

VERKLEGUR HLUTI



Gerum vísindi saman!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

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

Almennar leiðbeiningar

- Þetta verkefni er 27 blaðsíður að lengd.
- Áður en verklega prófið byrjar er gefin **Read** skipun. Þú færð 15 mínútur til að lesa prófheftið. Þú mátt eingöngu **lesa** meðan á þessum tíma stendur; **þú mátt hvorki skrifa né nota vasareikninn.**
- Þú mátt byrja að vinna um leið og **Start** skipun er gefin. Þá hefur þú **5 klukkustundir** til að ljúka við verkefnið.
- Þú mátt vinna verkefnin í þeirri röð sem þú vilt, en **mælt er með að byrja á verkefni P1.**
- Skrifaðu skýrt allar niðurstöður og öll svör **með penna í viðeigandi svarreiti** í heftinu. Ekki verður farið yfir svör sem skrifuð eru annars staðar.
- Ef þig vantar rissblöð máttu nota bakhliðar prófsins. Mundu þó að **ekki verður farið yfir neitt sem skrifað er utan við viðeigandi svarreiti.**
- Þú getur beðið um að fá að skoða (e. clarification only) **opinberu ensku útgáfuna (The Official English version)** af prófheftinu ef frekari skýringa er þörf.
- Ef þú þarft að yfirgefa tilraunastofuna, (til að nota snyrtinguna, fá þér að drekka eða fá þér snarl) réttu upp viðeigandi spjald. Eftirlitsaðili mun þá koma og fylgja þér.
- Til að gæta jafnræðis keppenda má ekki nota hillur fyrir ofan vinnuborðin.
- Þú verður að **fylgja öryggisreglunum** sem tilteknar eru í reglum IChO. Þú færð aðeins eina viðvörun ef þú brýtur öryggisreglu. Brjótir þú öryggisreglu aftur verður þú að yfirgefa stofuna og færð þá 0 stig fyrir allt verklega prófið.
- Þú færð aðeins einu sinni nýtt efni eða endurbætt áhald án þess að fá refsistig. Við frekari endurbætur verður dregið 1 stig frá í hvert skipti af þínum 40 mögulegu stigum fyrir verklega hlutann.
- Eftirlitsaðili mun tilkynna þegar 30 mínútur eru þar til **Stop** skipun verður gefin.
- Þú verður að hætta að vinna um leið og **Stop** skipunin er gefin. Ef þú hættir ekki að vinna eða skrifa innan einnar mínútu þá færð þú 0 stig fyrir verklega hlutann.
- Eftir **Stop** skipunina mun eftirlitsaðili koma og undirrita svarblaðið þitt.
- Þegar bæði þú og eftirlitsaðili hafði undirritað, settu þá prófheftið í umslag og skilaðu því inn ásamt myndefnunum og TLC-plötunum þínum.

Öryggis- og vinnureglur á tilraunastofu

- Þú verður að vera í slopp og hann þarf að vera hnepptur. Skórnir verða að vera lokaðir.
- Þú verður alltaf að vera með öryggisglæraugu eða sjónglæraugu á þér inni á tilraunastofunni. Þú mátt ekki vera með augnlinsur.
- Þú mátt ekki borða eða drekka á tilraunastofunni. Tyggigúmmi er bannað.
- Þú mátt aðeins vinna á því svæði sem þú færð úthlutað. Gakktu snyrtilega um vinnusvæðið þitt og sameiginlega vinnusvæðið.
- Þú mátt ekki framkvæma aðrar tilraunir en þær sem eru í þessu verklega prófi. Ekki má breyta tilraununum.
- Þú mátt ekki sjúga upp í pípettur með munnum. Aðeins má pípetta með pípettugúmmíbelg.
- Hreinsaðu strax upp það sem hellist niður á vinnuborð eða gólf, og alla glervöru sem brotnar.
- Öllum úrgangi verður að farga á réttan hátt til að koma í veg fyrir mengun og áverka. Vatnslausnum má hella í vaskinn. Lífrænum efnum verður að farga í viðeigandi ílát með loki.

Fastar og formúlur

In these tasks, we assume the activities of all aqueous species to be well approximated by their respective concentration in mol L⁻¹. To further simplify formulae and expressions, the standard concentration $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ is omitted.

Avogadro's constant:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Universal gas constant:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standard pressure:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmospheric pressure:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Zero of the Celsius scale:	273.15 K
Faraday constant:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowatt hour:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Planck constant:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Speed of light in vacuum:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementary charge:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Electrical power:	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency:	$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$
Planck-Einstein relation:	$E = hc / \lambda$
Ideal gas equation:	$pV = nRT$
Gibbs free energy:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$

Reaction quotient Q for a reaction
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$

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

Henderson–Hasselbalch equation:

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

Nernst–Peterson equation:

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

where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction

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

Beer–Lambert law:

$$A = \epsilon lc$$

Rate laws in integrated form:

- Zero order:

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

- First order:

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

- Second order:

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

Half-life for a first order process:

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

Number average molar mass M_n :

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

Mass average molar mass M_w :

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

Polydispersity index I_p :

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

Note

The unit of molar concentration is either “M” or “mol L⁻¹”:

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

Periodic table

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

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



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.

Efni

Fyrir öll verkefni

Efni	Merkt sem	GHS hazard statements
Afjónað vatn í: - Sprautubrúsa (á vinnuborði) - Plastflösku (á vinnuborði) - Plastbrúsa (í loftræstiskáp)	Deionized Water	Not hazardous
Etanól, í sprautubrúsa	Ethanol	H225, H319
Hvítvínssýni, 300 mL í brúnni plastflösku	Wine sample	H225, H319

Fyrir verkefni P1

Efni	Merkt sem	GHS hazard statements
4-nítróbensaldehýð, 1,51 g í brúnu sýnaglas	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
TLC leysir A, 20 mL í sýnaglas	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
TLC leysir B, 20 mL í sýnaglas	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (kalíumperoxómonosúlfat salt), 7,87 g í plastflösku	Oxone [®]	H314
4-nítróbensaldehýð sýni fyrir TLC	TLC standard	H317, H319

Fyrir verkefni P2

Efni	Merkt sem	GHS hazard statements
1 M kalíumbíósýanat lausn, 20 mL í plastflösku	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M kalíumbíósýanat lausn, 60 mL í plastflösku	KSCN 0.00200 M	Not hazardous
1 M perklorósýra, 10 mL í plastflösku	HClO ₄	H290, H315, H319
0,00200 M járn(III) lausn, 80 mL í plastflösku	Fe(III) 0.00200 M	Not hazardous
0,000200 M járn(III) lausn, 80 mL í plastflösku	Fe(III) 0.000200 M	Not hazardous
0,3% vetnisperoxíð lausn, 3 mL í brúnni glerflösku	H ₂ O ₂	Not hazardous

Fyrir verkefni P3

Efni	Merkt sem	GHS hazard statements
0,01 M jodlausn, 200 mL í brúnni glerflösku	I₂	H372
0,03 M natríumbíósúlfat lausn, 200 mL í plastflösku	Na₂S₂O₃	Not hazardous
1 M NaOH lausn, 55 mL í plastflösku	NaOH	H290, H314
2,5 M brennisteinssýra, 80 mL í plastflösku	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M kalíumjodíð lausn, 25 mL í plastflösku	KI	H372
Kalíumjodæt, um 100 mg (nákvæmur massi stendur á glasinu), í sýnaglassi	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Sterkjulausn, 25 mL í plastflösku	Starch	Not hazardous

Áhöld**Fyrir Öll verkefni**

Áhöldin þín	Magn
Pípettubelgur	1
Öryggisglæraugu	1
1 L plastflaska fyrir lífrænan úrgang, merkt „Organic waste“	1
Pappírspurrkur	15 þurrkur
Silkipappír	30 þurrkur
Spatúla (stór)	1
Spatúla (lítil)	1
Skeiðklukka	1
Blýantur	1
Strokleður	1
Svartur kúlupenni	1
Merkipenni fyrir glervöru	1
Reglustika	1

Sameiginleg áhöld	Magn
UV lampi fyrir TLC mælingar	2 í hverri stofu
Ljósgleypnimælir	5 í hverri stofu
Hanskar	Allar stærðir (S, M, L, XL) fæst hjá eftirlitsaðila
Klakabox	1 í hverri stofu

Fyrir verkefni P1

Þín áhöld	Magn
Járnstandur með:	1
- Klemmuhaldara og lítilli klemmu	2
- Klemmuhaldara og stórri klemmu	1
Keilufaska með tengihálsi, 100 mL	1
Keilufaska með tengihálsi, 50 mL	1
Baksvali	1
Hitahræra	1
Flatbotna skál (e. Crystallizing dish)	1
Segull	1
Sogflaska	1
Büchner trekt með gúmmíhring	1
Zip-poki með 3 stykkjum af síupappír	1
Petri diskur	1
TLC bikarglas, merkt „TLC elution chamber“	1
Zip-poki með 3 TLC plötum, merktur nemendakóða	1
TLC spotterar (ofan í Petri disknum)	4
Plasttöng	1
Glerstafur	1
Mæliglas, 25 mL	1
Bikarglas, 150 mL	2
Plasttrekt	1
Einnota plastpípettur	2

Brúnt sýnaglas fyrir TLC sýni, 1,5 mL, með tappa, merkt C og R	2
Forvígtað brúnt sýnaglas, 10 mL, með tappa, merkt með nemakóða	1
Segulveiðari	1

Fyrir verkefni P2

Þín áhöld	Magn
Belgípípetta, 10 mL	1
Kvörðuð mælipípetta, 10 mL	3
Kvörðuð mælipípetta, 5 mL	3
Grind fyrir tilraunaglös	1
Tilraunaglös	15
Tappar í tilraunaglös	7
Kúvettur, með breidd 1,0 cm	2
Bikarglas, 100 mL	2
Einnota plastpípettur	15

Fyrir verkefni P3

Þín áhöld	Magn
Járnstandur með búrettuklemmu	1
Búretta, 25 mL	1
Glertrekt	1
Keilufaska, 100 mL	3
Keilufaska, 250 mL	3
Bikarglas, 150 mL	1
Bikarglas, 100 mL	2
Mælifaska, 100 mL, með tappa	1
Belgípípetta, 50 mL	1
Belgípípetta 25 mL	1
Belgípípetta, 20 mL	1
Mæliglas, 25 mL	1
Mæliglas, 10 mL	1
Mæliglas, 5 mL	1
Einnota plastpípettur	3
Parafilm	20

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

Verkefni P1. Umhverfissvæn oxun á nítrobensaldehýði

Undanfarna áratugi hafa efnafræðingar reynt að finna umhverfissvænni hvarfefni fyrir oxunarferla í þeim tilgangi að minnka skaðlegan úrgang. Í þessu verkefni var valið að nota kalíumperoxómónósúlfat sem oxunarmiðil því að súlfat söltin sem myndast eru hvorki eitruð né mengandi. Hér er þetta efni með nafnið Oxone®. Hvarfið mun jafnframt eiga sér stað í blöndu af vatni og etanóli, en þessir leysar flokkast sem náttúruvænir.

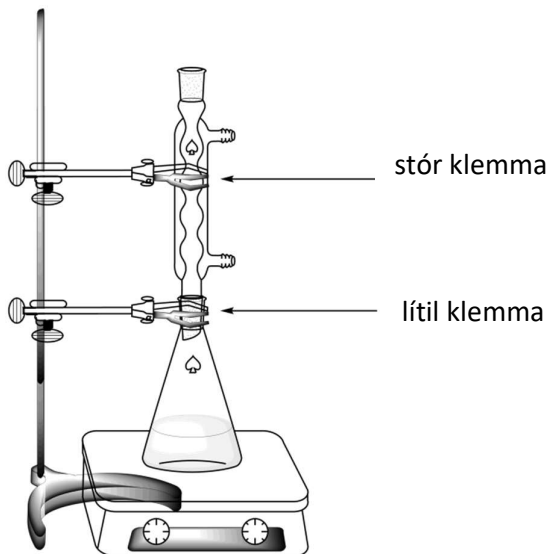
Þitt verkefni er að framkvæma oxun á 4-nítrobensaldehýði, endurkristalla myndefnið, bera saman TLC leysa og kanna hreinleika myndefnisins með TLC greiningu.

Athugaðu: Etanól úrgangi og TLC leysum þarf að fleygja í „Organic waste“ plastflöskuna eftir notkun.

Verklýsing

I. Oxun á 4-nítrobensaldehýði

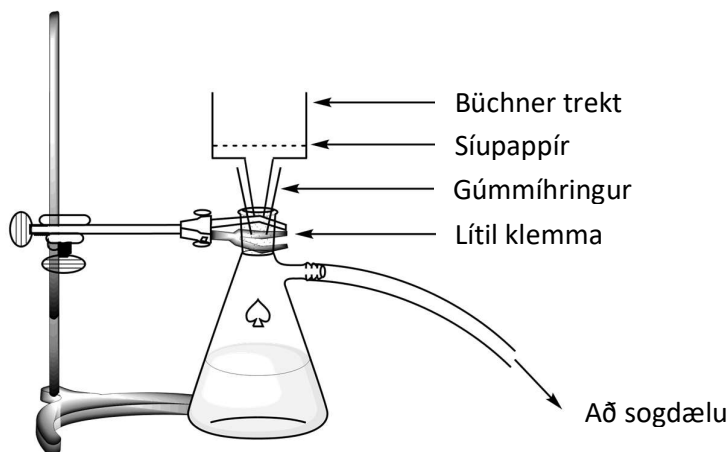
- Blandaðu** saman 20 mL af vatni og 5 mL af etanóli.
- Settu** segulinn í 100 mL keiluflöskuna, þá sem er með **tengihálsinum**.
- Færðu** forvigtaða 1,51 g sýnið af 4-nítrobensaldehýði í keilufloösku. **Bættu við** allri vatn/etanól blöndunni sem þú útbjóst áðan. **Klemmdu** keilufloöskuna við standinn. Byrjaðu að hræra blönduna og **bættu svo við** forvigtaða 7,87 g sýninu af Oxone®.
- Festu** baksvallann (e. reflux condenser) með því að losa litlu klemmuna og stilla tengihálsinn á réttan stað (sjá mynd 1). **Réttu upp** HELP spjalðið og þá mun eftirlitsaðili koma til að skrúfa frá vatninu og stilla hitahræruna.
- Hitaðu** hvarfblönduna og haltu vægri sísuðu (e. gentle reflux) í 45 mínútur (um einn dropi á sek). Merkið á hitastillinum ætti að samsvara þeirri hitastillingu sem nægir fyrir væga sísuðu.



Mynd 1. Uppsetning á baksvalla til að hita hvarfblöndu með sísuðu

6. **Slökktu** svo á hitanum á hitahrærunni. **Fjarlægðu** hitahræruna og **láttu** hvarfblönduna kólna í 10 mínútur. **Færðu** svo flöskuna í ísbað í flatbotna skálinni (e. crystallizing dish) og láttu hana standa þar í aðrar 10 mínútur.

7. **Settu upp** sogsíunarbúnaðinn (sjá mynd 2). Sogflaskan skal vera fest við standinn með lítilli klemmu. Notaðu Büchner trekt og síupappír. **Réttu upp** HELP spjalðið og þá mun eftirlitsaðili koma til að sýna þér hvernig á að tengja sogflöskuna við sogdæluna.



Mynd 2. Uppsetning sogsíunarbúnaðar

8. **Bleyttu** síupappírinn með vatni og **gættu** þess að hann hylji öll götin í Büchner trektinni.
9. **Helltu** myndefnablöndunni þinni í Büchner trektina og **settu** sogið á. **Þvoðu** fasta efnið vel með afjönuðu vatni (að minnsta kosti 4×20 mL).
10. **Hafðu** sogið á botnfallinu í 5 mínútur til að forþurrka myndefnið. **Aftengdu** svo sogdæluna. **Notaðu** litlu spatúluna til að setja örlítið af myndefninu í 1,5 mL brúna sýnaglasíð sem er **merkt C**. **Lokaðu** sýnaglasinu og **geymdu** það fyrir hluta III.
11. **Færðu** afganginn af fasta efninu í 50 mL keiluflösku með tengihálsi.
12. **Fleygðu** síuvökvanum í „Organic waste“ flöskuna og **skolaðu** bæði sogflöskuna og Büchner trektina með etanóli og vatni. Öllu etanóli skal fleygt í „Organic waste“ flöskuna eftir notkun.

II. Endurkristöllun myndefnisins

1. **Blandaðu** saman 9 mL af vatni og 21 mL af etanóli.
2. **Framkvæmdu** endurkristöllun á óhreinsaða myndefninu sem er í 50 mL keiluflöskunni með tengihálsinum. Notaðu hæfilegt magn af þessari vatn/etanól blöndu og sömu uppsetningu á búnaði og var notuð við sísuðuhitunina (sjá mynd 1). **Réttu upp** HELP spjalðið og þá mun eftirlitsaðili koma til að skrífa frá vatninu og stilla hitahræruna. Ef þú þarft að bæta við meiri leysi skaltu **hella** honum gegnum baksvalann ofan frá.
3. Þegar myndefnið hefur kristallast, **fylgdu** þá sömu verklýsingu og áður (I.7 til I.10) til að einangra fasta efnið. **Notaðu** litlu spatúluna til að setja örlítið af endurkristallaða myndefninu í 1,5 mL brúna sýnaglasíð sem er **merkt R**. **Lokaðu** sýnaglasinu og **geymdu** það fyrir hluta III.
4. **Færðu** hreinsaða fasta efnið í forvígtaða sýnaglasíð sem er merkt með nemendakóðanum þínum. **Lokaðu** sýnaglasinu.

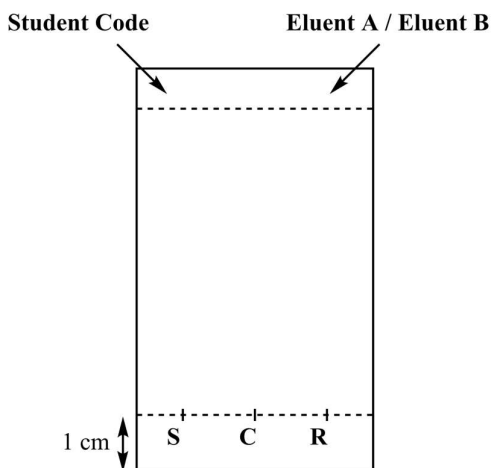
5. **Fleygðu** síuvökvanum í „Organic waste“ flöskuna og **rétu upp** HELP spjaldið. Eftirlitsaðili mun koma til að skrúfa fyrir vatnið inn á baksvalann.

III. TLC greining

1. **Undirbúðu** TLC bikarglasið (e. TLC elution chamber). Helltu um 0,5 cm af TLC leysi A (**Eluent A**) í TLC bikarglasið og hyldu það með Petri disk. Bíddu þar til loftið í bikarglasinu hefur mettast af leysinum.

2. **Útbúðu sýnin þín.** Þú hefur sýni af 4-nítróbensaldehýði í brúnu sýnaglassi sem er merkt **TLC standard** (táknað með **S** á TLC plötunni). Einnig áttu að hafa geymt sýni af óhreinsaða myndefninu þínu (sýnaglas **C**) og endurkristallaða myndefninu þínu (sýnaglas **R**). **Settu** um 1 mL af etanóli í hvert sýnaglas til að leysa upp sýnin.

3. **Útbúðu TLC plötunna. Teiknaðu** gætilega upphafslínu (1 cm frá neðri brún plötunnar), og **merkðu** þær staðsetningar þar sem þú munt spotta sýnin þrjú á plötuna. **Skrifaðu S** (Starting material, upphafsefni), **C** (Crude product, óhreinsað myndefni) og **R** (Recrystallized product, endurkristallað efni) eins og sýnt er á mynd 3. **Skrifaðu nemendakóðann** þinn efst vinstra megin og efst hægra megin skaltu **skrifa** hvaða TLC leysi þú munt nota (fyrst **Eluent A**, svo **Eluent B**). Spottaðu sýnin þrjú á plötuna með hárpípurörum.



Mynd 3. Uppsetning á TLC plötu

4. **Framkvæmdu TLC greiningu.** Notaðu plasttöngina til að **setja** TLC plötuna í TLC bikarglasið og **hyldu** það svo með Petri disk. **Bíddu** þar til leysirinn nær um 1 cm frá efri brún plötunnar. **Fjarlægðu** plötuna með plasttönginni og teiknaðu með blýanti hversu hátt TLC leysirinn fór. Láttu svo plötuna þorna.

5. **Skóðu TLC plötuna. Settu** hana undir UV lampann sem er á sameiginlega borðinu. **Dragðu** hring, með blýanti, um alla sýnilega bletti.

6. **Fleygðu leysinum í „Organic waste“ flöskuna.**

7. **Endurtaktu** skref 1, 3, 4, 5 og 6 með TLC leysi B (**Eluent B**).

8. **Settu** TLC plötuna þína í zip-pokann sem merktur er með nemendakóðanum þínum.

Niðurstöður TLC greiningar (þú mátt **fylla út** myndirnar hér að neðan með þínum niðurstöðum). Teikningin gæti gagnast til að svara spurningum á næstu blaðsíðu. Það sem þú teiknar hér á myndirnar gefur ekki stig.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Þegar tilrauninni er lokið mun eftirlitsaðili taka eftirfarandi hluti:

- Sýnaglasíð sem er merkt **nemendakóðanum** þínum og inniheldur endurkristallaða myndefnið;
- TLC plötur A og B í zip-pokanum sem er merktur **nemendakóðanum** þínum.

Afhentir hlutir

Endurkristallað myndefni ☐

TLC plata A ☐

TLC plata B ☐

Undirskriftir

Nemandi

Eftirlitsaðili

Spurningar

1. **Teiknaðu** efnabyggingu lífræna lokamyndefnisins úr hvarfi 4-nítróbensaldehýðs og Oxone®.

2. Byggðu á niðurstöðum þínum úr TLC greiningunni þegar þú **svarar** eftirfarandi spurningum.

- Hvor TLC leysirinn hentar betur til að fylgja eftir gangi þessa efnahvarfs?

☐ **A**☐ **B**

- Óhreinsaða myndefnið (C) inniheldur leifar af 4-nítróbensaldehýði.

☐ **Rétt**☐ **Rangt**

- Endurkristallaða myndefnið (R) inniheldur leifar af 4-nítróbensaldehýði.

☐ **Rétt**☐ **Rangt**

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									

Verkefni P2. Járn í víni

Járn er frumefni sem finnst náttúrulega í víni. Þegar styrkur þess fer yfir 10 til 15 mg á lítra geta gæði vínsins minnkað vegna oxunar á járn(II) yfir í járn(III), en þá getur myndast botnfall. Vegna þessa er mikilvægt að meta magn járn í víni meðan á framleiðslu þess stendur.

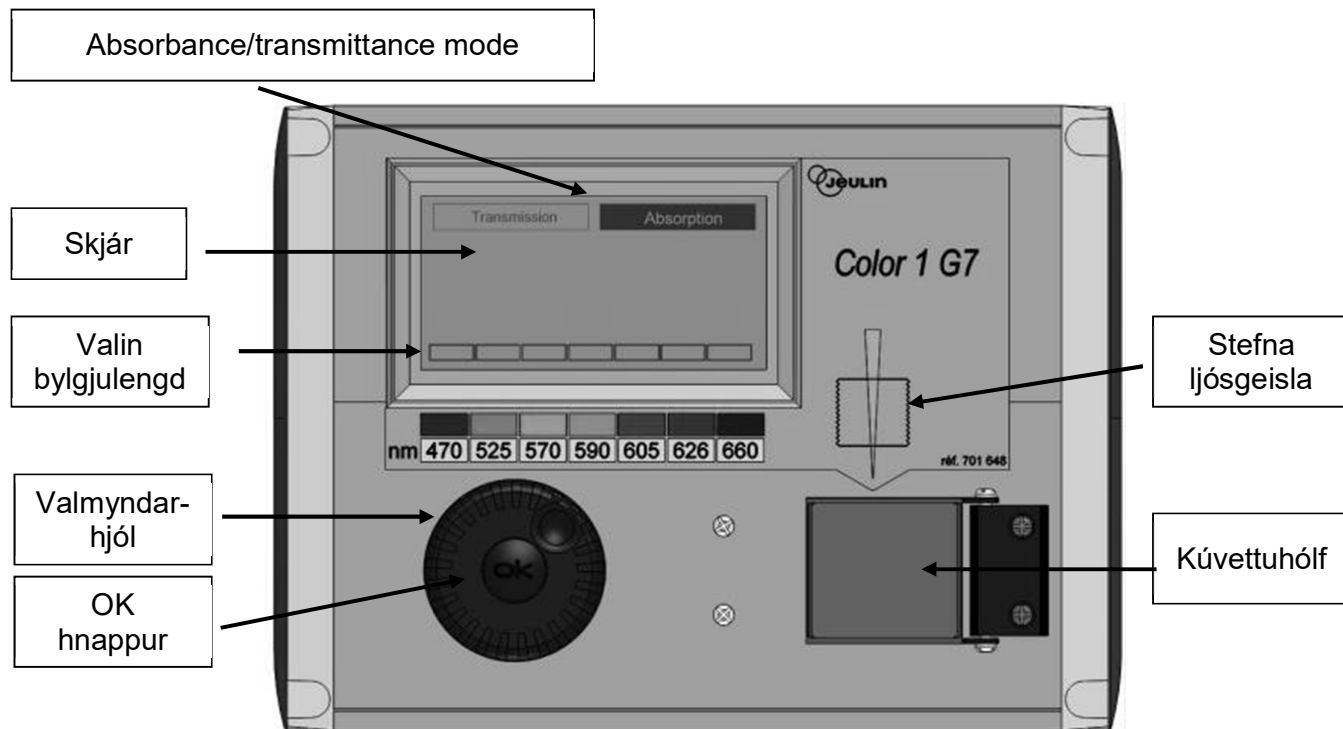
Vegna hins lága styrks járnjóna er notast við ljósgleypnimælingu til magngreiningar á járn í víni. Þá er járn(III) fyrst látið tengjast þíósýanati, SCN^- , til að mynda litaðan komplex.

Þitt verkefni er að ákvarða heildarjárnstyrk í hvítvíni með því að nota ljósgleypnimælingar. Svo munt þú ákvarða efnaformúlu járn(III) – þíósýanat komplex.

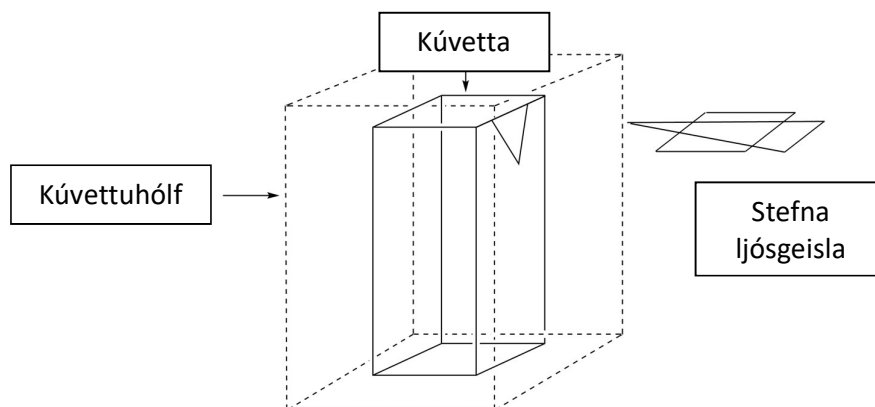
ATHUGIÐ

- Í þessu verkefni fáið þið tvær járn(III) lausnir með ólíka styrki og tvær kalíumþíósýanat lausnir með ólíka styrki. Passið ykkur að rugla þeim ekki saman.
- Þegar lausnir eru tilbúnar fyrir mælingar í ljósgleypnimælinum þarf að mæla gleypnina innan klukkutíma eftir að þíósýanati var bætt út í.
- Þegar þú þarft að nota ljósgleypnimælinn skaltu lyfta upp HELP spjaldinu þínu. Eftirlitsaðili mun þá afhenda þér númeraðan ljósgleypnimæli. Þú einn hefur aðgang að þessum ljósgleypnimæli í allt að 15 mínútur. Eftirlitsaðili mun sækja mælinn um leið og þú hefur lokið við að nota hann eða þegar 15 mínúturnar eru liðnar. Ef enginn ljósgleypnimælir er laus þegar þú óskar eftir honum verður þú skráður á biðlista og færð mæli þegar hann losnar.
- Leiðbeiningar fyrir ljósgleypnimælinn eru á næstu blaðsíðu.
- Þú mátt biðja um ljósgleypnimæli samtals þrisvar fyrir allt verkefnið.

Leiðbeinigar fyrir notkun á ljósgleypnimæli



- Settu ljósgleypnimælinn í samband.
- Athugaðu hvort „Absorbance“ sé valið. Ef ekki, snúðu valmyndarhjólinu þar til brotalínan birtist utan um „Absorbance“ og smelltu á OK hnappinn.
- Snúðu valmyndarhjólinu þar til brotalínan birtist utan um þá bylgjulengd sem nota skal (470 nm). Smelltu þá á OK hnappinn.
- Fylltu kúvettu með blanki þannig að yfirborð vökvans sé í um 3 cm hæð í kúvettunni og komdu henni fyrir í kúvettuhólfinu. Passaðu að snúa kúvettunni rétt (skoðaðu stefnu ljósgeislans á ljósgleypnimælinum, ljósgeislinn er í stefnu gulu örvarinnar, sjá mynd að neðan), og ýttu kúvettunni niður í lokastöðuna. Lokaðu hlífinni.
- Snúðu valmyndarhjólinu þar til brotalínan birtist um „Absorbance“ og smelltu þá á OK hnappinn. Notaðu valmyndarhjólið til að stilla á „Calibration“ og smelltu þá á OK hnappinn.
- Bíddu þar til á skjánum birtist 0,00 (eða -0,00).
- Fylltu kúvettuna með mælilausn þannig að yfirborð vökvans sé í um 3 cm hæð og komdu henni fyrir í kúvettuhólfinu. Lokaðu hlífinni.
- Lestu af gleypnina.



I. Ákvörðun á járninnihaldi víns

Í þessu verkefni þarftu að nota 0,000200 M járn(III) lausnina og 1 M kalíumbíósýanat lausnina.

Verklýsing

1. **Útbúðu** 6 lausnir í tilraunaglös með því að blanda í hvert glas gefnu rúmmáli af tilbúnum lausnum, eins og sýnt er í töflunni hér að neðan.

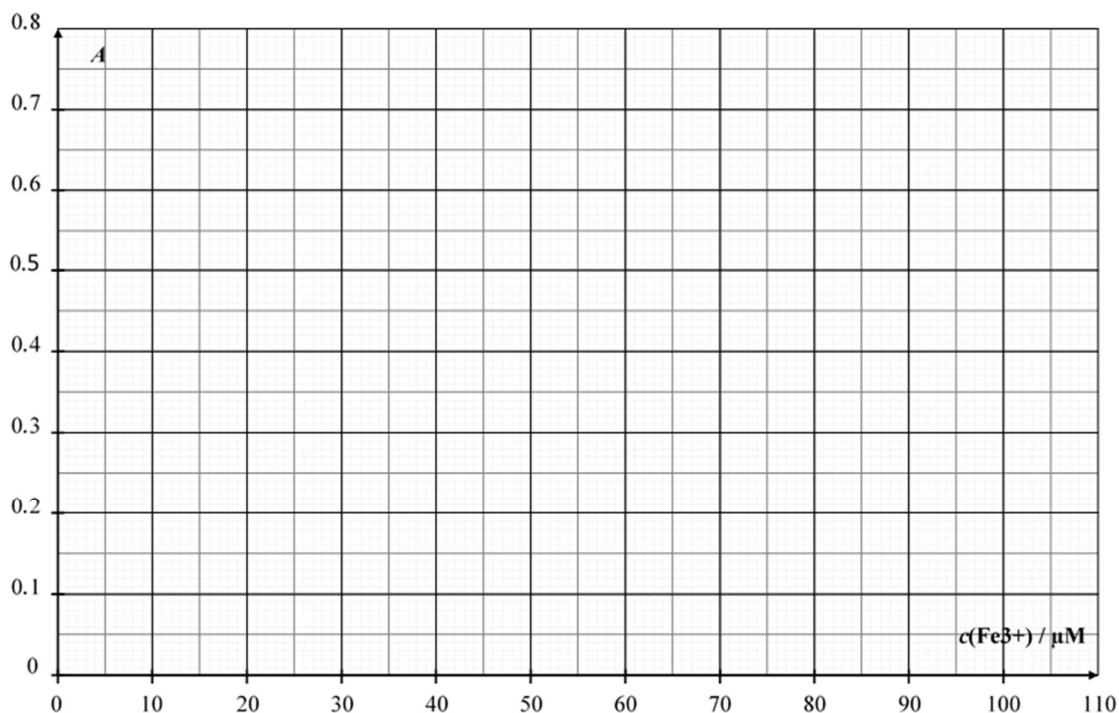
Tilraunaglas númer	1	2	3	4	5	6
0,000200 M járn(III) lausn	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M perklorísýra	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Vín					10,0 mL	10,0 mL
Vetnisperoxíð lausn					0,5 mL	0,5 mL
Afjónað vatn	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

- Settu tappa** í glösin og **gerðu lausnirnar einsleitar** (e. homogenize).
- Bættu** 1,0 mL af 1 M kalíumbíósýanat lausn í tilraunaglös **1, 2, 3, 4** og **5**. **Ekki** bæta þessari lausn í tilraunaglas **6**. **Settu tappa** í glösin og gerðu lausnirnar **einsleitar**.
- Þegar allar lausnirnar eru tilbúnar skaltu **rétta upp** HELP spjalðið þitt til að fá ljósgleypnimæli hjá eftirlitsaðila.
- Settu upp** ljósgleypnimælinn á sama hátt og áður var lýst (sjá blaðsíðu 16). **Stilltu** bylgjulengdina á 470 nm. **Notaðu** afjónað vatn sem blank.
- Skráðu hjá þér** gleypni hvernar lausnar (**1 til 6**) úr tilraunaglösunum **1 til 6** við þessa bylgjulengd. **Skráðu** niðurstöðurnar í töfluna hér að neðan. **Rétu upp** HELP spjalðið þitt til að skila ljósgleypnimælinum.

Lausn númer	1	2	3	4	5	6
Gleypni (við 470 nm)						
Styrkur Fe^{3+} í tilraunaglasi, $c(\text{Fe}^{3+})$ [μM]	16	32	64	96		
Númer ljósgleypnimælis						

Spurningar

1. **Teiknaðu** inn mælipunkta fyrir gleypni, A , lausna **1** til **4** sem fall af styrk Fe^{3+} .



- Settu kross við þær gleypnimælingar þú kýst að nota við gerð staðalkúrfu.

Lausnar númer	1	2	3	4
Ég nota gleypnimælingu þessarar lausnar við gerð staðalkúrfu				

2. Teiknaðu staðalkúrfu inn á grafið hér að ofan. Staðalkúrfan á að vera bein lína gegnum mæligildin sem þú valdir. **Ákvarðaðu** styrk Fe^{3+} (í $\mu\text{mol L}^{-1}$) í tilraunaglassi **5**.

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

Ef þú gast ekki reiknað $c(\text{Fe}^{3+})$ máttu nota gildið $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ það sem eftir er af þessu verkefni.

3. **Reiknaðu** massastyrk járns í hvítvíninu, í mg á lítra.

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

II. Ákvörðun á efnaformúlu komplex

Í þessum lið þarftu 0,00200 M járn(III) lausnina og 0,00200 M kalíumþíósýanat lausnina.

Verklýsing

Í hluta I í þessu verkefni notuðum við lit járn(III)-þíósýanat komplex til að ákvarða styrk járn í vínsýni. Hluti II snýst um að ákvarða efnaformúlu þessa komplex, $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (vatnstenglar eru ekki sýndir), þar sem a og b eru heiltölur og hvorug er stærri en 3.

Þú hefur eftirfarandi vatnslausnir:

- 0,00200 M járn(III) lausn (nú þegar sýrð) (80 mL)
- 0,00200 M kalíumþíósýanat lausn (80 mL)

Einnig hefur þú tilraunaglös (með töppum sem þú getur þvegið og þurrkað), kvarðaðar pípettur, kúvettur fyrir ljósgleypnimælingar, ljósgleypnimæla (ef beðið er um) og allt annað á þinni vinnustöð sem þú telur hjálplegt.

1. **Fylltu út í** fyrstu þrjár línurnar í töflunni hér að neðan með rúmmálum sem gera þér kleift að ákvarða efnaformúlu komplexins með ljósgleypnimælingum. Þú þarft að fylla út í alla dálkana. **Reiknaðu** mólhlutfall járn(III) í hverju tilraunaglas. Notaðu eftirfarandi jöfnu til þess:

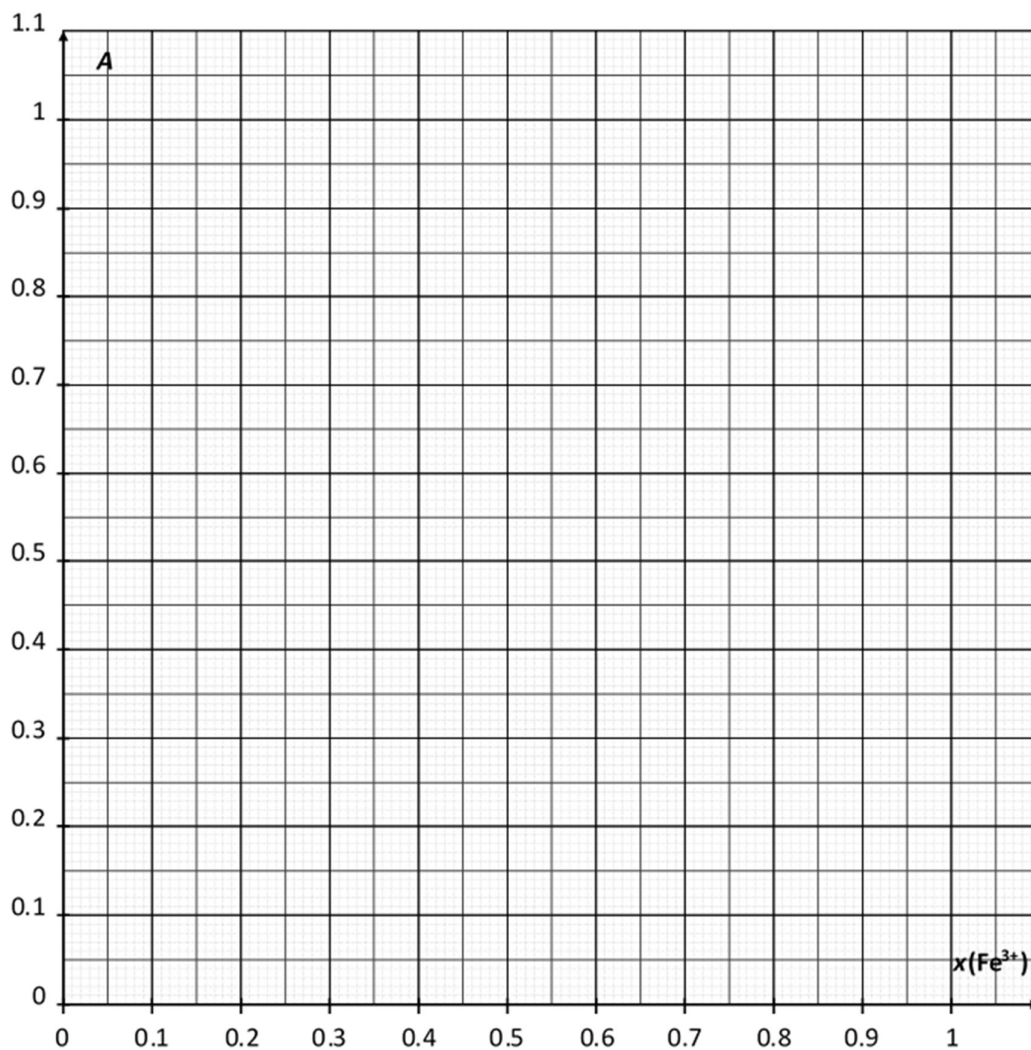
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

Tilraunaglas númer	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Rúmmál 0,00200 M járn(III) lausnar $V_{\text{Fe(III)}} [\text{mL}]$									
Rúmmál 0,00200 M kalíumþíósýanat lausnar $V_{\text{SCN}^-} [\text{mL}]$									
Mólhlutfall járn(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Gleypni (við 470 nm)									
Númer ljósgleypnimælis									

2. **Útbúðu** lausnirnar í tilraunaglösin. Þegar allar lausnirnar eru tilbúnar, **réttu þá upp** HELP spjaldið til þess að fá ljósgleypnimæli frá eftirlitsaðila.
3. **Undirbúðu** ljósgleypnimælinn á sama hátt og áður var lýst (sjá blaðsíðu 16). **Stilltu** bylgjulengdina á 470 nm. **Notaðu** afjónað vatn sem blank.
4. **Skráðu** gleypni hverrar lausnar í töfluna hér að ofan.

Spurningar

5. **Teiknaðu** inn mælipunkta fyrir gleypni lausnanna, A , sem fall af mólhlutfalli járn(III), $x(\text{Fe}^{3+})$.



6. Byggt á þínum niðurstöðum, **ákvarðaðu** stuðla efnaformúlunnar fyrir komplexinn $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

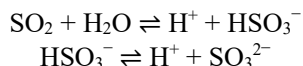
$a =$ _____

$b =$ _____

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									

Verkefni P3. Vín til geymslu

Brennisteinsdíoxíð, SO_2 , er notað sem rotvarnarefni í vín. SO_2 sem er bætt í vín getur hvarfast við vatn og myndað bísúlfít jónir, HSO_3^- , og róteindir, H^+ . Bísúlfít getur svo misst aðra róteind og umbreytt í súlfít, SO_3^{2-}



Þessi þrjú form af brennisteinsdíoxíði geta hvarfast við efni sem eru til staðar í víninu, til dæmis acetaldehýð, litarefni, sykrur og fleira, og myndað myndefni P. Heildarstyrkur brennisteinsdíoxíðs er summa af styrk „frjálsu“ eindanna (SO_2 , HSO_3^- and SO_3^{2-}) og P.

Súlfít og brennisteinsdíoxíð geta verið skaðleg fólki og því eru til reglugerðir um styrk rotvarnarefna. Innan Evrópusambandsins er mesti leyfilegi styrkur brennisteinsdíoxíðs 100 mg L^{-1} fyrir rauðvín og 150 mg L^{-1} fyrir hvítvín og rósavín.

Þitt verkefni er að ákvarða heildarstyrk brennisteinsdíoxíðs í víni með joðtítrun.

Verklýsing

I. Stöðlun á natríumpíósúlfat lausn

- Þú hefur sýni af hreinu kalíumjoðati, KIO_3 , sem er um það bil 100 mg . Nákvæmur massi þess er merktur á glasið. **Skráðu** massann í töfluna hér að neðan.
- Útbúðu** 100 mL af kalíumjoðat lausn í 100 mL mæliflösku, með því að nota allt kalíumjoðat sýnið og afjónað vatn. Þessi lausn er kölluð S.
- Blandaðu** í 100 mL keilufloösku:
 - 20 mL af lausn S, mældri með belgpípettu;
 - 5 mL af kalíumjoðið lausn ($0,5 \text{ M}$), mældri með 5 mL mæliglasi;
 - 10 mL af brennisteinssýru ($2,5 \text{ M}$), mældri með 10 mL mæliglasi.
- Sveiflaðu** keilufloöskunni, **hyldu** hana með Parafilm og **geymdu** hana í að minnsta kosti fimm mínútur.
- Þú hefur tilbúna píósúlfat lausn. **Fylltu** á búrettuna með píósúlfat lausninni, notaðu bikarglas. **Títtraðu** innihald keilufloöskunnar og sveiflaðu keilufloöskunni stöðugt á meðan. Þegar lausnin verður daufgul, bættu þá við tíu dropum af sterkjulausn (Starch) og **haltu áfram að títtra** þar til lausnin verður litlaus. **Skráðu** títrunarrúmmálið V_1 .
- Endurtaktu** skref 3-5 eins oft og þú telur þörf á.

Massi kalíumjoðats (skráðu gildið af merkimiðanum)	
Títrun númer	V_1 [mL]
1	
2	
3	
Pitt gildi á V_1 [mL]	

II. Stöðlun joðlausnar

- Með belgpípettu, færðu 25 mL af joðlausn, merkt **I₂**, í 100 mL keiluflösku.
- Títtraðu innihald keiluflöskunnar með natríumbíósúlfat lausninni. Þegar lausnin verður daufgul, bættu þá við tíu dropum af sterkjulausn og haltu títruninni áfram þar til lausnin verður litlaus. Skráðu hjá þér títrunarrúmmálið V_2 .
- Endurtaktu skref 1-2 eins oft og þú telur þörf á.

Títrun númer	V_2 [mL]
1	
2	
3	
Pitt gildi á V_2 [mL]	

III. Ákvörðun á heildarstyrk brennisteinsdíoxíðs

1. Með belgpípettu, **færðu** 50 mL af víni í 250 mL keiluflösku.
2. **Bættu** 12 mL af 1 M natriumhýdoxíði út í keiluflöskuna, með 25 mL mæliglasi. **Hyldu** flöskuna með Parafilm, **sveiflaðu** svo flöskunni og láttu hana standa í að minnsta kosti 20 mínútur.
3. **Bættu** þá út í lausnina 5 mL af 2,5 M brennisteinssýru og bættu svo við, með einnota plastpípettu, um það bil 2 mL af sterkjulausn.
4. **Títtraðu** innihald keiluflöskunnar með joðlausn úr búrettunni þar til dökkur litur birtist og helst stöðugur í að minnsta kosti 15 sekúndur. **Skráðu hjá þér** títrunarrúmmálið V_3 .
5. **Endurtaktu** skref 1-4 eins oft og þú telur þörf á.

Títrun númer	V_3 [mL]
1	
2	
3	
Þitt gildi á V_3 [mL]	

Spurningar

1. **Skrifaðu** stilltar efnajöfnur fyrir öll þau hvörf sem eiga sér stað við stöðlun natríumbíósúlfat lausnarinnar

2. **Reiknaðu** mólstyrk natríumbíósúlfat lausnarinnar. Mólmassi kalíumjoðats er $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Ef þú gast ekki reiknað $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ máttu nota gildið $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mól L}^{-1}$ það sem eftir er af þessu verkefni.

3. **Reiknaðu** mólstyrk joðlausnarinnar.

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

Ef þú gast ekki reiknað $c(I_2)$ máttu nota gildið $c(I_2) = 0,00700 \text{ mól L}^{-1}$ það sem eftir er af þessu verkefni.

4. **Skrifaðu** efnajöfnu hvarfsins milli joðs, I_2 , og brennisteinsdíoxíðs SO_2 , Gerðu ráð fyrir að brennisteinsdíoxíð oxist í sulfat jónir SO_4^{2-} við hvarfið.

5. **Reiknaðu** heildar-massastyrk brennisteinsdíoxíðs í víni í mg á lítra. Mólmassi brennisteinsdíoxíðs er $M(SO_2) = 64,1 \text{ g mól}^{-1}$.

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

PENALTIES

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