeeter **töökorda**, järgides eelnevalt toodud juhendit (vaata lehekülge 16). **Määra** lainepikkuseks 470 nm. **Nulli** kolorimeetri näit tühiprooviga (deioniseeritud vesi).

6. **Mõõda** kõikides katseklaasides (**1** kuni **6**) olevate lahuste neelduvused sellel lainepikkusel. **Kanna** tulemused järgnevasse tabelisse. **Tõsta üles** oma „HELP“ kaart, et tagastada kolorimeeter.

Katseklaas #	1	2	3	4	5	6
Neelduvus (lainepikkusel 470 nm)						
Fe ³⁺ -ioonide analüütiline kontsentratsioon katseklaasis $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Kolorimeetri kood						

Küsimused

1. **Kanna joonisele** katseklaasides **1** kuni **4** olevate lahuste neelduvused A sõltuvalt lahuste Fe^{3+} -ioonide analüütilistest kontsentratsioonidest.



- Märgi järgnevas tabelis ristikesega need katseklaasid, milles olevate lahuste neelduvusi kavatsed kasutada kalibratsioonikõvera koostamiseks.

Katseklaas #	1	2	3	4
Katseklaas, mille lahuse neelduvuse väärtust kavatsed kasutada kalibratsioonikõvera koostamiseks				

2. **Tõmba** eelnevale graafikule kalibratsioonisirge ja **määra** Fe^{3+} -ioonide analüütiline kontsentratsioon ($\mu\text{mol L}^{-1}$) katseklaasis **5**, kasutades selleks eelnevat graafikut ja oma andmeid.

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

Kui sa ei suutnud leida $c(\text{Fe}^{3+})$ väärtust, kasuta edaspidi väärtust $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$.

3. **Arvuta** raua massikontsentratsioon (mg liitris) analüüsitavas valges veinis.

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

II. Kompleksühendi stõhhiomeetria määramine

Selles osas pead sa kasutama 0,00200 M raud(III)ioonide lahust ja 0,00200 M kaaliumtiotsüanaadi lahust.

Töö käik

Ülesande I osas kasutasid veini rauasisalduse määramiseks raud(III)-tiotsüanaadi kompleksühendi värvust. Ülesande II osas uurid $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ kompleksühendi (vett ei ole valemis näidatud) stõhhiomeetria, kus a ja b on 3-st väiksemad täisarvud.

Selleks on sulle antud järgnevad vesilahused:

- 80 mL hapestatud 0,00200 M raud(III)ioonide lahust;
- 80 mL 0,00200 M kaaliumtiotsüanaadi lahust.

Lisaks on sul korkidega katseklaasid (korke võid pesta ja kuivatada), mõõtepipetid, spektrofotomeetri küvetid, kolorimeeter ja kõik ülejäänud laborivahendid, mis on su töökohal ning tunduvad katseks vajalikud.

1. **Täida** järgneva tabeli kolm esimest rida ruumaladega, mis võimaldavad sul määrata spektrofotomeetriliselt kompleksühendi stõhhiomeetria. *Sa ei pea täitma kõiki tulpasid.* **Arvuta** järgneva valemiga igas katseklaasis raud(III)ioonide moolimurd:

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

Katseklaas #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0,00200 M raud(III)ioonide lahuse ruumala $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
0,00200 M kaaliumtiotsüanaadi lahuse ruumala $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Raud(III)ioonide moolimurd $x(\text{Fe}^{3+})$									
Neelduvus (lainepikkusel 470 nm)									
Kolorimeetri kood									

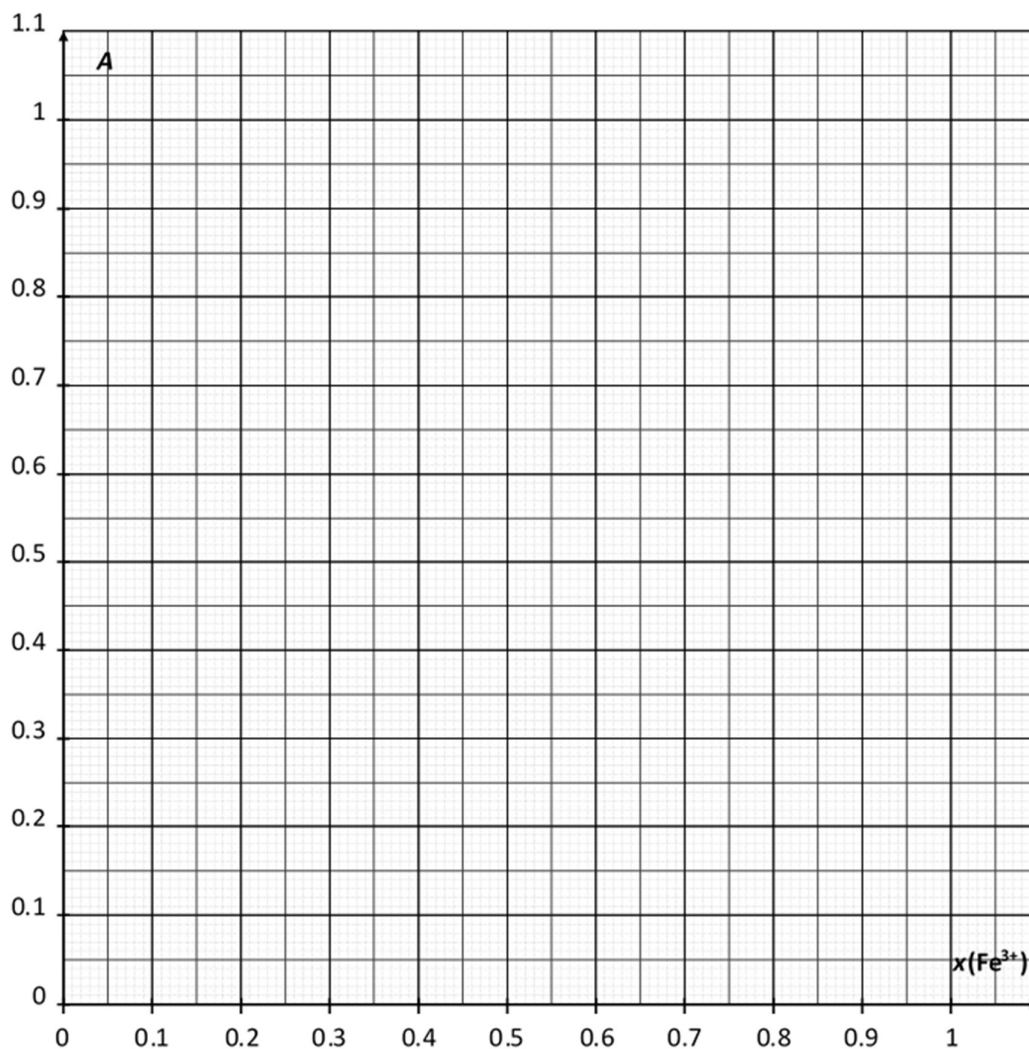
2. **Valmista** katseklaasides lahused. Kui kõik lahused on valmis, **tõsta üles** oma „HELP“ kaart ja laboriassistent annab sulle kolorimeetri.

3. **Sea** kolorimeeter **töökorda**, järgides eelnevalt toodud juhendit (vaata lehekülge 16). **Määra** lainepikkuseks 470 nm. **Nulli** kolorimeetri näit tühiprooviga (deioniseeritud vesi).

4. **Mõõda** kõikides katseklaasides olevate lahuste neelduvused sellel lainepikkusel. **Kanna tulemused** eelnevasse tabelisse.

Küsimused

4. **Kanna joonisele** katseklaasides olevate lahuste neelduvused A sõltuvalt lahuste raud(III)ioonide moolimurrust $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. **Määra** lähtuvalt oma katsete tulemustest kompleksühendi $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ stöhiomeetria.

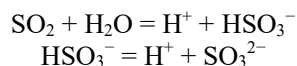
$a =$ _____

$b =$ _____

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									

Ülesanne P3. Veini säilitamine

Vääveldioksiidi (SO_2) kasutatakse veini säilitamiseks. SO_2 lisamisel veinile tekivad vesiniksulfitioonid (HSO_3^-) ja prootonid (H^+). Prootoni loovutamisel tekib vesiniksulfitist sulfitioon (SO_3^{2-}).



Kõik kolm vesilahuses leiduvat erinevat vääveldioksiidi esinemisvormi võivad reageerida veinis sisalduvate ühenditega, nagu atseetaldehüüd, pigmendid, suhkrud jne, andes saaduseid P. Vääveldioksiidi kogusisaldus on „vabade“ esinemisvormide (SO_2 , HSO_3^- ja SO_3^{2-}) ning P summa.

Kuna sulfitid ja vääveldioksiid võivad olla mõnele inimesele kahjuliku toimega, tuleb säilitusaine sisaldust kontrollida. Euroopa Liidus on maksimaalne lubatud vääveldioksiidi kogusisaldus punases veinis 100 mg L^{-1} ja valges või roosas veinis 150 mg L^{-1} .

Sinu ülesandeks on määrata jodomeetrilise tiitrimisega vääveldioksiidi kogusisaldus valges veinis.

Töö käik

I. Naatriumtiosulfaadi lahuse standardiseerimine

- Sul on u 100 mg massiga puhta KIO_3 proov. Täpne kaalutis on kirjas viaalil. **Kirjuta** see alltoodud tabelisse.
- Valmista** kaaliumjodaadi proovist ja deioniseeritud veest 100 mL mõõtekolbi 100 mL kaaliumjodaadi lahust „S”.
- Mõõda** 100 mL Erlenmeyeri kolbi:
 - mahtpipetiga 20 mL lahust „S”;
 - 5 mL mõõtesilindriga 5 mL kaaliumjodiidi lahust (0,5 M);
 - 10 mL mõõtesilindriga 10 mL väävelhappe lahust (2,5 M).
- Sega** Erlenmeyeri kolvis olevat lahust ringjate liigutustega, **sulge** kolb seejärel Parafilmiga ning **hoia** seda vähemalt 5 minutit kapis.
- Täida** bürett sulle antud tiosulfaadi lahusega, kasutades keeduklaasi. **Tiitri** Erlenmeyeri kolvis olevat segu seda pidevalt ringjate liigutustega segades. Kui vedelik muutub kahvatukollaseks, **lisa** 10 tilka tärglase lahust ja **jätka tiitrimist**, kuni lahus muutub värvituks. **Märgi tabelisse** kulunud titrandi ruumala V_1 .
- Vajadusel **korda** etappe 3–5.

Kaaliumjodaadi mass (kirjuta siia viaalil olev väärtus)	
Analüüsi nr	V_1 / mL
1	
2	
3	
Hinnatav väärtus V_1 / mL	

II. Joodilahuse standardiseerimine

1. **Pipeteeri** mahtpipetiga 25 mL joodilahust (märgisega „I₂“) 100 mL Erlenmeyeri kolbi.
2. **Tiitri** Erlenmeyeri kolvis olevat lahust naatriumtiosulfaadi lahusega. Kui tiitritav lahus muutub kahvatukollaseks, **lisa** 10 tilka tärglise lahust ja **jätka tiitrimist**, kuni lahus muutub värvituks. **Märgi tabelisse** kulunud titrandi ruumala V_2 .
3. Vajadusel **korda** etappe 1–2.

Analüüsi nr	V_2 / mL
1	
2	
3	
Hinnatav väärtus V_2 / mL	

III. Vääveldioksiidi kogusisalduse määramine

1. **Pipeteeri** mahtpipetiga 50 mL veini 250 mL Erlenmeyeri kolbi.
2. **Lisa** 25 mL mõõtesilindriga 12 mL naatriumhüdroksiidi lahust (1 M). **Sulge** kolb Parafilmiga, **sega** kolvis olevat lahust ringjate liigutustega ja las sel seejärel seista vähemalt 20 minutit.
3. **Lisa** gradueeritud ühekordsete plastpipettide abil 5 mL väävelhappe lahust (2,5 M) ja u 2 mL tärgliselahust.
4. **Tiitri** Erlenmeyeri kolvis olevat lahust joodilahusega kuni tumeda värvuse tekkimiseni, mis püsib vähemalt 15 sekundit. **Märgi tabelisse** kulunud titrandi ruumala V_3 .
5. Vajadusel **korda** etappe 1–4.

Analüüsi nr	V_3 / mL
1	
2	
3	
Hinnatav väärtus V_3 / mL	

Küsimused

1. **Kirjuta** kõigi naatriumtiosulfaadi lahuse standardiseerimisel toimuvate reaktsioonide tasakaalustatud võrrandid.

2. **Arvuta** naatriumtiosulfaadi lahuse molaarne kontsentratsioon. Kaaliumjodaadi molaarmass on $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Kui sul ei õnnestunud leida $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ väärtust, kasuta edaspidi väärtust $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol L}^{-1}$.

3. **Arvuta** joodilahuse molaarne kontsentratsioon.

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

Kui sul ei õnnestunud leida $c(I_2)$ väärtust, kasuta edaspidi väärtust $c(I_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$.

4. **Kirjuta** joodi (I_2) ja vääveldioksiidi (SO_2) vahelise reaktsiooni võrrand eeldusel, et vääveldioksiid oksüdeeritakse sulfaatiooniks (SO_4^{2-}).

5. **Arvuta** vääveldioksiidi kogusisaldus veinis massikontsentratsioonina (mg liitri kohta). Vääveldioksiidi molaarmass on $M(SO_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

PENALTIES

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