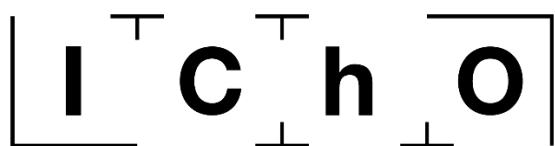


PRAKTIČNI ISPIT



**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

Opšta uputstva

- Ovaj praktični test sadrži 27 strana.
- Prije početka praktičnog dijela, biće vam data komanda ČITAJ (READ). Imaćete 15 minuta da pročitate zadatke. Tokom ovog vremenskog perioda možete ih samo **čitati** ali ne **i pisati ili koristiti kalkulator**.
- Možete početi sa radom kada dobijete komandu **Start**. Nakon toga imate **pet sati** da završite svoj rad.
- Možete raditi zadatke po bilo kojem redosledu, ali **savjetujemo da počnete sa zadatkom P1**.
- Svi rezultati i odgovori moraju biti jasno napisani hemijskom olovkom u predviđeni prostor za to. Odgovori napisani van predviđenog prostora neće biti bodovani.
- Ukoliko vam bude potreban pomoćni papir, koristite poledinu ispitnog papira. **Zapamtite da ništa što je napisano van predviđenog prostora neće biti bodovano.**
- Zvanična verzija ispita na Engleskom jeziku vam je dostupna na zahtjev i koristi se samo za pojašnjenje.
- Ukoliko imate potrebu da izađete iz laboratorije (da koristite toalet ili uzmete piće ili hranu) podignite odgovarajuću kartu. Laboratorijski asistent će poći sa vama.
- Police iznad klupa se ne koriste tokom rada zbog ravnopravnih uslova za rad.
- Tokom rada **morate pratiti sigurnosna pravila** data regulativama ICHO. Ukoliko prekršite pravila sigurnosti dobićete upozorenje od strane asistenta. Ukoliko narušite sigurnosna pravila nakon prvog upozorenja bićete udaljeni iz laboratorije i vaši rezultati praktičnog rada će biti poništeni.
- Hemikalije i laboratorijsko posuđe, ukoliko nije drugačije naznačeno, biće vam zamijenjeno ili vraćeno bez sankcionisanja samo nakon prvog incidenta. Svaki naredni incident će rezultirati oduzimanjem po jednog poena od ukupnih četrdeset.
- Laboratorijski supervizor će dati upozorenje 30 minuta prije nego proglasi kraj ispita komandom **Stop**.
- Morate prestati sa radom odmah kada čujete komandu **Stop**. Ukoliko se ne zaustavite ili pišete jedan minut duže, oduzeće vam se svi poeni vašeg praktičnog rada.
- Nakon što je data komanda **Stop** laboratorijski supervisor će doći da potpiše vaš rad.
- Nakon što potpišete rad i vi i supervizor, stavite rad u koverat i pripremite ga za ocjenjivanje zajedno sa vašim proizvodom i TLC pločicama.

Laboratorijska pravila i bezbjednost

- Morate nositi laboratorijski mantil koji mora biti zakopčan. Obuća mora potpuno pokrivati vaša stopala i pete.
- Uvijek nosite zaštitne ili naočare za vid kada radite u laboratoriji. Ne nosite kontaktna sočiva.
- Nije dozvoljeno jesti i piti u laboratoriji.
- Radite samo na svom radnom mjestu. Svoju radnu površinu održavajte urednom.
- Neautorizovani eksperimenti nisu dozvoljeni, kao ni modifikacija datih eksperimenata.
- Ne pipetirajte ustima. Uvijek koristite propipetu.
- Sve što prospete ili polomite odmah očistite sa stola ili poda.
- Sav otpad mora biti uklonjen propisno da bi se spriječila kontaminacija ili povrede. Vodeni rastvori mogu se odbaciti u sudoperu. Organski otpad mora biti odložen u označenu posudu za to.

Fizičke konstante i jednačine

U ovim zadacima, pretpostavljamo da su aktiviteti svih vrsta čestica u vodenom rastvoru izraženi u odgovarajućim koncentracijama u mol L⁻¹. U niže navedenim formulama i izrazima standardna koncentracija $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ je izostavljena.

Avogadrova konstanta:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Univerzalna gasna konstanta:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standardni pritisak:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmosferski pritisak:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Nula Celzijusove skale:	273.15 K
Faradejeva konstanta:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilovat čas:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Plankova konstanta:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Brzina svjetlosti u vakuumu:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementarno naelektrisanje:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Električna snaga:	$P = \Delta E \times I$
Stepen korisnog dejstva:	$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$
Plank-Ajnšatjnova jednačina:	$E = hc/\lambda$
Jednačina stanja idealnog gasa:	$pV = nRT$
Gibsova slobodna energija:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$
Konstanta ravnoteže Q za reakciju $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:	$Q = \frac{[\text{C}]^c [\text{D}]^d}{[\text{A}]^a [\text{B}]^b}$
Henderson–Hasselbalch-ova jednačina:	$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[\text{A}^-]}{[\text{AH}]}$
Nernst–Peterson-ova jednačina:	$E = E^\circ - \frac{RT}{zF} \ln Q$
gdje je Q koeficijent za polureakciju redukcije	at $T = 298 \text{ K}$, $\frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ V}$
Beer–Lambert-ov zakon:	$A = \varepsilon lc$
Jednačine reda u integrisanoj formi:	
- Nulti red:	$[\text{A}] = [\text{A}]_0 - kt$
- Prvi red:	$\ln[\text{A}] = \ln[\text{A}]_0 - kt$
- Drugi red:	$1/[\text{A}] = 1/[\text{A}]_0 + kt$
Poluvrijeme procesa prvog reda:	$t_{1/2} = \ln 2 / k$
Prosječna molarna masa M_n :	$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$
Mass average molar mass M_w :	$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$
Indeks polidisperznosti I_p :	$I_p = \frac{M_w}{M_n}$

Komentar

Jedinica količinske koncentracije često se obilježava sa “M” ili “mol L⁻¹”:

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

Periodni sistem elemenata

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 -



Definicija oznaka upozorenja i obavještenja o hemikalijama (GHS)

GHS oznake (H-oznake) povezane su sa osobinama i nekim efektima upotrijebljenih hemikalija. Njihova značenja su sledeća.

Oznake fizičkih opasnosti

H225 Visoko zapaljiva tečnost ili para.
H226 Zapaljiva tečnost ili para.
H228 Zapaljiva čvrsta supstanca.
H271 Može izazvati požar ili eksploziju; jak oksidans.
H272 Može podržati gorenje; oksidans.
H290 Može biti nagrizajuće (korozivno) za metale.

Oznake opasnosti po zdravlje

H301 Otrovno ukoliko se proguta.
H302 Štetno ukoliko se proguta.
H304 Može biti smrtonosno ukoliko se proguta ili udahne.
H311 Toksično u dodiru sa kožom.
H312 Štetno u dodiru sa kožom.
H314 Izaziva teške opekotine i oštećenje oka.
H315 Izaziva iritaciju kože.
H317 Može izazvati alergijske reakcije na koži.
H318 Izaziva ozbiljna oštećenja oka.
H319 Izaziva ozbiljne iritacije oka.
H331 Toksično ukoliko se udahne.
H332 Štetno ukoliko se udahne.
H333 Može biti štetno ukoliko se udahne.
H334 Može izazvati alergiju ili simptom astme ili teškoće pri disanju ukoliko se udahne.
H335 Može izazvati iritaciju respiratornog sistema.
H336 Može izazvati pospanost ili vrtoglavicu.
H351 Sumnja se da prouzrokuje kancer.
H361 Sumnja se da oštećuje plod.
H371 Može izazvati oštećenje organa.
H372 Izaziva oštećenje organa usled dužeg ili ponavljjanog izlaganja.
H373 Može izazivati oštećenje organa usled dužeg ili ponavljjanog izlaganja.

Oznake opasnosti po životnu sredinu

H400 Veoma toksično za vodene organizme
H402 Štetno za vodene organizme.
H410 Veoma toksično za vodene organizme sa dugoročnim efektima.
H411 Toksično za vodene organizme sa dugoročnim efektima.
H412 Štetno za vodene organizme sa dugoročnim efektima.

Hemikalije

Za sve zadatke

Hemikalije	Označene kao	GHS oznake
Dejonizovana voda u: - Boca za ispiranje (sto) - Plastična boca (sto) - Plastični kanister	Deionized Water	Bez opasnosti
Etanol, u boci za ispiranje	Ethanol	H225, H319
Uzorak bijelog vina, 300 mL u tamnoj plastičnoj boci	Wine sample	H225, H319

Za zadatak P1

Hemikalije	Označene kao	GHS oznake
4-nitrobenzalhid, 1.51 g u tamnoj staklenoj viali/bočici	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluent A, 20 mL u staklenoj viali (bočici)	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 mL u staklenoj viali(bočici)	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (kalijum-peroksomonosulfat), 7.87 g u plastičnoj boci	Oxone®	H314
Uzorak 4-nitrobenzalhida za TLC	TLC standard	H317, H319

Za zadatak P2

Hemikalije	Označene kao	GHS oznake
1 M rastvor kalijum-tiocijanata, 20 mL u plastičnoj boci	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M rastvor kalijum-tiocijanata, 60 mL u plastičnoj boci	KSCN 0.00200 M	Bez opasnosti
1 M rastvor perhlorne kiseline, 10 mL u plastičnoj boci	HClO₄	H290, H315, H319
0.00200 M rastvor gvožđa(III), 80 mL u plastičnoj boci	Fe(III) 0.00200 M	Bez opasnosti
0.000200 M rastvor gvožđa(III), 80 mL u plastičnoj boci	Fe(III) 0.000200 M	Bez opasnosti
0.3% rastvor vodonik-peroksida, 3 mL in u tamnoj staklenoj bočici	H₂O₂	Bez opasnosti

Za zadatak P3

Hemikalije	Označene kao	GHS oznake
0.01 M rastvor joda, 200 mL u tamnoj plastičnoj bočici	I_2	H372
0.03 M rastvor natrijum-tiosulfata, 200 mL u plastičnoj boci	$Na_2S_2O_3$	Bez opasnosti
1 M NaOH rastvor, 55 mL u plastičnoj boci	NaOH	H290, H314
2.5 M rastvor sumporne kiseline, 80 mL u plastičnoj boci	H_2SO_4	H290, H315, H319
0.5 M rastvor kalijum-jodida, 25 mL u plastičnoj boci	KI	H372
Kalijum-jodat, <i>oko</i> 100 mg (tačna masa napisana je na oznaci), u staklenoj viali (bočici)	KIO_3	H272, H315, H319, H335
Rastvor skroba, 25 mL u plastičnoj boci	Starch	Bez opasnosti

Oprema**Za sve zadatke**

Personalna oprema	Količina
Propipeta	1
Sigurnosne naočare	1
1 L plastična boca za organski otpad, označena kao “Organic waste”	1
Papirne salvete	15 listića
Papirići za precizno mjerenje	30 listića
Špatula (velika)	1
Špatula (mala)	1
Štoperica	1
Grafitna olovka	1
Gumica	1
Crna hemijska	1
Marker za pisanje po staklu	1
Lenjir	1

Zajednička oprema	Količina
UV lampa za vizuelizaciju TLC pločica	2 po laboratoriji
Kolorimetar	5 po laboratoriji
Rukavice	Svi brojevi su dostupni (S, M, L, XL) na zahtjev laboratorijskom asistentu
Kutija za led	1 po laboratoriji

Za zadatak P1

Personalna oprema	Količina
Laboratorijski stativ sa:	1
- Mufom (držač) za malu klemu	2
- Mufom (držač) za veliku klemu	1
Erlenmajer sa šlifom, 100 mL	1
Erlenmajer sa šlifom, 50 mL	1
Refluks kondenzator	1
Magnentna miješalica sa grejnom pločom	1
Šolja za kristalizaciju	1
Magnet za miješanje	1
Vakuum boca (guč boca)	1
Bihnerov lijevak sa gumenim adapterom	1
Vrećica sa 3 filter papira	1
Petrijeva šolja	1
TLC kada (čša), obilježena kao “TLC elution chamber”	1
Vrećica sa 3 TLC pločice (sa fluorescentnim indikatorom), obilježena sa šifrom učenika (Student Code)	1
TLC kapilare (nalaze se u Petrijevoj šolji)	4
Plastična pinceta	1
Stakleni štapić	1
Menzura, 25 mL	1
Čša, 150 mL	2

Plastični lijevak za prah	1
Plastične pipete za jednokratnu upotrebu (Pasterove pipete)	2
Tamna staklena viala (bočica) sa čepom, za TLC uzorak, 1.5 mL, obilježena C i R	2
Prethodno odvagana tamna staklena viala/bočica, 10 mL, sa čepom, obilježena sa Student Code	1
Štapić za vađenje magneta	1

Za zadatak P2

Personalna oprema	Količina
Kalibrisane (trbušaste) pipete, 10 mL	1
Graduisane pipete, 10 mL	3
Graduisane pipete, 5 mL	3
Stalak za epruvete	1
Epruvete	15
Gumeni čep za epruvete	7
Kivete za kolorimetar od 1.0 cm	2
Čaša, 100 mL	2
Plastične pipete za jednokratnu upotrebu (Pasterove pipete)	15

Za zadatak P3

Personalna oprema	Količina
Laboratorijski stativ sa klemom za biretu	1
Bireta, 25 mL	1
Stakleni lijevak	1
Erlenmajer, 100 mL	3
Erlenmajer, 250 mL	3
Čaša, 150 mL	1
Čaša, 100 mL	2
Normalni sud, 100 mL, sa čepom	1
Kalibrisane (trbušaste) pipete, 50 mL	1
Kalibrisane (trbušaste) pipete, 25 mL	1
Kalibrisane (trbušaste) pipete, 20 mL	1
Graduisana menzura, 25 mL	1
Graduisana menzura, 10 mL	1
Graduisana menzura, 5 mL	1
Plastične pipete za jednokratnu upotrebu (Pasterove pipete)	3
Parafilm	20 listića

Zadatak P1	Pitanje	Prinos	Čistoća	TLC	P1.1	P1.2	Ukupno
13% od ukupnog	Bodovi	12	12	8	2	3	37
	Rezultat						

Zadatak P1. „Zelena” oksidacija nitrobenzaldehida

Posljednjih decenija hemičari se trude da zamijene štetne reagense u procesima oksidacije, u cilju da smanje proizvodnju opasnog otpada. U ovom zadatku, kalijum-peroksomonosulfat je izabran kao reagens za oksidaciju iz razloga što su proizvodi reakcije netoksični i nezagađujući sulfati. Komercijalni naziv ovog proizvoda je Oxone®.

Dalje, sama reakcija se izvodi u smješi vode i etanola, koji se smatraju zelenim rastvaračima.

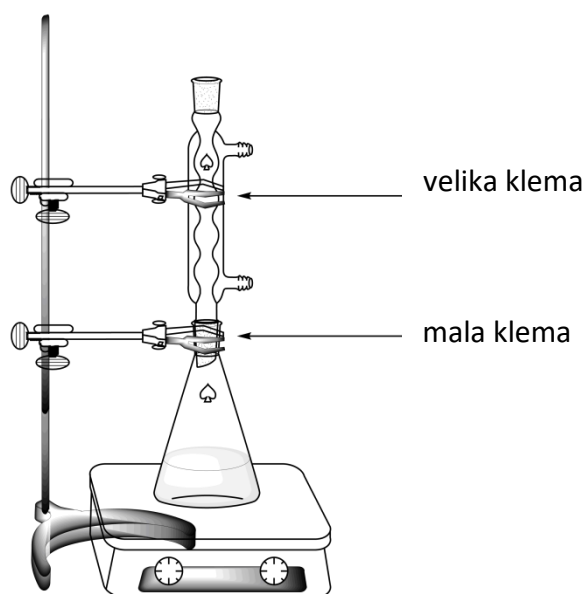
Vaš zadatak je da izvršite oksidaciju 4-nitrobenzaldehida, da prekrystalizujete proizvod, da uporedite eluente za TLC i da provjerite čistoću proizvoda korišćenjem TLC-a.

Komentar: Otpad koji sadrži etanol i eluent odlaže se u bocu “Organic waste”.

Procedura

I. Oksidacija 4-nitrobenzaldehida

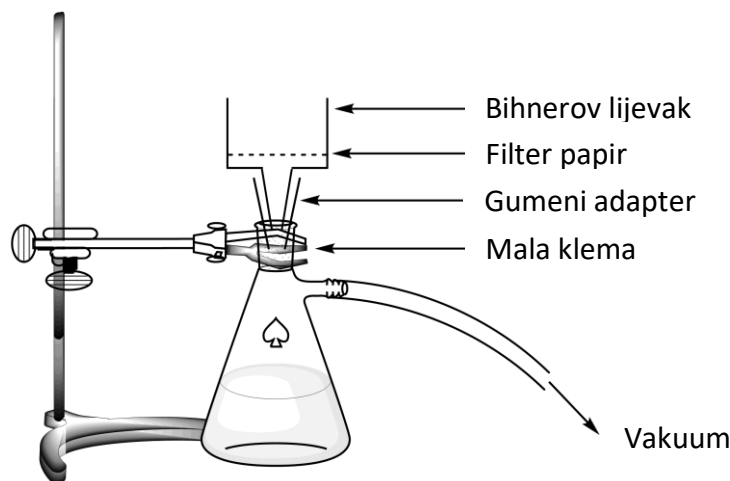
1. **Pomiješati** 20 mL vode i 5 mL etanola.
2. **Ubaciti** magnet u erlenmajer sa šlifom od 100mL.
3. **Prebaciti** prethodno izvaganih 1.51 g 4-nitrobenzaldehida u erlenmajer. **Dodati** cjelokupnu količinu smješe koju ste prethodno napravili. Uklemiti (učvrstiti) erlenmajer za stativ. Započnite miješanje smješe na magnetnoj miješalici, a zatim dodajte prethodno izvaganih 7.87 g Oxone®.
4. **Postavite** refluks kondenzator, otpuštajući (blagim odvrtnjem) ga sa velike kleme kako bi se postavio na erlenmajer sa šlifom (vidi Sliku 1). **Podignite** vašu HELP karticu. Asistent će doći da vam otvori vodu i podesi grijanje.
5. **Zagrijavati** reakcionu smješku da blago refluktuje (otprilike 1 kap po sekundi) u toku 45 minuta. Oznaka na grijaču odgovara potrebnoj snazi za postizanje blagog refluksa.



Slika 1. Podešavanje grijanja reakcione smješe pod refluksom

6. Zatim **isključite** grijanje na miješalici. **Uklonite** miješalicu i sačekajte 10 minuta da se reakciona smjesa ohladi. Nakon toga **erlenmajer postavite** u šolju za kristalizaciju koja je napunjena smjesom vode i leda. **Ostavite** smjesu da stoji 10 minuta.

7. **Sastavite** aparaturu za vakuum filtraciju (vidi Sliku 2) koristeći Bihnerov lijevak, filter papir i vakuum bocu koja je postavljena na laboratorijski stativ sa malom klemom. **Podignite** HELP karticu. Asistent će doći i pokazati vam kako povezati vakuum bocu sa izvorom vakuuma.



Slika 2. Aparatura za vakuum filtraciju

8. **Navlažiti** filter papir vodom i osigurati da prekriva sve rupice na Bihnerovom lijevku.

9. **Izliti** suspenziju sirovog proizvoda na Bihnerov lijevak i **uključiti** vakuum. **Ispirati** čvrstu supstancu dejonizovanom vodom (najmanje 4 x 20 mL).

10. **Propuštati** vazduh kroz talog u toku 5 minuta da bi se isušio proizvod. **Odvojiti** izvor vakuuma. Pomoću vrha **male špatule** uzeti dio čvrste supstance (proizvoda) i prebaciti ga u tamnu staklenu vialu (bočicu) od 1.5 mL, **obilježenu C. Zatvorite** vialu (bočicu) i **sačuvajte** je za dio III.

11. **Prebacite** sav ostatak čvrste supstance u erlenmajer sa šlifom od 50 mL.

12. **Odbaciti** filtrat u bocu "Organic waste" i **isprati** vakuum bocu i Bihnerov lijevak sa etanolom i vodom. **Upotrijebiti** bocu "Organic waste" za odlaganje otpada od etanola.

II. Prekristalizacija proizvoda

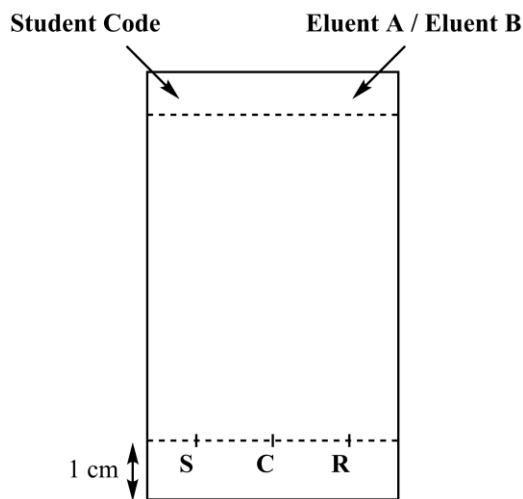
1. **Pomiješati** 9 mL vode i 21 mL etanola.

2. **Izvesti** prekristalizaciju sirovog proizvoda sadržanog u Erlenmajer sa šlifom od 50 mL sa odgovarajućom količinom smjese voda/etanol, koristeći uputstva za zagrijavanje uz reflux (vidi Sliku 1). **Podignite** svoju HELP karticu. Asistent će doći da vam otvori vodu i podesi grijanje. **Dodajte** rastvarač preko vrha kondenzatora.

- Nakon završene kristalizacije, **primijenite istu** proceduru koja je opisana ranije (I.7 do I.10). Pomoću vrha **male špatule** uzeti dio prekrizalizovanog proizvoda i prebaciti ga u tamnu staklenu vialu (bočicu) od 1.5 mL, **obilježenu R. Zatvorite** vialu (bočicu) i **sačuvajte** je za dio III.
- Prenijeti** prečišćenu supstancu u bočicu koja je obilježena šifrom učenika (Student cod). **Zatvoriti** bočicu.
- Odbaciti** filtrat u bocu "Organic waste" i **podići** HELP karticu. Asistent će doći da isključi vodu u kondenzatoru.

III. TLC analiza

- Pripremiti kadnicu za eluiranje. Napuniti** kadnicu za eluiranje eluentom A, do oko 0,5 cm od dna. Poklopiti kadnicu Petrijevom šoljicom. **Sačekati** da pare eluenta zasite atmosferu u kadnici.
- Pripremite vaše uzorke.** Obezbijeden vam je uzorak 4-nitrobenzaldehida u tamnoj staklenoj bočici obilježenoj kao **TLC standard** (obilježiti kao **S** na TLC pločici). Sačuvali ste malu količinu vašeg sirovog proizvoda (viala/bočica **C**) i vašeg prekrizalizovanog proizvoda (viala/bočica **R**) u druge dvije tamne staklene bočice. **Dodati** oko 1 mL etanola u svaku bočicu u cilju rastvaranja uzoraka.
- Pripremite vase TLC pločice.** Koristite grafitnu olovku da **nacrtate** startnu liniju (1 cm od dna pločice) i **označite** pozicije za nanošenje 3 uzorka. **Označiti** pozicije sa **S** (polazni materijal), **C** (sirovi proizvod) i **R** (prekrizalizovani proizvod), kao što je prikazano na Slici 3. Na vrhu pločice sa lijeve strane **napišite** vašu šifru (**Student code**). Sa desne strane na vrhu pločice **napišite** koji eluent koristite (prvo **eluent A**, a zatim **eluent B**). Koristeći različite kapilare, **nanesite** tri uzorka na pločicu.

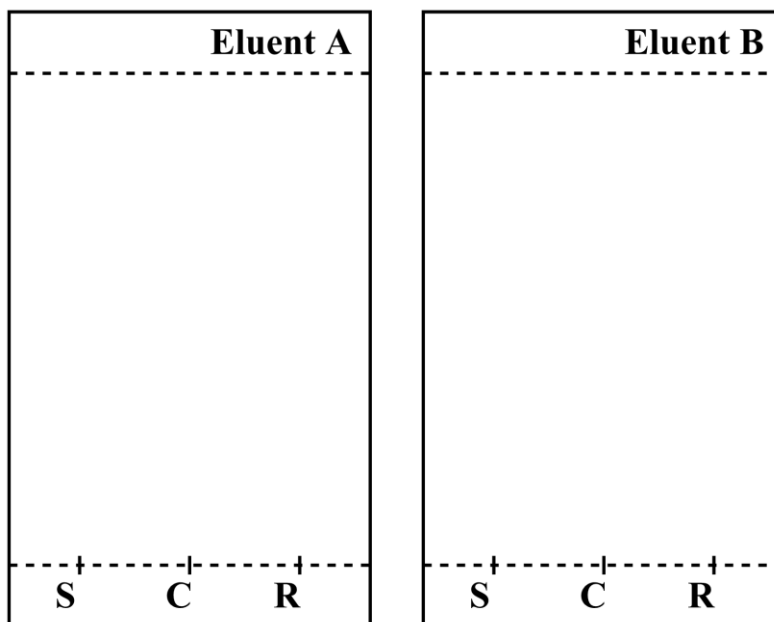


Slika 3. Priprema TLC pločice

- Izvođenje TLC analize.** Koristeći pincetu, **ubacite** TLC pločicu u kadnicu za eluiranje i **pokrijte** je Petrijevom šoljom. **Dopustite** da eluent **dostigne** otprilike 1 cm ispod vrha pločice. Koristeći pincetu, **izvaditi** pločicu i obilježiti put koji je eluent prešao grafitnom olovkom. Pustiti da se pločica osuši na vazduhu.
- Vizuelizacija TLC pločice. Postavite** TLC pločicu ispod UV lampe. Pomoću grafitne olovke **zaokružite** sve vidljive tačke.
- Odbacite eluent u bocu "Organic waste".**
- Ponovite** korake 1, 3, 4, 5, i 6 sa eluentom B.

8. **Stavite** pločice u plastične kesice sa svojom šifrom (Student Code).

Rezultati vaše TLC analize (**kompletirajte** šemu sa vašim rezultatima). Možete koristiti ove crteže da bi ste napravili šemu vaših TLC pločica, što bi vam moglo pomoći prilikom odgovora na sledeća pitanja. Šema neće biti ocijenjivana.



Na kraju ispita, vaš supervizor će od vas uzeti sledeće:

- Staklenu vialu/bočicu obilježenu vašom šifrom/**Student Code**, koja sadrži prekrizalizovani proizvod
- TLC pločice A i B u plastičnoj kesici obilježenoj sa vašom šifrom/**Student Code**

Preuzeti materijal		
Prekristalizovani proizvod	☐	
TLC pločica A	☐	
TLC pločica B	☐	
Potpisi	_____	_____
	Student	Lab Supervisor

Pitanja

1. **Predloži** strukturu krajnjeg organskog proizvoda koji nastaje u reakciji između 4-nitrobenzaldehida i Oxone[®].

2. Na osnovu vaših rezultata dobijenih TLC analizom, odgovorite na sledeća pitanja.

- Koji eluent je bolji za praćenje toka reakcije?

☐ **A** ☐ **B**

- Sirovi proizvod (C) sadrži tragove 4-nitrobenzaldehida.

☐ **Tačno** ☐ **Netačno**

- Prekristalizovani proizvod (R) sadrži tragove 4-nitrobenzaldehida.

☐ **Tačno** ☐ **Netačno**

Zadatak P2	Pitanje	Kalibracija	Određivanje gvožđa	P2.1	P2.2	P2.3	Određivanje stehiometrije	P2.4	P2.5	Ukupno
14% od ukupnog	Bodovi	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Rezultat									

Zadatak P2. Gvozdено doba vina

Gvožđe je element koji se uobičajeno nalazi u vinu. Kada njegova koncentracija prelazi 10 do 15 mg po litru, gvožđe(II) se oksiduje do gvožđa(III) što može dovesti do gubitka kvaliteta, na račun formiranja taloga. Zbog toga je neophodno odrediti sadržaj gvožđa u vinu tokom njegove proizvodnje.

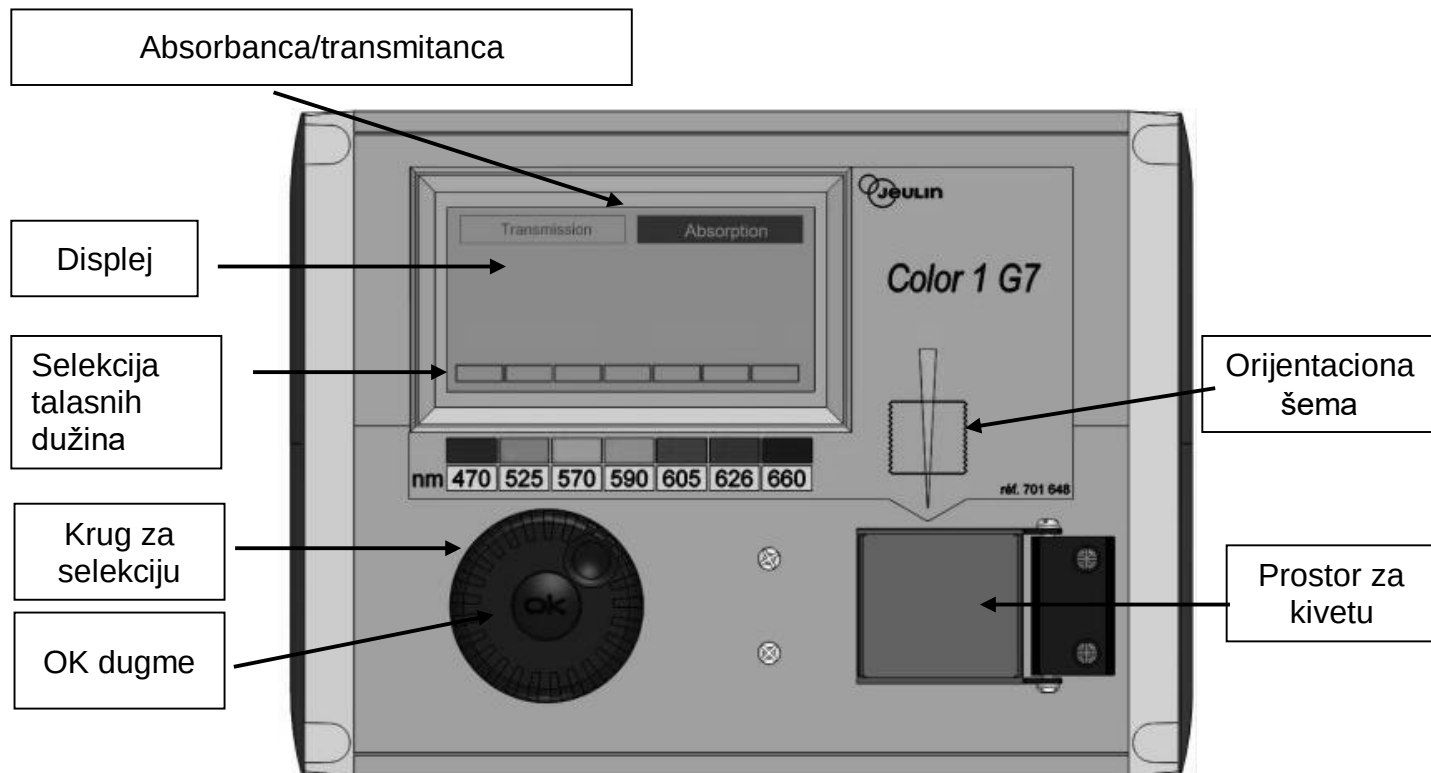
S obzirom na veoma nisku koncentraciju oblika gvožđa, obojeni kompleks gvožđa(III) sa tiocijanatom SCN^- kao ligandom koristi se za kvantitativno određivanje gvožđa spektrofotometrijskim mjerenjima.

Vaš zadatak je da odredite ukupnu koncentraciju gvožđa u bijelom vinu koje dobijete, upotrebom spektrofotometrije, kao i da odredite stehiometriju tiocijanat-gvožđe(III) kompleksa.

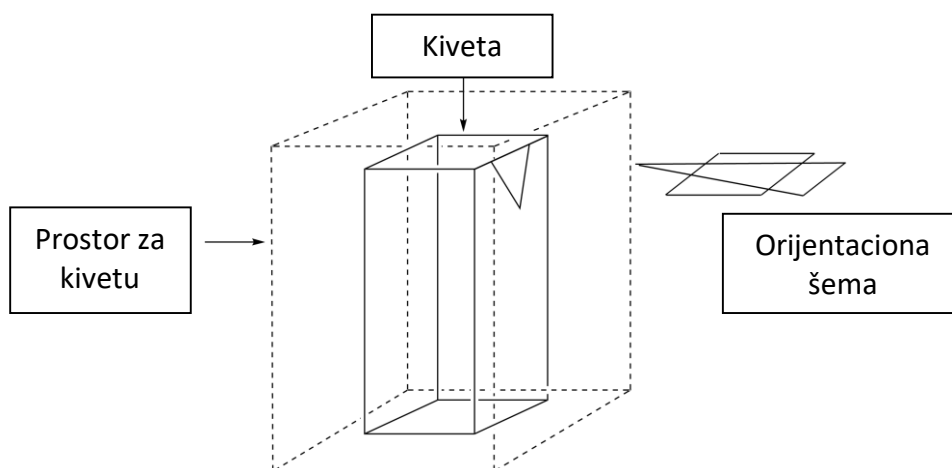
UPOZORENJE

- Za ovaj zadatak obezbijedena su vam dva rastvora gvožđa(III) i dva rastvora kalijum-tiocijanata različitih koncentracija. Budite veoma pažljivi da ih ne zamijenite.
- Jednom kada pripremite rastvore za spektrofotometrijsko mjerenje, snimite absorbancu najduže u roku od sat vremena (ne kasnije) nakon dodavanja tiocijanata.
- Kada vam zatreba kolorimetar, podignite svoju HELP karticu. Asistent će vam dati obilježeni kolorimetar. Imate pravo da koristite kolorimetar najduže 15 minuta. Asistent će ga uzeti natrag kada završite mjerenje ili po isteku 15 minuta. Ukoliko kolorimetar nije dostupan u datom momentu, bićete stavljeni na listu čekanja.
- Uputstvo za rad na kolorimetru dato je na sledećoj stranici.
- Imate pravo da tražite kolorimetar samo tri puta za ovaj zadatak.

Uputstvo za upotrebu kolorimetra



- Uključite kolorimetar.
- Provjerite da je "Absorbance" osvijetljeno. Ukoliko nije, okrećite krug za selekciju sve dok se ne pojavi isprekidana linija oko "Absorbance" i onda pritisnite dugme OK.
- Okrećite krug za selekciju sve dok se isprekidana linija ne pojavi oko željene talasne dužine (470 nm). Pritisnite OK dugme.
- Stavite kivetu napunjenu slijepom probom do otprilike 3 cm visine u prostor namijenjen za nju. Vodite računa da izaberete tačnu orijentaciju (pogledati orijentacionu šemu na kolorimetru, snop je u pravcu žute strelice, pogledati sliku ispod), gurnuti kivetu dolje do konačne pozicije. Zatvorite poklopac.
- Okrećite krug za selekciju sve dok se isprekidana linija ne pojavi oko "Absorbance" i tada pritisnite dugme OK. Koristeći krug za selekciju označite/osvijetlite "Calibration" i pritisnite OK dugme.
- Sačekajte dok displej ne pokaže 0.00 (ili -0.00).
- Stavite kivetu napunjenu analiziranim rastvorom do otprilike 3 cm visine, u prostor namijenjen za kivetu. Zatvorite poklopac.
- Pročitajte vrijednost absorbance.



I. Određivanje sadržaja gvožđa u vinu

U ovom dijelu, biće vam potreban rastvor 0.000200 M gvožđe(III) i rastvor 1 M kalijum-tiocijanata.

Procedura

1. **Pripremite** 6 epruveta tako što će te u svaku dodati odgovarajuće zapremine dobijenih rastvora, kao što je dato u tabeli ispod.

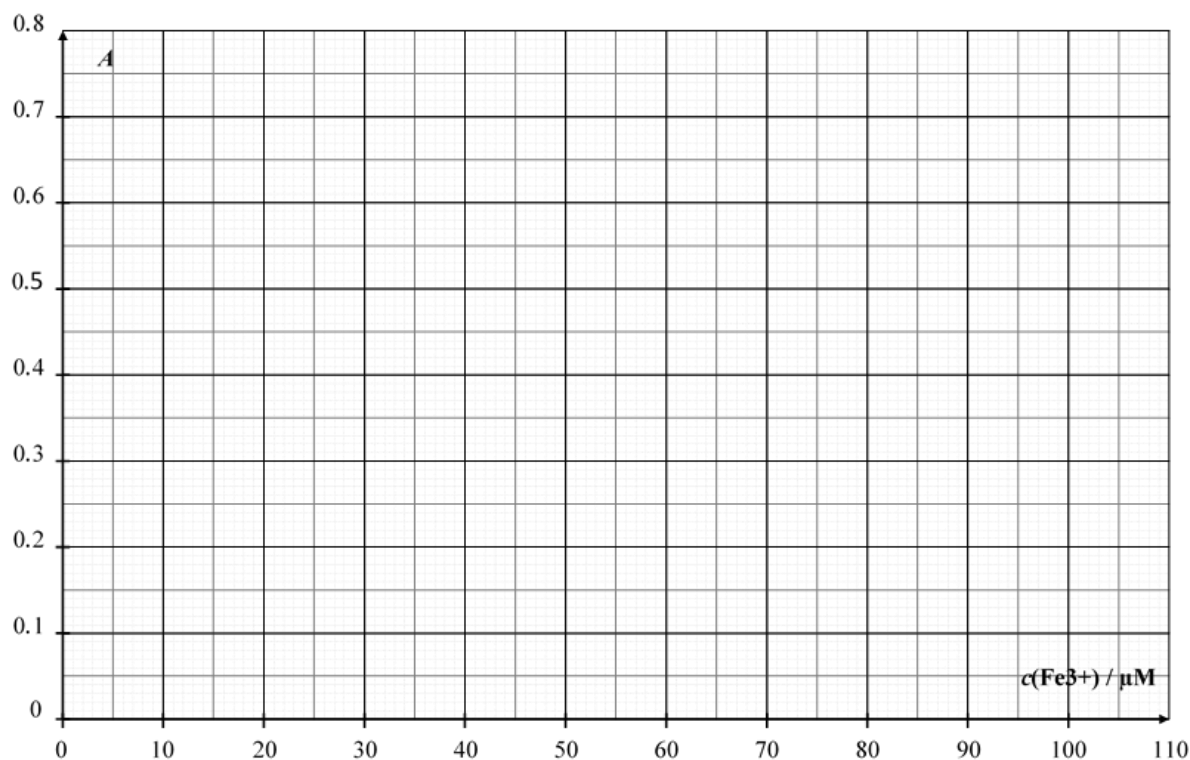
Epruveta #	1	2	3	4	5	6
0.000200 M rastvor gvožđa(III)	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M rastvor perhlorne kiseline	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Vino					10.0 mL	10.0 mL
Rastvor vodonik-peroksida					0.5 mL	0.5 mL
Dejonizovana voda	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Zatvorite** epruvete i **homogenizujte (promućkajte)**.
3. **Dodajte** 1.0 mL rastvora 1 M kalijum tiocijanata u epruvete **1, 2 3, 4 i 5**. Ne dodavati rastvor u epruvetu **6**. **Zatvorite** epruvete i **homogenizujte (promućkajte)**.
4. Kada sve epruvete budu spremne, **podignite** svoju HELP karticu da bi ste dobili kolorimetar od asistenta.
5. **Pripremite** kolorimetar po ranije opisanoj proceduri (vidi stranu 16). Podesite talasnu dužinu na 470 nm. **Koristite** dejonizovanu vodu kao slijepu probu.
6. **Snimiti** absorbancu svake epruvete (**1 do 6**) na ovoj talasnoj dužini. **Zapišite** rezultate u sledećoj tabeli. **Podignite** vašu HELP karticu da biste vratili kolorimetar.

Epruveta #	1	2	3	4	5	6
Absorbanca (na 470 nm)						
Analitička koncentracija Fe^{3+} u epruveti $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Šifra kolorimetra						

Pitanja

1. **Unesite** vrijednost absorbance A rastvora iz epruveta od 1 do 4 kao funkciju analitičke koncentracije gvožđa(III) u epruveti.



- Dalje, unesite podatke koje ste upotrijebili za vašu kalibracionu krivu.

Epruvete #	1	2	3	4
Vrijednosti absorbance koje koristite za kalibracionu krivu				

2. Koristeći prethodni grafik i podatke koje ste izabrali, **povucite** pravu liniju sa kalibracione krive na prethodnom grafiku kako bi odredili analitičku koncentraciju Fe^{3+} (u $\mu\text{mol L}^{-1}$) u epruveti 5.

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

Ukoliko ne možete izračunati $c(\text{Fe}^{3+})$, u daljem rešavanju zadatka možete koristiti vrijednost $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$

3. **Izračinajte** masenu koncentraciju gvožđa u mg po litru, u ispitivanom bijelom vinu.

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

II. Određivanje stehiometrije kompleksa

U ovom dijelu biće vam potreban 0.00200 M rastvor gvožđa(III) i rastvor 0.00200 M kalijum-tiocijanata.

Procedura

U prvom dijelu ovog zadatka, koristili smo boju kompleksa gvožđe(III) – tiocijanata da bi smo odredili koncentraciju gvožđa u uzorku vina. Drugi dio ovog zadatka zahtijeva istraživanje stehiometrije kompleksa $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (koordinacija sa vodom nije prikazana), gdje su a i b vrijednosti ne veće od 3.

Za ovaj dio zadatka dodijeljeni su vam sledeći vođeni rastvori:

- 0.00200 M rastvor gvožđa(III) (već zakišljen) (80 mL)
- 0.00200 M rastvor kalijum-tiocijanata (80 mL)

Takođe, imate epruvete (sa čepovima koje možete prati i sušiti), graduisane pipete, kivete za spektrofotometar, kolorimetar na zahtijev i ostalo laboratorijsko posuđe na vašem stolu za koje smatrate da vam je potrebno.

1. **Popunite** prve tri kolone u sledećoj tabeli sa vrijednostima zapremina pomoću kojih ćete odrediti stehiometriju kompleksa primjenom spektrofotometrijskih mjerenja. *Ne morate popuniti sve kolone.* **Izračunajte** molarnu frakciju gvožđa(III) u svakoj epruveti, koristeći sledeću formulu:

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

Epruvete#	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Zapremina rastvora 0.00200 M gvožđa(III) $V_{\text{Fe(III)}}$ / mL									
Zapremina rastvora 0.00200 M kalijum tiocijanata V_{SCN^-} / mL									
Molarna frakcija gvožđa(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbanca (na 470 nm)									
Šifra kolorimetra									

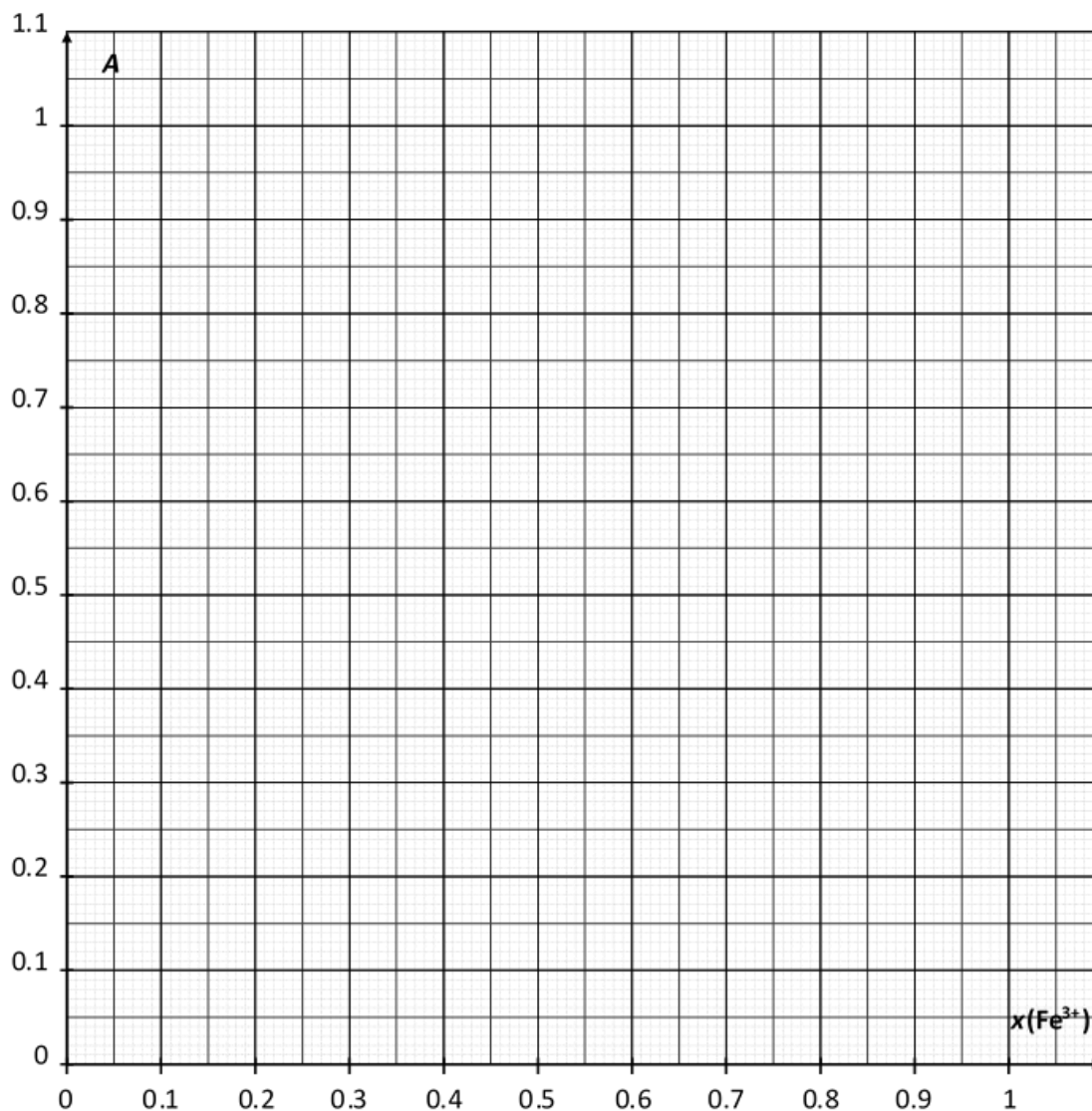
2. **Pripremite** epruvete. Kada pripremite sve epruvete, **podignite** HELP karticu da dobijete kolorimetar od asistenta.

3. **Pripremite** kolorimetar koristeći prethodno opisnu proceduru (vidi stranu 16). **Podesite** talasnu dužinu na 470 nm. **Koristite** dejonizovanu vodu za slijepu probu.

4. **Snimite** absorbancu rastvora iz svake epruvete na ovoj talasnoj dužini. **Zapišite** rezultate u prethodnu tabelu.

Pitanja

4. **Izrazite** zavisnost absorbance A rastvora u epruветama, kao funkciju molarne frakcije gvožđa(III) $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Na osnovu rezultata vašeg eksperimenta odredite stehiometriju kompleksa $(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

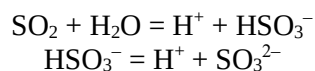
$a =$ _____

$b =$ _____

Zadatak P3 13% od ukupnog	Pitanje	Titracija I	Titracija II	Titracija III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Ukupno
	Bodovi	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Rezultat									

Zadatak P3. Čuvanje vina

Sumpor-dioksid, SO_2 , koristi se kao konzervans za vino. Kada se SO_2 doda vinu, reaguje sa vodom pri čemu nastaje bisulfitni jon, HSO_3^- , i proton, H^+ . Bisulfit se može prevesti u sulfat, SO_3^{2-} , gubitkom drugog protona.



Ova tri različita oblika sumpor-dioksida u vodi mogu reagovati sa hemikalijama u vinu kao što su acetaldehid, pigmenti, šećeri, itd. pri čemu nastaju proizvodi P. Ukupna koncentracija sumpor-dioksida je zbir koncentracija "slobodnih" oblika (SO_2 , HSO_3^- i SO_3^{2-}) i P.

Koncentracija konzervansa se mora regulisati zato što sulfiti i sumpor-dioksid mogu biti štetni za neke ljude. U zemljama EU, maksimalni ukupni sadržaj sumpor-dioksida je do 100 mg L^{-1} za crna vina i 150 mg L^{-1} za bijela vina ili roze.

Vaš zadatak je da odredite ukupnu koncentraciju sumpor-dioksida u dodijeljenom bijelom vinu jodometrijskom titracijom.

Procedura

I. Standardizacija rastvora natrijum-tiosulfata

- Dobili ste uzorak sa oko 100 mg čistog kalijum-jodata, KIO_3 . Tačna masa je napisana na etiketi, na bočici. **Unesite** tačnu masu u tabelu ispod.
- Pripremite** 100 mL rastvora kalijum-jodata u normalnom sudu od 100 mL koristeći cijelokupnu masu čvrstog kalijum-jodata i dejonizovanu vodu. Ovaj rastvor nazvati S.
- U Erlenmajer od 100 mL, **dodati**:
 - 20 mL rastvora S pomoću kalibrisane/trbušaste pipete;
 - 5 mL rastvora kalijum-jodida (0.5 M), pomoću menzure od 5 mL;
 - 10 mL rastvora sumporne kiseline (2.5 M) pomoću menzure od 10 mL.
- Promiješati sadržaj** erlenmajera blagim kružnim pokretima, **zatvoriti** ga parafilmom i **odložiti** unutar stola najmanje 5 minuta.
- Napuniti** biretu sa dodijeljenim rastvorom tiosulfata koristeći čašu. **Titrovati** sadržaj erlenmajera sa konstantnim mućkanjem, blagim kružnim pokretima. Kada tečnost postane blijedo žute boje, **dodati** 10 kapi rastvora skroba i **nastaviti** titraciju dok se tečnost ne obezboji. **Zabilježiti** zapreminu utrošenog titracionog sredstva V_1 .
- Ponoviti** proceduru (koraci 3-5) ukoliko je neophodno.

Masa kalijum-jodata (unesite vrijednost sa oznake)	
Analiza n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Prijavljena vrijednost V_1 / mL	

II. Standardizacija rastvora joda

1. Pomoću kalibrisane/trbušaste pipete, prenesite u erlenmajer od 100 mL, 25 mL rastvora joda obilježenog kao I_2
2. **Titrujte** sadržaj u erlenmajeru sa rastvorom natrijum-tiosulfata. Kada tečnost postane blijedo žute boje, **dodajte** 10 kapi rastvora skroba i **nastavite titraciju** sve dok se rastvor obezboji. **Zabilježite** zapreminu titracionog sredstva V_2 .
3. **Ponoviti** proceduru (koraci 1-2) ukoliko je neophodno.

Analiza n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Prijavljena vrijednost V_2 / mL	

III. Određivanje ukupnog sumpor-dioksida

1. Sa kalibrisanom/trbušastom pipetom prenesite 50 mL vina u erlenmajer od 250 mL.
2. **Dodajte** 12 mL rastvora natrijum-hidroksida (1 M) pomoću menzure od 25 mL. **Zatvoriti** erlenmajer parafilmom, **promiješati** sadržaj blagim kružnim pokretima i ostaviti ga da stoji najmanje 20 minuta.
3. **Dodajte** 5 mL rastvora sumporne kiseline (2.5 M), i oko 2 mL rastvora skroba koristeći graduirane plastične pipete za jednokratnu upotrebu (Pasterove pipete).
4. **Titrovati** sadržaj u erlenmajeru sa rastvorom joda iz birete sve dok se ne pojavi tamna boja, koja je postojana najmanje 15 sekundi. **Zabilježiti** zapreminu titracionog sredstva V_3 .
5. **Ponoviti** proceduru (koraci 1-4) ukoliko je neophodno.

Analiza n°	V_3 / mL
1	
2	
3	
Prijavljena vrijednost V_3 / mL	

Pitanja

1. **Zapišite** i izjednačite jednačine svih reakcija koje se dešavaju tokom standardizacije rastvora natrijum-tiosulfata.

2. **Izračunajte** molarnu koncentraciju rastvora natrijum-tiosulfata. Molarna masa kaliju-jodata je $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Ukoliko niste izračunali $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, za dalje rešavanja zadatka možete koristiti vrijednost $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$

3. **Izračunajte** molarnu koncentraciju rastvora joda.

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

Ukoliko niste izračunali $c(I_2)$, za dalje rešavanja zadatka možete koristiti vrijednost $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$

4. **Napisati** jednačinu reakcije joda i sumpor-dioksida pod pretpostavkom da se sumpor-dioksid oksiduje do sulfata SO_4^{2-} .

5. **Izračunajte** masenu koncentraciju u mg po litru, ukupnog sumpor-dioksida u vinu. Molarna masa sumpor-dioksida je $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

KAZNE

Incident #	Potpis učenika	Potpis laboratorijskog supervizora
1 (bez kazne)		
2		
3		
4		
5		