

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ



Making science together!
Создаваме наука заедно!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

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

Општи упатства

- Оваа брошура има 27 страни.
- Пред да почнеш со изработка на експерименталните проблеми, ќе биде дадена наредбата „**Read**“. Имаш 15 минути за читање на проблемите. За ова време смееш само да читаш. **Не смееш да пишуваш, ниту да го користиш калкулаторот.**
- Можеш да почнеш со работа веднаш штом биде даден знак за „**Start**“. Од тој момент имаш на располагање **5 часа** за работа.
- Може да ги работиш проблемите по било кој редослед, но **ти препорачуваме да почнеш со проблем P1.**
- Сите резултати и одговори мора да бидат јасно запишани **со пенкало на соодветно означените места.** Одговорите запишани надвор од овие места нема да се вреднуваат.
- Ако ти е потребна хартија за пишување/решавање на страна, може да ги искористиш задните страни од брошурата. Запомни дека **ништо од она што е напишано надвор од местата предвидени за одговори нема да се оценува.**
- Официјалната англиска верзија од испитот е достапна на твое барање само за појаснување на преводот.
- Ако имаш потреба да ја напуштиш лабораторијата (за тоалет, ужина или пијалок), крени ја соодветната картичка. Лаборантот ќе те придружува.
- Полиците над масите не смеет да се користат за време на практичните проблеми.
- **Мора да се придржуваш до правилата за безбедност** дадени според IChO регулативите. Ако ги прекршиш овие правила ќе добиеш само едно предупредување од лаборантот. Наредно прекршување ќе резултира со дисквалификација и поништување на експерименталниот дел од натпреварот.
- Хемикалиите и инвентарот, доколку не е нагласено поинаку, ќе бидат дополнети или надоместени само при првиот инцидент. Секој следен инцидент се казнува со одземање еден поен од вкупно 40-те предвидени за експерименталниот дел.
- Лаборантот ќе сигнализира 30 минути пред давање на знакот „**Stop**“.
- Мора да прекинеш со работа во истиот момент по давање на знакот „**Stop**“. Ако продолжиш со пишување и по една минута од давањето на командата, ќе биде поништен експерименталниот дел.
- По давање на знакот „**Stop**“, одговорното лице ќе дојде да го потпише тестот со одговори.
- Откако ќе се потпишете ти и одговорното лице, стави ја брошурата во пликот и предади го заедно со продуктот и TLC плочките.

Лабораториски правила и безбедност

- Мора да носиш закопчан мантил. Обувките мора да ги покриваат стапалото и петата.
- Секогаш носи заштитни очила или диоптерски очила додека работиш во лабораторија. Не носи контактни леќи.
- Не консумирај храна и пијалоци во лабораторија. Не цвакај мастика.
- Работи само во определениот простор. Одржувај ги работното место и останатиот простор уредни.
- Не се дозволени неавторизирани експерименти или модификации на експериментите.
- Не пипетирај со уста. Секогаш употребувај пумпица за пипетирање.
- Исчисти ги истурената течност и стакло веднаш, од работната маса и подот.
- Правилно одложи го отпадот за да се спречи контаминација или повреда. Водните раствори може да се фрлат во лавабо. Органскиот отпад мора да се одложи во означениот затворен контейнер.

Физички константи и равенки

Во овие проблеми, сметаме дека активитетите на сите видови во воден раствор може да се апроксимираат со соодветните концентрации во mol L^{-1} . За дополнително поедноставување на формулите и изразите, стандардната концентрација $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ е изоставена.

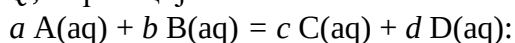
Авогадрова константа:	$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Универзална гасна константа:	$R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Стандарден притисок:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Атмосферски притисок:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Нула во целзиусова скала:	$273,15 \text{ K}$
Фарадеева константа:	$F = 9,649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Ват:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Киловат час:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Планкова константа:	$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Брзина на светлината во вакуум:	$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Елементарен електричен полнеж:	$e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Моќност (електрична):	$P = \Delta E \times I$
Коефициент на полезно дејство:	$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$
Планк-Ајнштајнов израз:	$E = hc/\lambda$
Равенка за состојбата на идеален гас:	$pV = nRT$
Гибсова енергија:	$G = H - TS$

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

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

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

Q , за реакцијата:



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

Хендерсон-Хазелбахова равенка:

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

Нернстова равенка:

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

каде Q , е дадено погоре

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

Ламбер-Беров закон:

$$A = \epsilon l c$$

Интегрален облик на кинетички равенки:

- Нулти ред:

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

- Прв ред:

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

- Втор ред:

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

Полувреме за прв ред:

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

Бројно усреднетата моларна маса M_n :

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

Усреднетата моларна маса по масата M_w :

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

Индекс на полидисперзност I_p :

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

Забелешки

Единица за количествена концентрација е „M“ или „ mol L^{-1} “:

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

Периоден систем на елементите

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 ознаки за безбедност

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

Физички опасности

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.

Опасни по здравјето на човекот

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.

Опасности по околината

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.

Хемикалии

За сите проблеми

Хемикалии	Ознака	GHS ознаки за безбедност
Дејонизирана вода: - Прскалка (на работно место) - Пластично шише (на раб. место) - Пластичен канистер (дигестор)	Deionized Water	Нема опасност
Етанол, во прскалка (на раб. место)	Ethanol	H225, H319
Проба од бело вино, 300 mL in темно пластично шише	Wine sample	H225, H319

For problem P1

Хемикалии	Ознака	GHS ознаки за безбедност
4-нитробензалдехид, 1,51 g во темен стаклен сад	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Елуент А, 20 mL во стаклен сад	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Елуент В, 20 mL во стаклен сад	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Охоне® (калиум пероксомоносулфат), 7,87 g во пластичен сад	Oxone®	H314
Примерок од 4- нитробензалдехид за TLC	TLC standard	H317, H319

За проблем P2

Хемикалии	Ознака	GHS ознаки за безбедност
1 mol/L раствор од калиум тиоцијанат, 20 mL во пластично шише	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 mol/L раствор од калиум тиоцијанат, 60 mL во пластично шише	KSCN 0.00200 M	Нема опасност
1 mol/L раствор од перхлорна киселина, 10 mL во пластично шише	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 mol/L раствор од железо(III), 80 mL во пластично шише	Fe(III) 0.00200 M	Нема опасност
0,000200 mol/L раствор од железо(III), 80 mL во пластично шише	Fe(III) 0.000200 M	Нема опасност
0,3 % раствор од водород пероксид, 3 mL во темно стаклено шише	H₂O₂	Нема опасност

За проблем Р3

Хемикалии	Ознака	GHS ознаки за безбедност
0,01 mol/L раствор од јод, 200 mL во темно стаклено шише	I₂	H372
0,03 mol/L раствор од натриум тио-сулфат, 200 mL во пластично шише	Na₂S₂O₃	Нема опасност
1 mol/L раствор од натриум хидроксид, 55 mL во пластично шише	NaOH	H290, H314
2,5 mol/L раствор од сулфурна киселина, 80 mL во пластично шише	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 mol/L раствор од калиум јодид, 25 mL во пластично шише	KI	H372
Калиум јодат, околу 100 mg (точната маса е запишана на ознаката), во стаклен сад	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Раствор од скроб, 25 mL, во пластично шише	Starch	Нема опасност

Инвентар

За сите проблеми

Личен инвентар	Количина
Пумпица за пипетирање	1
Заштитни очила	1
Пластично шише од 1 L за органски отпад, одбележано со “ Organic waste ”	1
Хартиени крпчиња	15 парчиња
Ливчиња за бришење	30 парчиња
Шпатула (голема)	1
Шпатула (мала)	1
Штоперица	1
Молив	1
Гума	1
Црно пенкало	1
Маркер за пишување на стакло	1
Линијар	1

Заеднички инвентар	Количина
UV ламба за TLC визуелизација	2 во лабораторија
Колориметар	5 во лабораторија
Ракавици	Сите големини (S, M, L, XL) достапни по барање од лаборантот
Кофа со мраз	1 во лабораторија

За проблем P1

Личен инвентар	Количина
Лабораториски статив со:	1
- Муфа со мала клема	2
- Муфа со голема клема	1
Ерленмаер со шлиф, 100 mL	1
Ерленмаер со шлиф, 50 mL	1
Ладило за рефлуксија	1
Магнетна мешалка со загревање	1
Сад за кристализација	1
Тефлонска мешалка	1
Вакуум ерленмаер	1
Бихнерова инка со гумен адаптер	1
Зипер ќесичка со 3 парчиња филтерна хартија	1
Петриева здела	1
Сад за развивање на TLC, одбележан како “ TLC elution chamber ”	1
Зипер ќесичка со 3 TLC плочки (со флуоресцентен индикатор), одбележана со MKD_3	1
Капилари за TLC (во петриевата здела)	4
Пластична пинцета	1
Стаклена прачка	1
Мензура од 25 mL	1
Чаша од 150 mL	2

Пластична инка за префрлање на цврста супстанца	1
Пластични пастерови пипети	2
Жолто-кафеаво стаклени шишенца, за TLC примероци, од 1,5 mL со капаче, одбележани со C и R	2
Претходно извагано стаклено шишенце од 10 mL, со капаче, одбележано со MKD_3	1
Магнетна прачка	1

За проблем P2

Личен инвентар	Количина
Волуметриска (мешеста) пипета, 10 mL	1
Градуирана пипета, 10 mL	3
Градуирана пипета, 5 mL	3
Сталак за епрувети	1
Епрувети	15
Тапи за епрувети	7
Кивета за колориметар, дебелина 1,0 cm	2
Чаша, 100 mL	2
Пластични пастерови пипети	15

За проблем P3

Личен инвентар	Количина
Лабораториски статив со клема за бирета	1
Бирета, 25 mL	1
Стаклена инка	1
Ерленмаер, 100 mL	3
Ерленмаер, 250 mL	3
Чаша, 150 mL	1
Чаша, 100 mL	2
Тиквичка, 100 mL, со капаче	1
Волуметриска пипета, 50 mL	1
Волуметриска пипета, 25 mL	1
Волуметриска пипета, 20 mL	1
Мензура, 25 mL	1
Мензура, 10 mL	1
Мензура, 5 mL	1
Пластични пастерови пипети	3
Парафилм	20 парчиња

Проблем Р1	Прашање	Принос	Чистота	TLC	P1.1	P1.2	Вкупно
13% од вкупно	Поени	12	12	8	2	3	37
	Освоени						

Проблем Р1. „Зелена“ оксидација на нитробензадехид

Последниве децении, хемичарите се обидуваат да ги заменат штетните реагенси во процесите на оксидација со цел да се редуцира третманот на штетниот отпад. Во овој проблем, за оксидационо средство е избран калиум пероксомоносулфат, бидејќи како споредни продукти се добиваат нетоксични сулфатни соли кои не се загадувачи. Тоа го овозможува Oxone®.

Понатаму, реакцијата се изведува во смеса од вода и етанол, кои се класифицираат како „зелени“ растворувачи.

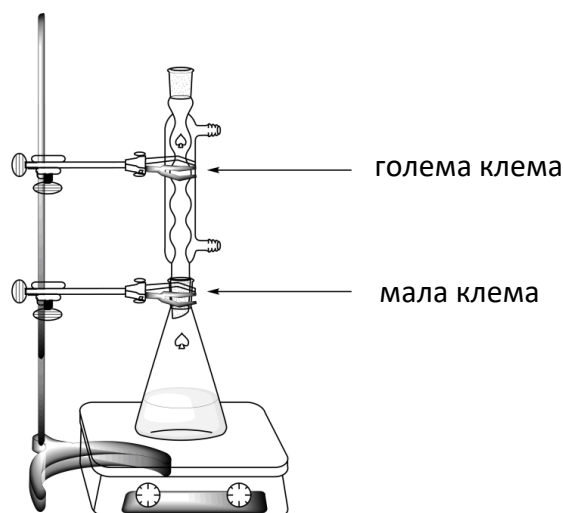
Твоја задача е да изведеш оксидација на 4-нитробензадехид, да го прекристализираш продуктот, да направиш споредба помеѓу мобилните фази (елуенти) за TLC и да ја провериш чистотата на продуктот користејќи TLC.

Забелешка: Отпадот од етанол и мобилната фаза мора да се отстранат во шишето одбележано со “Organic waste”.

Постапка

I. Оксидација на 4-нитробензалдехид

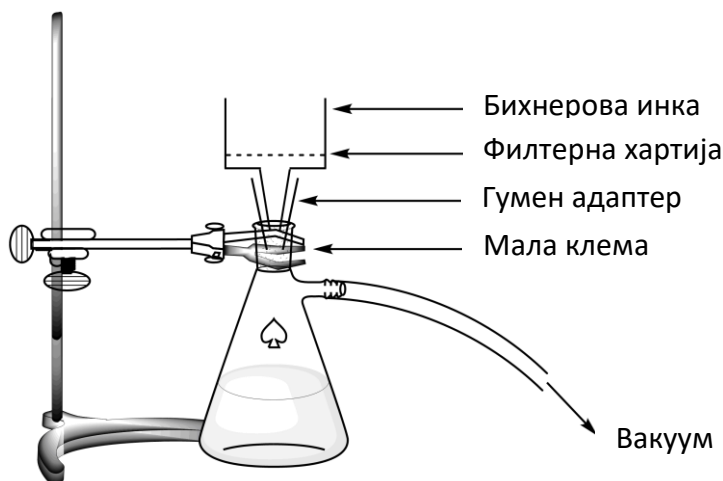
- Направи смеса од** 20 mL вода и 5 mL етанол.
- Внеси го** тефлонското мешалче во ерленамер со **шлиф** од 100 mL.
- Префрли ги** претходно изваганите 1,51 g 4-нитробензалдехид во ерленмаерот. **Додади го** целиот волумен од претходно приготвената смеса вода/етанол. **Прицврсти го** ерленмаерот за стативот. **Вклучи го мешањето**, а потоа **додади ги** претходно изваганите 7,87 g Oxone®.
- Поврзи го** ладилото за рефлуксија за ерленамерот така што ќе ја разлабавиш големата клема и ќе ги поврзеш шлифовите (види на Слика 1). **Крени ја** „HELP“ картичката. Лаборантот ќе дојде да ја пушти водата и да го вклучи загревањето.
- Загревај ја** реакционата смеса при умерена рефлуксија (~ 1 капка во сек.), во текот на 45 минути. Ознаката за греење одговара на моќноста за постигнување умерена рефлуксија.



Слика 1. Апаратура за рефлуксија

6. Потоа **исклучи го** загревањето. **Тргни ја** мешалката на страна и **остави ја** реакционата смеса да се излади во текот на 10 минути. Потоа, ерленмаерот со оладената смеса **стави го** во садот за кристализација во кој има мраз и вода. **Остави го** да стои уште 10 минути.

7. **Постави ја** апаратурата за филтрирање под намален притисок (види Слика 2) употребувајќи бихнерова инка, филтерна хартија и вакуум ерленмаер, кој треба да биде прицврстен за статив со помош на малата клема. **Крени ја** „HELP“ картичката. Лаборантот ќе ти покаже како да го поврзеш вакуумот.



Слика 2. Апаратура за филтрирање под намален притисок

8. **Навлажни ја** филтерната хартија со вода и **провери** дали ги покрива сите дупчиња.

9. **Префрли ја** суспензијата со суровиот продукт во бихнеровата инка и **вклучи го** вакуумот. Темелно **промивај го** цврстиот продукт со дејонизирана вода (најмалку 4×20 mL).

10. **Остави го** талогот да се суши на вакуум уште 5 минути. **Исклучи го** вакуумот. Со малата шпатула префрли малку од супстанцата во жолто-кафеавото стакленото шишенце од 1,5 mL, **означено со С**. **Затвори го** шишенцето и **чувај го** за делот III.

11. **Префрли ја** преостанатата цврста супстанца во ерленмаер со шлиф од 50 mL.

12. **Отстрани го** филтратот во шишето означено со “Organic waste” и **измиј ги** вакуум ерленмаерот и бихнеровата инка со етанол и вода. **Користи го** шишето “Organic waste” за да го отстраниш и овој отпад.

II. Прекристализација на продуктот

1. **Направи смеса од** 9 mL вода и 21 mL етанол.

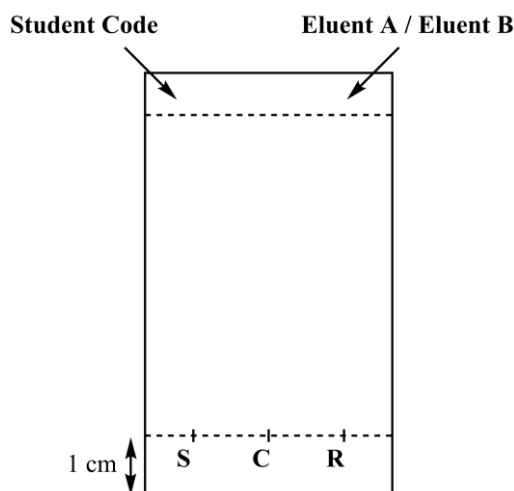
2. **Изведи ја постапката** на прекристализација така што суровиот продукт ќе го ставиш во ерленмаер со шлиф од 50 mL, кон кој ќе додадеш дел од приготвената смеса вода/етанол користејќи ја истата апаратура за рефлукција (види Слика 1). **Крени ја** „HELP“ картичката. Лаборантот ќе ја пушти водата и ќе го вклучи греењето. **Додавај** од растворувачот до потребниот волумен, преку горниот отвор на ладилото.

3. Откако продуктот ќе искристализира, **употреби ја** претходно опишаната постапка за филтрирање (I.7 до I.10). Со малата шпатула префрли малку од прекристализираниот продукт во жолто-кафеавото стакленото шишенце од 1,5 mL, **одбележано со R**. **Затвори го** шишенцето и **чувај го** за делот III.

4. **Префри ја** пречистената цврста супстанца во веќе изваганото шишенце означено со твојата шифра MKD_3. **Затвори** го шишенцето.
5. **Отстрани го** филтратот во шишето “Organic waste” и **крени ја** „HELP“ картичката. Лаборантот ќе ја исклучи водата.

III. TLC анализа

1. **Подготви ја комората за развивање. Наполни го** садот за развивање со мобилната фаза (елуент) А во висина од околу 0,5 cm. Покриј го садот со петриева здела. **Почекај** атмосферата во комората за развивање да се засити со парите од мобилната фаза.
2. **Подготви ги твоите примероци.** Ќе добиеш примерок од 4-нитробензалдехид во жолто-кафеаво стаклено шишенце одбележано со **TLC standard** (се запишува како **S** на TLC плочката). Исто така, во двете жолто-кафеави шишенца имаш сочувано мало количество од суровиот продукт (шишенце **C**) и прекристализираниот продукт (шишенце **R**). **Додади** околу 1 mL етанол во секое од шишенцата, за да се растворат примероците.
3. **Подготви ја твојата TLC плочка.** Со молив внимателно **нацртај** стартна линија (на 1 cm од долниот раб на плочката) и **означи ги** позициите на кои ќе ги нанесеш трите примероци. **Одбележи** ги со **S** (Starting material), **C** (Crude product) и **R** (Recrystallized product), како што е опишано на Слика 3. На горниот лев агол од плочката **напиши** ја твојата шифра – **MKD_3**, а на десниот **запиши ја** мобилната фаза што ја користиш (прва плочка **Eluent A**, втора **Eluent B**). **Нанеси ги** трите примероци на плочката со капилари.



Слика 3. Подготовка на TLC плочка

4. **Изврши TLC анализа.** Со пинцета **внеси ја** TLC плочката во садот за развивање и **покриј го** со петриева здела. **Почекај** мобилната фаза **да стигне** на 1 cm од горниот раб на плочката. Со пинцета, **извади ја** плочката, со молив **означи** го фронтот до каде допатувала мобилната фаза и остави ја плочката да се исуши на воздух.
5. **Визуелизација на TLC плочка. Постави ја** TLC плочката под UV ламба, во дигестор. Со молив **заокружи ги** видливите дамки.
6. **Отстрани ја мобилната фаза во шишето “Organic waste”.**
7. **Повтори** ги чекорите 1, 3, 4, 5 и 6 со мобилната фаза (елуент) B.
8. **Стави ги** развиените плочки во зипер ќесичка со твојата шифра, MKD_3.

Резултати од TLC анализата (**пополни ги** шемите со твоите резултати). Може да ги користиш овие цртежи за да направиш шема за TLC плочките, кои може да ти помогнат при одговарање на прашањата. За шемата не се добиваат поени.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

На крајот од натпреварот, одговорното лице во твојата лабораторија ќе ги земе:

- Стакленото шишенце означено со шифрата **MKD_3** кое го содржи прекристализираниот продукт;
- TLC плочките A и B во зипер ќесичката означена со шифрата **MKD_3**.

Предадени материјали		
Прекристализиран продукт	☐	
TLC плочка A	☐	
TLC плочка B	☐	
Потписи Ученик Одговорно лице		

Прашања

1. **Предложи** структура на крајниот органски продукт добиен при реакција на 4-нитробензалдехид со Oxone®.

2. Врз основа на твоите резултати од TLC анализата, **одговори** на следните прашања.

- Која мобилна фаза е подобра за следење на текот на реакцијата?

☐ **A** ☐ **B**

- Суровиот продукт (C) содржи траги од 4-нитробензалдехид.

☐ **Точно** ☐ **Неточно**

- Прекристализираниот продукт (R) содржи траги од 4-нитробензалдехид.

☐ **Точно** ☐ **Неточно**

Проблем P2	Прашање	Калибрација	Определување на железо	P2.1	P2.2	P2.3	Стехиометриски определувања	P2.4	P2.5	Вкупно
14 % од вкупно	Поени	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Освоени									

Проблем P2. „Железното време“ на виното (The iron age of wine)

Железото е елемент кој е застапен во виното. Кога неговата концентрација ќе ја надмине вредноста од 10 или 15 mg/L, оксидацијата на железо(II) во железо(III) може да придонесе за губење на квалитетот преку образување талози. Затоа, потребно е да се следи содржината на железо во виното во текот на производството.

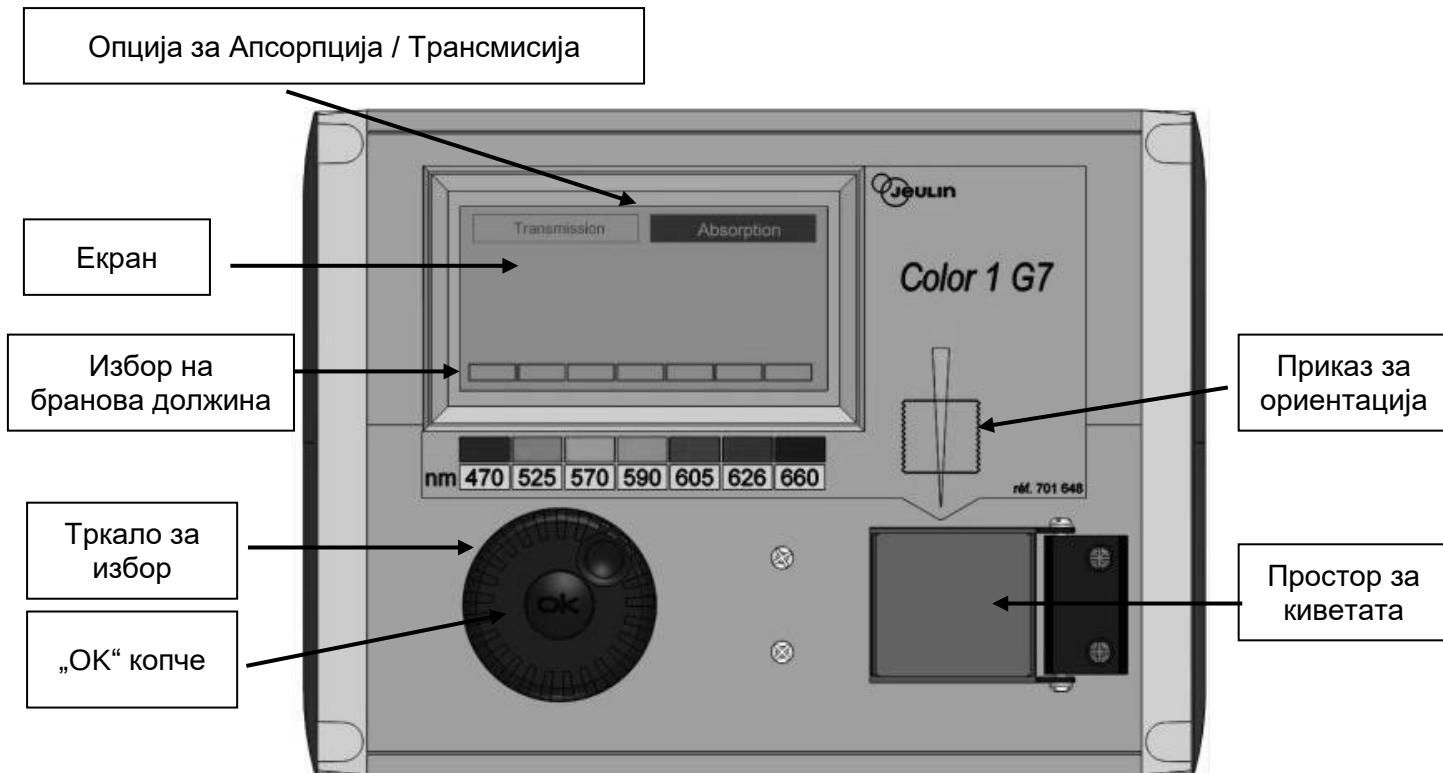
Заради ниската концентрација на железо, обоениот комплекс на железо(III) со тиоцијанатни јони (SCN^-) како лиганди, може да се искористи за квантитативно определување на неговата содржина преку спектрофотометриски мерења.

Твоја задача е да ја определиш вкупната концентрација на железо во примерок од бело вино со спектрофотометрија и да ја одредиш стехиометријата на комплексот тиоцијанат-железо(III).

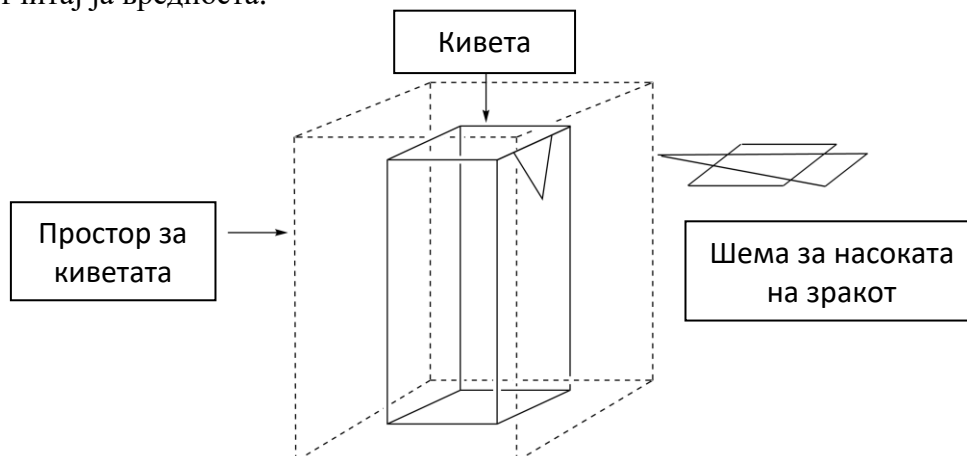
ВНИМАНИЕ!

- Во оваа задача, дадени ти се два раствора од железо(III) и два раствора од калиум тиоцијанат со различни концентрации. Внимавај да не ги измешаш.
- Штом ќе ги приготвиш растворите за спектрофотометрирање, измери ја апсорбанцата најдоцна еден час по додавањето на тиоцијанатот.
- Кога ќе ти треба колориметар, крени ја „HELP“ картичката. Лаборантот ќе ти даде соодветно означен колориметар кој ќе може да го користиш најмногу 15 минути. Лаборантот ќе го земе колориметарот штом ќе завршиш, или по истекот на предвидените 15 минути. Ако во моментот нема достапен колориметар, ќе бидеш запишан на листата за чекање.
- Упатството за користење на колориметарот е дадено на следната страна.
- Може да побараш колориметар само 3 пати.

Упатство за користење на колориметарот



- Вклучи го колориметарот во струја.
- Провери дали е избрана опцијата „Absorbance“. Ако не е, заврти го тркалцето додека се појави непрекината линија околу „Absorbance“ и потоа притисни го копчето „ОК“.
- Заврти го тркалцето за избор додека не се појави непрекината линија околу посакуваната бранова должина (470 nm). Притисни го копчето „ОК“.
- Постави ја киветата, наполнета со слепа проба, во инструментот. Внимавај при поставувањето на киветата и нејзината ориентација (погледни ја шемата на колориметарот, зракот е во насока на жолтата стрелка, види ја и долната слика) и турни ја киветата надолу до крајната позиција. Затвори го капачето.
- Заврти го тркалцето за избор додека се појави непрекината линија околу опцијата „Absorbance“ и потоа притисни го копчето „ОК“. Со тркалцето, избори ја опцијата „Calibration“ и притисни го копчето „ОК“.
- Почекај додека се појави 0.00 (или -0.00) на екранот.
- Постави ја киветата наполнета со пробата во инструментот. Затвори го капачето.
- Отчитај ја вредноста.



I. Определување на содржината на железо во вино

Во овој дел, ќе ти требаат растворот од железо(III) со концентрација $0,000200 \text{ mol/L}$ и растворот од калиум тиоцијанат со концентрација 1 mol/L .

Постапка

1. Во 6 епрувети **подготви** смеси со мешање на соодветните волумени од растворите според табелата подолу.

Епрувета #	1	2	3	4	5	6
$0,000200 \text{ mol/L}$ раствор од железо(III)	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 mol/L раствор од перхлорна киселина	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Вино					10,0 mL	10,0 mL
Раствор од водород пероксид					0,5 mL	0,5 mL
Дејонизирана вода	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

2. **Затвори** ги епруветите и **промешај**.

3. **Додај** $1,0 \text{ mL}$ раствор од калиум тиоцијанат со концентрација од 1 mol/L во епруветите 1, 2, 3, 4 и 5. **Не додавај** во епруветата 6. **Затвори** ги епруветите и **промешај**.

4. Кога сите раствори се подготвени, **крени ја** „HELP“ картичката за да ти донесат колориметар.

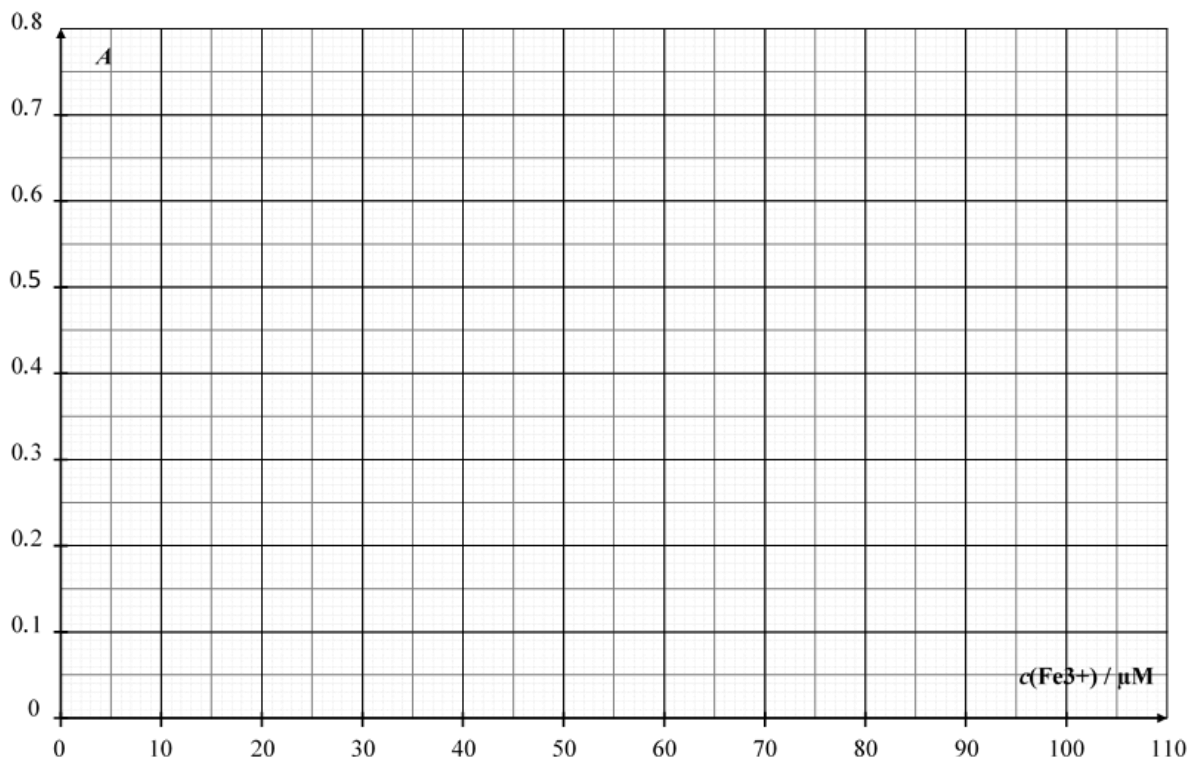
5. **Подготви** го колориметарот за работа според постапката опишана на страна 16. **Постави** ја брановата должина на 470 nm . **Користи** дејонизирана вода како слепа проба.

6. **Запиши ги** вредностите за апсорбанцата за секој раствор (1 до 6) при оваа бранова должина. **Внеси ги** резултатите во табелата. **Крени ја** „HELP“ картичката за да го вратиш колориметарот.

Епрувета #	1	2	3	4	5	6
Апсорбанца (на 470 nm)						
Концентрација на Fe^{3+} во почетниот раствор, $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{mol/L}$	16	32	64	96		
Шифра на колориметарот						

Прашања

1. **Конструирај** права за зависноста на апсорбанцата A како функција од концентрацијата на Fe^{3+} , за растворите **1** до **4**.



- Во табелата, означи ги (штиклирај ги) оние раствори кои ги зема предвид при конструкцијата на калибрационата крива.

Епрувета #	1	2	3	4
Раствор искористен за калибрационата крива				

2. Користејќи го претходниот график и избраните податоци, **нацртај ја** правата линија за **определување** на концентрацијата на Fe^{3+} во растворот **5** (изразена во $\mu\text{mol L}^{-1}$).

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

Ако не успееш да ја пресметааш вредноста за $c(\text{Fe}^{3+})$, користи $50 \mu\text{mol L}^{-1}$ во понатамошните пресметки.

3. **Пресметај** ја масената концентрација на железо во испитуваното вино, изразена во mg/L.

$$\gamma(\text{Fe}^{3+}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

II. Определување на стехиометријата на комплексот

Во овој дел, ќе ти требаат растворот од железо(III) со концентрација 0,00200 mol/L и растворот од калиум тиоцијанат со концентрација 0,00200 mol/L.

Постапка

Во дел I од овој проблем, се користи бојата на комплексот железо(III)-тиоцијанат за определување на концентрацијата на железо во примерокот од вино. Делот II од овој проблем има за цел да ја определи стехиометријата на комплексот $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (координацијата со молекулите вода не е прикажана), каде a и b се цели броеви, не поголеми од 3.

За овој дел, дадени ти се раствори на:

- 0,00200 mol/L раствор од железо(III) (веќе закиселен) (80 mL)
- 0,00200 mol/L раствор од калиум тиоцијанат (80 mL)

Исто така, имаш епрувети (со тапи кои може да ги измиеш и исушиш/избришеш) градуирани пипети, кивети за спектрофотометрирање, колориметар (на барање) и останат инвентар кој мислиш дека би можел да ти помогне, а се наоѓа на твоето работно место.

1. **Пополни ги** првите три редици од табелата со вредности за волуменот од соодветните раствори кои ќе ти овозможат определување на стехиометријата на комплексот преку спектрофотометриски мерења. *Не мора да ги пополниш сите колони.* **Пресметај го** количествениот удел на Fe^{3+} во секој раствор, користејќи ја формулата:

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

Епрувета #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Волумен од 0,00200 mol/L железо(III), $V_{\text{Fe}^{3+}}/\text{mL}$									
Волумен од 0,00200 mol/L тиоцијанат, $V_{\text{SCN}^-}/\text{mL}$									
Количествен удел на Fe^{3+} , $x(\text{Fe}^{3+})$									
Апсорбанца (при 470 nm)									
Шифра на колориметарот									

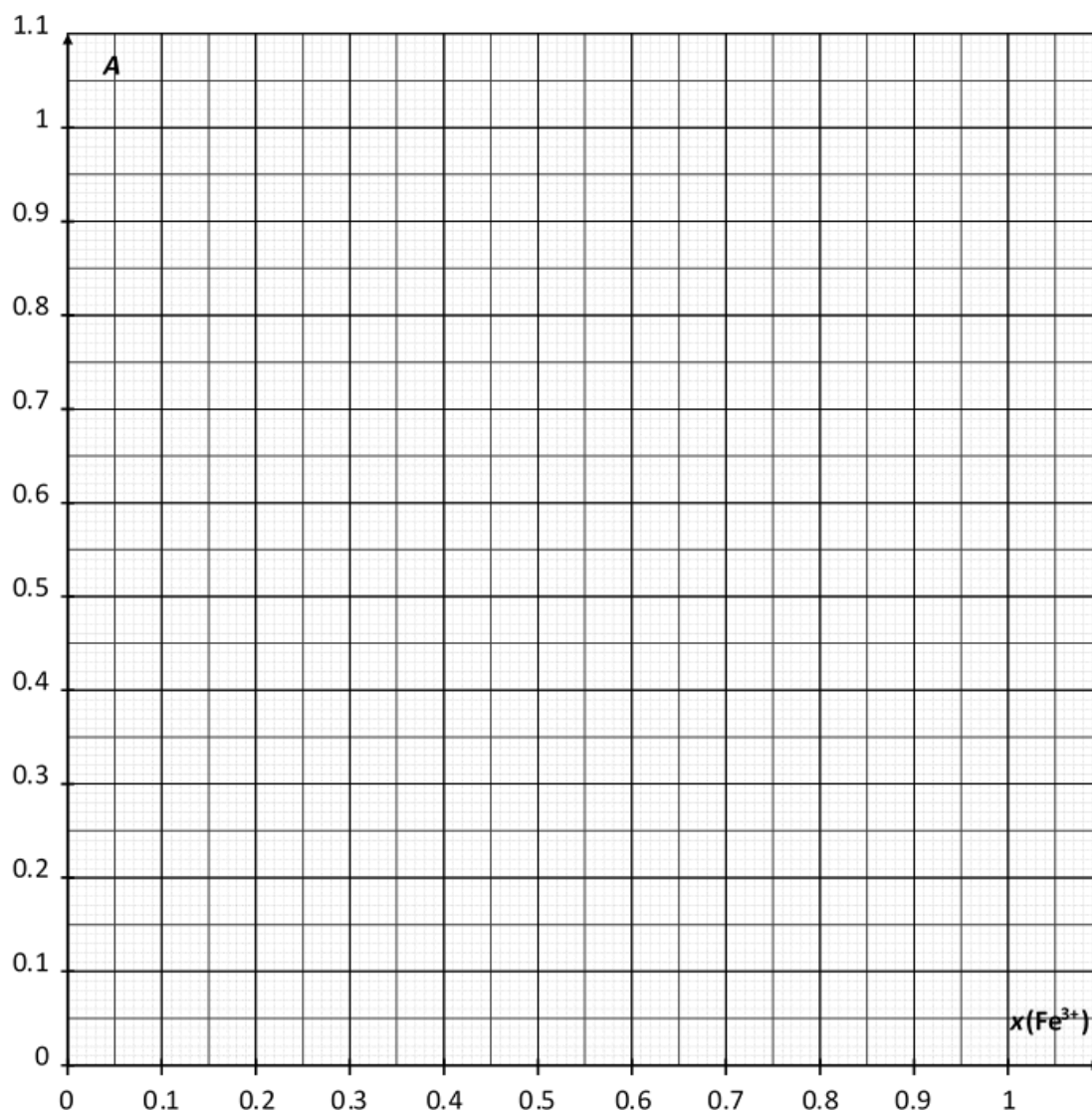
2. **Подготви ги** растворотите во епруветите. Кога сите раствори се подготвени, **крени ја** „HELP“ картичката за да ти донесат колориметар.

3. **Подготви го** колориметарот според постапката опишана претходно (види страна 16). **Постави ја** брановата должина на 470 nm. **Користи** дејонизирана вода како слепа проба.

4. **Запиши ја** апсорбанцата за секој раствор. Вредностите **внеси ги** во табелата.

Прашања

4. **Конструирај** график за зависноста на апсорбанцата A како функција од количествениот удел на железо(III), $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Според резултатите од изведените експерименти, **определи ја** стехиометријата на комплексот $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

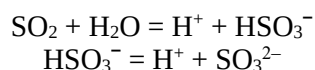
$a =$ _____

$b =$ _____

Пробле м РЗ	Прашањ е	Титрациј а I	Титрациј а II	Титрациј а III	РЗ.1	РЗ.2	РЗ.3	РЗ.4	РЗ.5	Вкупно
13 % од вкупно	Поени	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Освоени									

Проблем РЗ. Долготрајно вино (Wine for keeping)

Сулфур диоксидот SO_2 , се користи како конзерванс. Кога SO_2 се додава во виното, може да стапи во реакција со водата и да се добијат хидрогенсулфитни јони HSO_3^- и протони H^+ . Хидрогенсулфитните јони може да се преведат во сулфитни јони SO_3^{2-} .



Овие три облици на сулфур диоксид во водата, може да стапат во реакција со супстанциите присутни во виното, како алдехиди, пигменти, шеќери итн. образувајќи продукти Р. Вкупната концентрација на сулфур диоксид е збир од концентрациите на сите слободни облици (SO_2 , HSO_3^- и SO_3^{2-}) и Р.

Концентрацијата на конзервансот е регулирана, затоа што сулфитите и сулфур диоксидот може да бидат штетни за луѓето. Во ЕУ, максималната вкупна содржина на сулфур диоксид е поставена на 100 mg L^{-1} за црвено вино и 150 mg L^{-1} за бело вино и розе.

Твојата задача е да ја определиш вкупната содржина на сулфур диоксид во примерокот од вино со помош на јодометриски титрации.

Постапка

I. Стандардизација на раствор од натриум тиосулфат

- Даден ти е примерок со маса од околу 100 mg чист калиум јодат KIO_3 . Точната маса е запишана на сатчето. **Запиши ја** и во табелата подолу.
- Подготви** 100 mL стандарден раствор од калиум јодат во тиквичката од 100 mL , користејќи го целиот примерок од цврстиот калиум јодат и дејонизирана вода. Овој раствор означи го со **S**.
- Во ерленмаер од 100 mL , **додај**:
 - 20 mL од растворот **S**, користи мешеста (волуметриска) пипета;
 - 5 mL од растворот на калиум јодид ($0,5 \text{ mol/L}$), користи мензура од 5 mL ;
 - 10 mL од растворот на сулфурна киселина ($2,5 \text{ mol/L}$), користи мензура од 10 mL .
- Промешај** и **покриј го** ерленмаерот со парафилм, потоа **стави** го во шкафчето, најмалку 5 минути.
- Наполни ја** биретата со дадениот раствор од тиосулфат користејќи чаша. **Титрирај** го растворот од ерленмаерот, при постојано мешање. Кога растворот ќе стане бледо жолт, **додај** 10 капки раствор од скроб (starch solution) и **продолжи** со титрирање до обезбојување. **Запиши го** волуменот од потрошениот раствор V_1 .
- Повтори ја** постапката (чекори 3-5) по потреба.

Маса на калиум јодат (препиши ја масата од ознаката)	
Титрација n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
V_1 / mL	

II. Стандардизација на растворот од јод

- Со мешеста пипета, **стави** 25 mL од растворот на јод, означен како I_2 , во ерленмаер од 100 mL.
- Титрирај ја** содржината од ерленмаерот со раствор од натриум тиосулфат. Кога растворот ќе добие светло жолта боја, **додај** 10 капки раствор од скроб и **продолжи со титрирање** сè до обезбојување на растворот. **Запиши го** волуменот од растворот потрошен за титрација V_2 .
- Повтори ја** постапката (чекори 1-2) по потреба.

Титрација n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
V_2 / mL	

III. Определување вкупен сулфур диоксид

1. Со мешеста пипета, **стави** 50 mL вино во ерленмаер од 250 mL.
2. **Додај** 12 mL раствор од натриум хидроксид (1 mol/L), користејќи мензура од 25 mL. **Покриј го** ерленмаерот со парафилм, потоа **промешај го** растворот и остави го да стои најмалку 20 минути.
3. **Додај** 5 mL раствор од сулфурна киселина (2,5 mol/L) и околу 2 mL раствор од скроб со помош на пластична пастерова пипета.
4. **Титрирај ја** содржината од ерленмаерот со раствор од јод, сè додека целиот раствор се обои темно и бојата се задржи најмалку 15 секунди. **Запиши го** потрошениот волумен јод за титрацијата V_3 .
5. **Повтори ја** постапката (чекори 1-4) по потреба.

Титрација n°	V_3 / mL
1	
2	
3	
V_3 / mL	

Прашања

1. **Запиши ги** и израмни ги равенките на сите реакции кои се одвиваат во текот на стандардизацијата на растворот од натриум тиосулфат.

2. **Пресметај ја** количествената концентрација на натриум тиосулфат во растворот. Моларната маса на калиум јодат 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 успееш да ја пресметаш вредноста за $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, користи $0,0500 \text{ mol L}^{-1}$ во понатамошните пресметки.

3. **Пресметај ја** количествената концентрација на растворот од јод.

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

Ако не успееш да ја пресметаш вредноста за $c(I_2)$, користи $0,00700 \text{ mol L}^{-1}$ во понатамошните пресметки.

4. **Запиши ги** равенките на реакциите меѓу јод I_2 и сулфур диоксид SO_2 , претпоставувајќи дека сулфур диоксидот се оксидира до сулфатни јони SO_4^{2-} .

5. **Пресметај ја** масената концентрација во mg/L , на вкупен сулфур диоксид во виното. Моларната маса на сулфур диоксид е $M(SO_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

КАЗНЕНИ ПОЕНИ

Инцидент #	Потпис на ученикот	Потпис на лаборантот
1 (без казнени поени)		
2		
3		
4		
5		