

ZADANIA LABORATORYJNE



**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

Ogólne regulacje

- Ten zestaw zadań laboratoryjnych zawiera 28 stron.
- Zawody części laboratoryjnej rozpoczynają się po wydaniu polecenia **Read**. Będziesz miał 15 minut na przeczytanie całego zestawu zadań. W tym czasie możesz tylko **czytać** ich tekst, **nie możesz nic pisać ani używać kalkulatora**.
- Możesz rozpocząć pracę natychmiast po wydaniu polecenia **Start**. Od tej chwili będziesz miał **5 godzin** na rozwiązywanie zadań.
- Możesz rozwiązywać zadania w dowolnej kolejności, ale zalecane jest **rozpoczęcie pracy od realizacji zadania P1**.
- Wszystkie wyniki i odpowiedzi muszą być w sposób jasny napisane **długopisem w odpowiednich, na to przeznaczonych miejscach** na poszczególnych stronach arkusza odpowiedzi. Odpowiedzi zapisane poza polami odpowiedzi nie będą oceniane.
- Jeśli potrzebujesz przestrzeni na brudnopis, użyj odwrotnej strony zestawu zadań. Pamiętaj, że **nic, co znajduje się poza obszarami przeznaczonymi na udzielanie odpowiedzi, nie będzie oceniane**.
- Oficjalna, anglojęzyczna wersja zestawu zadań jest dostępna na żądanie i służy jedynie wyjaśnieniu wątpliwości.
- Jeśli musisz wyjść z laboratorium (np. do toalety lub w celu zjedzenia kanapki/wypicia napoju), podnieś rękę z odpowiednią kartą. Asystent podejdzie do Ciebie i będzie Ci towarzyszył.
- Dla zapewnienia równości szans, półki nad stanowiskami laboratoryjnymi nie powinny być wykorzystywane w trakcie rozwiązywania zadań.
- Musisz **stosować się do przepisów bezpieczeństwa** określonych w Regulaminie IChO. Jeśli złamiesz zasady BHP, otrzymasz tylko jedno ostrzeżenie od asystenta. Jakiegokolwiek po pierwszym ostrzeżeniu sprzeniewierzenie się zasadom bezpieczeństwa spowoduje, iż zostaniesz usunięty z laboratorium i otrzymasz zero punktów za całą część laboratoryjną.
- Odczynniki i aparatura, jeśli nie zostanie podana inna informacja, zostaną uzupełnione lub wymienione bez utraty punktów tylko w ramach pierwszego zdarzenia. Każda następna sytuacja spowoduje utratę 1 punktu z ilości 40 pkt za całą część laboratoryjną.
- Kierownik laboratorium poinformuje o tym, że pozostało 30 minut do wydania polecenia **Stop**, kończącego zawody.
- Po wydaniu polecenia **Stop** musisz natychmiast zakończyć pracę. Kontynuowanie pracy lub pisanie przez minutę lub dłużej spowoduje wystawienie zera punktów za całą część laboratoryjną.
- Po wydaniu polecenia **Stop**, kierownik laboratorium przyjdzie do Ciebie i podpisze Twój arkusz odpowiedzi.
- Po podpisaniu arkusza przez kierownika i przez Ciebie włóż zestaw zadań do koperty i przekaż go do oceny razem z otrzymanym produktem i płytkami chromatograficznymi (TLC).
- W trakcie zawodów musisz nosić zapięty fartuch laboratoryjny. Obuwie musi całkowicie zakrywać stopę i piętę.
- Przez cały czas pracy laboratoryjnej musisz nosić okulary ochronne lub lecznicze. Niedozwolone jest używanie szkieł kontaktowych.
- W laboratorium nie wolno jeść ani pić. Niedozwolone jest także żucie gumy.
- Pracuj tylko w przeznaczonych do tego miejscach. Utrzymuj w porządku swoje i wspólne miejsce pracy.
- Nie można wykonywać samodzielnie zaplanowanych eksperymentów. Nie wolno modyfikować podanych w treści zadań procedur eksperymentalnych.
- Nie pipetuj ustami! Zawsze używaj specjalnej gruszki do napełniania pipet.
- Rozlane ciecze i stłuczone elementy szkła laboratoryjnego usuwaj niezwłocznie zarówno ze stanowiska pracy, jak i z podłogi.

- Wszystkie zlewki odczynników muszą być odpowiednio usunięte, aby zapobiec zanieczyszczeniu środowiska lub zranieniom. Roztwory wodne można wylać do zlewu. Zlewki organiczne trzeba umieścić w specjalnie oznaczonym zamykanym pojemniku.

Stałe fizyczne i równania

W podanych dalej zadaniach laboratoryjnych przyjmuje się, że aktywności wszystkich form w roztworach wodnych są dobrze przybliżane przez stężenia w mol L⁻¹. Dla dalszego uproszczenia wzorów i wyrażeń pomija się w nich standardowe stężenie $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$.

Stała Avogadra:

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

Uniwersalna stała gazowa:

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

Standardowe ciśnienie:

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

Ciśnienie atmosferyczne:

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

Zero skali Celsjusza:

$$273.15 \text{ K}$$

Stała Faradaya:

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

Wat:

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

Kilowatogodzina:

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

Stała Plancka:

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

Prędkość światła w próżni:

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

Ładunek elementarny:

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

Moc elektryczna:

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

Wydajność mocy:

$$\eta = P_{\text{uzyskana}} / P_{\text{zastosowana}}$$

Relacja Plancka-Einsteina:

$$E = hc/\lambda$$

Równanie stanu gazu doskonałego:

$$pV = nRT$$

Energia swobodna Gibbsa (entalpia swobodna):

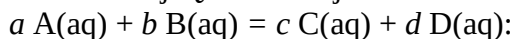
$$G = H - TS$$

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

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

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

Iloraz reakcji Q dla reakcji



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

Równanie Hendersona–Hasselbalcha

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

Równanie Nernsta–Petersona:

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

gdzie Q jest ilorazem reakcji dla reakcji półówkowej redukcji

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

Prawo Beera–Lamberta:

$$A = \epsilon l c$$

Równania kinetyczne w postaci całkowitej:

- zerowego rzędu:

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

- pierwszego rzędu:

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

- drugiego rzędu:

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

Czas połówkowy dla procesu 1. rzędu:

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

Liczbowo średnia masa molowa M_n :

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

Średnia masa molowa M_w :

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

Wskaźnik polidispersyjności I_p :

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

Uwaga

Jednostką stężenia molowego jest “M” albo “mol L⁻¹”:

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

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

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

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 -



Definicje Globalnego Systemu Klasyfikacji Chemikaliów (GHS)

Określenia zagrożenia dotyczące materiałów użytych w zadaniach. Ich znaczenie jest następujące.

Zagrożenia fizyczne

H225 Łatwopalna ciecz lub para.
H226 Palna ciecz i para.
H228 Palne ciało stałe.
H271 Może wywołać pożar lub eksplozję. Silny utleniacz.
H272 Może nasilić pożar; utleniacz.
H290 Może oddziaływać korozyjnie na metale.

Zagrożenia dla zdrowia

H301 Toksyczny po połknięciu.
H302 Szkodliwy w przypadku połknięcia.
H304 Połknięcie i dostanie się przez drogi oddechowe może grozić śmiercią.
H311 Toksyczny w kontakcie ze skórą.
H312 Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą
H314 Powoduje poważne oparzenia skóry i uszkodzenia oczu.
H315 Działa drażniąco na skórę.
H317 Może powodować reakcję alergiczną skóry.
H318 Powoduje poważne uszkodzenie oczu.
H319 Działa drażniąco na oczy.
H331 Działa toksycznie w następstwie wdychania.
H332 Działa szkodliwie w następstwie wdychania.
H333 Mogą być szkodliwe w przypadku wdychania.
H334 Może powodować objawy alergii lub astmy lub trudności w oddychaniu w następstwie wdychania.
H335 Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
H336 Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy.
H351 Podejrzewa się, że powoduje raka.
H361 Podejrzewa się, że działa szkodliwie na płodność lub na dziecko w łonie matki.
H371 Może powodować uszkodzenie narządów.
H372 Powoduje uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie.
H373 Może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie.

Zagrożenia dla środowiska

H400 Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne.
H402 Działa szkodliwie na organizmy wodne.
H410 Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
H411 Działa toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
H412 Działa szkodliwie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.

Odczynniki chemiczne

Do wszystkich zadań

Odczynniki	Oznaczony jako	Określenie zagrożenia GHS
Woda dejonizowana w: - tryskawce (stanowisko) - butelce plastikowej - (stanowisko) - Plastikowym kanistrze (pod wyciągiem)	Deionized Water	Nie jest szkodliwy
Etanol, w tryskawce	Ethanol	H225, H319
Próbka białego wina, 300 mL w bursztynowej plastikowej butelce	Wine sample	H225, H319

Do zadania P1

Odczynniki chemiczne	Oznaczone jako	Określenie zagrożenia GHS
4-nitrobenzaldehyd, 1.51 g w bursztynowej szklanej fiołce	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluent A, 20 mL w szklanej fiołce	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 mL w szklanej fiołce	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (nadtlenomonosiarczan potasu), 7.87 g w plastikowej butelce	Oxone [®]	H314
Próbka 4-nitrobenzaldehydu do TLC	TLC standard	H317, H319

Do zadania P2

Odczynniki chemiczne	Oznaczone jako	Określenie zagrożenia GHS
1 M roztwór tiocyjanianu potasu, 20 mL w butelce plastikowej	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M roztwór tiocyjanianu potasu, 60 mL w butelce plastikowej	KSCN 0.00200 M	Nie jest szkodliwy
1 M roztwór kwasu nadchlorowego, 10 mL w butelce plastikowej	HClO ₄	H290, H315, H319
0.00200 M roztwór żelaza(III), 80 mL w butelce plastikowej	Fe(III) 0.00200 M	Nie jest szkodliwy
0.000200 M roztwór żelaza(III), 80 mL w butelce plastikowej	Fe(III) 0.000200 M	Nie jest szkodliwy
0.3% roztwór nadtlenku wodoru, 3 mL w bursztynowej szklanej butelce	H ₂ O ₂	Nie jest szkodliwy

Do zadania P3

Odczynniki	Oznaczone jako	Określenie zagrożenia GHS
0.01 M roztwór jodu, 200 mL w brązowej plastikowej butelce	I₂	H372
0.03 M roztwór tiosiarczanu sodu, 200 mL w plastikowej butelce	Na₂S₂O₃	Nie jest niebezpieczny
1 M roztwór NaOH, 55 mL w plastikowej butelce	NaOH	H290, H314
2.5 M roztwór kwasu siarkowego, 80 mL w plastikowej butelce	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M roztwór jodku potasu, 25 mL w plastikowej butelce	KI	H372
Jodan potasu, ok. 100 mg (dokładna masa podana na etykiecie), w szklanej fiolce	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Roztwór skrobi, 25 mL w plastikowej butelce	Starch	Nie jest niebezpieczny

Wyposażenie**Dla wszystkich zadań**

Wyposażenie osobiste	Ilość
Gruszka do pipet	1
Okulary ochronne	1
1 L plastikowa butelka na zlewki organiczne, z napisem “Organic waste”	1
Ręczniki papierowe	15 arkuszy
Delikatne chusteczki papierowe	30 arkuszy
Łopatka metalowa (duża)	1
Łopatka metalowa (mała)	1
Stoper	1
Ołówek	1
Gumka	1
Czarny długopis	1
Marker do pisania na szkle	1
Linijka	1

Wyposażenie wspólne	Ilość
Lampa UV do wizualizacji płytek TLC	2 lampy w laboratorium
Kolorymeter	5 urządzeń w laboratorium
Rękawiczki	Wszystkie rozmiary (S, M, L, XL) dostępne na życzenie u asystenta
Pojemnik na lód	1 w laboratorium

Dla zadania 1

Wyposażenie osobiste	Ilość
Statyw laboratoryjny wyposażony w:	1
- Łącznik z małą łapą	2
- Łącznik z dużą łapą	1
Szlifowa kolba Erlenmeyera na 100 mL	1
Szlifowa kolba Erlenmeyera na 50 mL	1
Chłodnica zwrotna	1
Mieszadło magnetyczne z płytką grzejącą	1
Krystalizator	1
Magnetyczny element mieszający	1
Kolba ssawkowa	1
Lejek Büchnera z gumowym adapterem	1
Zamykana torebka plastikowa z 3 kawałkami bibuły filtracyjnej (sączkami)	1
Szalka Petriego	1
Komora do TLC, oznaczona “TLC elution chamber”	1
Zamykana torebka plastikowa z 3 płytkami TLC (ze wskaźnikiem fluorescencyjnym), oznaczona Kodem Zawodnika	1
Kapilary do TLC (w szalce Petriego)	4
Plastikowa pęseta	1
Szklany pręt	1
Cylinder miarowy, 25 mL	1
Zlewka, 150 mL	2

Plastikowy lejek do przesypywania osadów (proszków)	1
Jednorazowa pipeta plastikowa	2
Fiolki z bursztynowego szkła do próbek TLC, o pojemności 1.5 mL, z korkiem, oznaczone C i R	2
Zważona fiołka z bursztynowego szkła o pojemności 10 mL, z korkiem, oznaczona Kodem Zawodnika	1
Magnetyczny pręt do wyciągania mieszadełka	1

Do zadania P2

Wypożyczenie osobiste	Ilość
Pipeta o ustalonej jednej objętości, 10 mL	1
Pipeta z podziałką, 10 mL	3
Pipeta z podziałką, 5 mL	3
Statyw na probówki	1
Probówki	15
Korki do probówek	7
Kuweta do kolorimetru, o długości drogi optycznej 1.0 cm	2
Zlewka, 100 mL	2
Jednorazowa pipeta plastikowa	15

Do zadania P3

Wypożyczenie osobiste	Ilość
Statyw laboratoryjny z uchwytem do biurety	1
Biureta, 25 mL	1
Szklany lejek	1
Kolba Erlenmeyera, 100 mL	3
Kolba Erlenmeyera, 250 mL	3
Zlewka, 150 mL	1
Zlewka, 100 mL	2
Kolba miarowa, 100 mL, z korkiem	1
Pipeta o ustalonej jednej objętości, 50 mL	1
Pipeta o ustalonej jednej objętości, 25 mL	1
Pipeta o ustalonej jednej objętości, 20 mL	1
Cylinder miarowy, 25 mL	1
Cylinder miarowy, 10 mL	1
Cylinder miarowy, 5 mL	1
Jednorazowa pipeta plastikowa	3
Parafilm	20 arkuszy

Zadanie P1 13% całości	Pytanie	Wydajność	Czystość	TLC	P1.1	P1.2	Suma
	Punkty	12	12	8	2	3	37
	Ocena						

Zadanie P1. Przyjazne dla środowiska utlenianie nitrobenzaldehydu

W ostatnich dekadach chemicy starają się zastępować szkodliwe odczynniki używane w procesach utleniania, aby zredukować konieczność oczyszczania toksycznych ścieków. W tym zadaniu jako środek utleniający wybrano nadtlenomonosiarczan potasu, ponieważ wytwarza on tylko nietoksyczne i niezanieczyszczające środowisko sole siarczanowe. Na stanowisku laboratoryjnym znajduje się on jako Oxone®. Ponadto, sama reakcja jest przeprowadzana w mieszaninie wody i etanolu, które są klasyfikowane jako rozpuszczalniki nie szkodzące środowisku (green solvents).

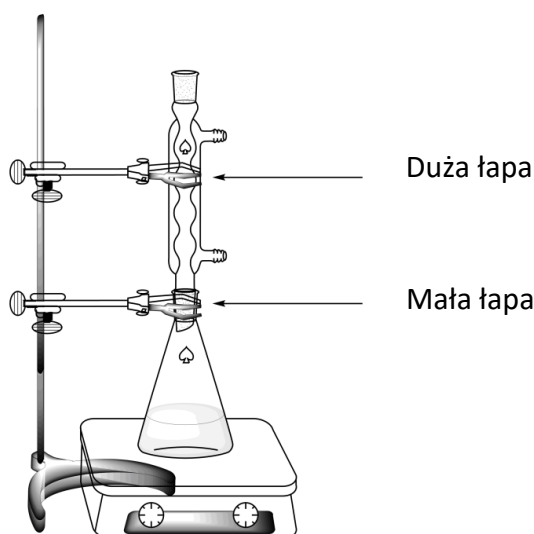
Twoje zadanie będzie polegało na przeprowadzeniu utlenienia 4-nitrobenzaldehydu, rekrytalizacji produktu, porównaniu eluentów użytych do TLC i sprawdzeniu na płytkach TLC czystości produktu.

Uwaga: Zlewki etanolu i eluentów muszą być wylwane do butelki z napisem “Organic waste”.

Procedura

I. Utlenienie 4-nitrobenzaldehydu

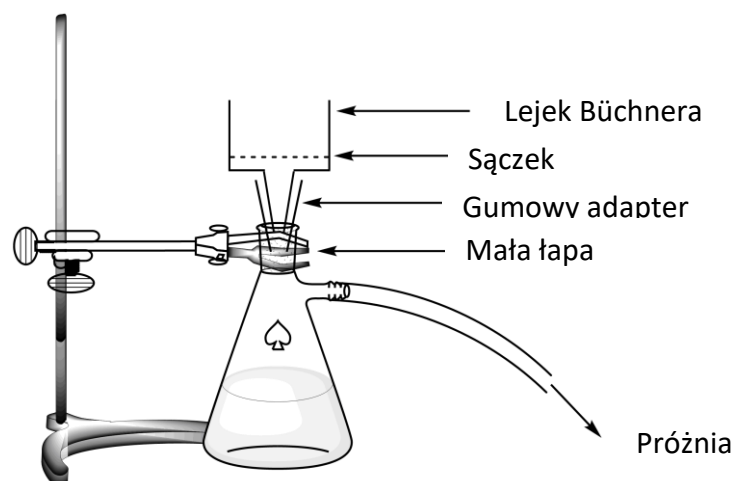
- Zmieszaj** 20 mL wody i 5 mL etanolu.
- Umieść** mieszadło magnetyczne w kolbie stożkowej Erlenmeyera ze **szlifem**, o poj. 100 mL.
- Przenieś** do tej kolby Erlenmeyera, wstępnie odważone 1.51 g 4-nitrobenzaldehydu. **Dodaj** całą wcześniej przygotowaną mieszaninę woda/etanol. **Przymocuj** kolbę Erlenmeyera do statywu. **Rozpocznij mieszanie**, a następnie **dodaj** wcześniej odważone 7.87 g odczynnika Oxone®.
- Połącz** chłodnicę zwrotną z kolbą, zaczynając od poluzowania dużej łapy, w której jest umieszczona chłodnica, a następnie dopasuj szlify (popatrz na rysunek 1). **Podnieś** swoją kartę HELP. Asystent obecny w laboratorium podejdzie, aby podłączyć wodę do chłodnicy i ustawić ogrzewanie na mieszadle.
- Ogrzewaj** mieszaninę reakcyjną, utrzymując ją w łagodnym wrzeniu pod chłodnicą zwrotną (tak aby z chłodnicy spadała ok. 1 kropla na sekundę), przez 45 minut. Znak znajdujący się na podgrzewaczu odpowiada mocy niezbędnej do utrzymywania mieszaniny w łagodnym wrzeniu (refluksie).



Rys 1. Zestaw do ogrzewania mieszaniny reakcyjnej pod chłodnicą zwrotną

6. Następnie **wyłącz** ogrzewanie płyty mieszadła. **Usuń** gorące mieszadło i **pozwól**, aby mieszanina reakcyjna ochładzała się przez 10 minut. Następnie **umieść** kolbę z mieszaniną w krystalizatorze wypełnionym wodą z lodem. **Pozostaw** ją tam na kolejne 10 minut.

7. **Zestaw** aparat do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem (patrz rysunek 2) używając lejka Büchnera, krążka bibuły filtracyjnej i kolby ssawkowej przymocowanej do statywu za pomocą małej łapy. **Podnieś** swoją kartę "HELP". Wtedy podejdzie asystent i pokaże, jak podłączyć kolbę ssawkową do źródła podciśnienia.



Rys. 2. Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem

8. **Zwilż** bibułę filtracyjną wodą i **upewnij się**, że bibuła przykrywa wszystkie otwory w lejku Büchnera.

9. **Wylej** zawiesinę surowego produktu na lejek Büchnera i **podłącz** próżnię. **Przemyj** dokładnie stały osad wodą dejonizowaną (przynajmniej 4×20 mL).

10. **Pozwól**, aby powietrze było zasysane przez osad przez 5 min, w celu wstępnego osuszenia produktu. **Odlącz** źródło próżni. **Użyj** małej łopatki do przeniesienia niewielkiej ilości produktu (na końcu łopatki) do fiolki z bursztynowego szkła o pojemności 1.5 mL, **oznaczonej literą C**. **Zamknij** fiolkę i **zachowaj** ją do części III.

11. **Przenieś** cały pozostały osad do 50 mL szlifowej kolby Erlenmeyera.

12. **Wylej** przesącz do butelki oznaczonej "Organic waste" i **przemyj** kolbę ssawkową i lejek Büchnera etanolem i wodą. **Użyj** butelki "Organic waste" do pozbycia się zlewek etanolowych.

II. Rekrytalizacja produktu

1. **Zmieszaj** 9 mL wody i 21 mL of etanolu.

2. **Przeprowadź rekrytalizację** surowego produktu umieszczonego w 50 mL szlifowej kolbie Erlenmeyera, za pomocą odpowiedniej ilości mieszaniny woda/etanol, wykorzystując ten sam zestaw, który był używany poprzednio do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną (patrz rys. 1). **Podnieś** swoją kartę HELP. Asystent podejdzie do ciebie i włączy przepływ wody i ogrzewanie. Jeśli zachodzi taka potrzeba, **dodawaj** rozpuszczalnik przez górny wlot chłodnicy.

3. Kiedy produkt wykrytalizuje **zastosuj** tę samą procedurę, co opisana poprzednio (I.7 do I.10) w celu odsączenia osadu. **Użyj** małej łopatki do przeniesienia na jej końcu jednej niewielkiej

porcji przekrystalizowanego produktu do 1.5 mL fiolki z bursztynowego szkła, **oznaczonej literą R. Zamknij** fiolkę i zachowaj ją do części III.

4. **Przenieś** oczyszczony osad do wstępnie zważonej fiolki oznaczonej Kodem zawodnika. **Zamknij** fiolkę.

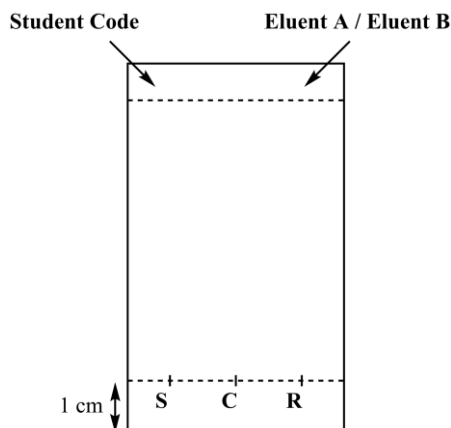
5. **Wylej** przesącz do butelki “Organic waste” i **podnieś** kartę HELP. Asystent podejdzie do ciebie i wyłączy przepływ wody w chłodnicy.

III. Analiza TLC

1. Przygotuj komorę do przeprowadzenia chromatografii TLC. **Napełnij** komorę do ok. 0.5 cm wysokości eluentem A. Przykryj komorę szalką Petriego. **Poczekaj**, aż eluent wysyci przestrzeń komory chromatograficznej.

2. Przygotuj swoje próbki. Otrzymałeś próbkę 4-nitrobenzaldehydu umieszczoną we fiolce z bursztynowego szkła oznaczonej jako **TLC standard** (określany jako **S** na płytce TLC). Zachowałeś również próbkę swojego surowego produktu (fiolka **C**) i przekrystalizowanego produktu (fiolka **R**) w 2 innych fiolkach z bursztynowego szkła. **Dodaj** ok. 1 mL etanolu do każdej fiolki, w celu rozpuszczenia próbek.

3. Przygotuj swoją płytkę TLC. Za pomocą ołówka **narysuj** ostrożnie linię startową (1 cm powyżej dolnego brzegu płytki) i **zaznacz** miejsca, w których naniesiesz 3 próbki. **Oznacz** je jako **S** (materiał wyjściowy), **C** (surowy produkt) i **R** (produkt rekrytalizowany), zgodnie z opisem na rys. 3. W lewym górnym rogu płytki, **napisz** twój **Kod Zawodnika**. W prawym górnym rogu płytki, **napisz** oznaczenie eluenta, który używasz do rozwinięcia płytki (pierwszy to **Eluent A**, a następny to **Eluent B**). **Nanieś** trzy próbki na płytkę, używając przygotowanych kapilar.



Rys. 3. Przygotowanie płytki TLC

4. Przeprowadź analizę TLC. Za pomocą pęsety **włóż** płytkę TLC do komory chromatograficznej i **przykryj** ją szalką Petriego. Pozwól, aby eluent **osiągnął** odległość ok. 1 cm poniżej górnej krawędzi płytki. Za pomocą pęsety **wyjmij** płytkę, zaznacz czoło eluentu ołówkiem i pozwól płytce wyschnąć na powietrzu.

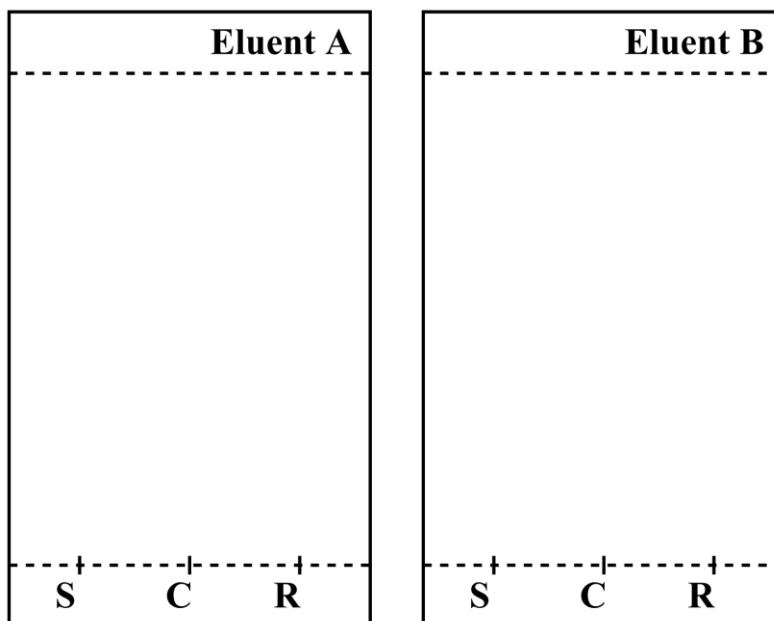
5. Wywołaj płytkę TLC. **Umieść** płytkę TLC pod lampą UV znajdującą się na wspólnym stole laboratoryjnym. Za pomocą ołówka, **obrysuj** wszystkie widoczne plamki.

6. Wylej eluent do butelki z napisem “Organic waste”.

7. Powtórz etapy 1, 3, 4, 5 i 6 używając eluentu B.

8. Umieść twoje płytki w zamykanej plastikowej torebce z Kodem Zawodnika.

Przedstaw wyniki twojej analizy TLC (**uzupełnij** poniższe schematy obrazami swoich wyników). Możesz użyć tych rysunków do stworzenia schematycznego obrazu swoich płytek TLC, co może pomóc ci odpowiedzieć na następujące niżej pytania. Schemat nie będzie oceniany.



Po zakończeniu zawodów, asystent w twoim laboratorium odbierze od ciebie następujące rzeczy:

- Szklaną fiolkę oznaczoną **Kodem Zawodnika**, zawierającą twój przekrystalizowany produkt;
- Płytki TLC (A i B) umieszczone w zamykanej torebce plastikowej oznaczonej **Kodem Zawodnika**.

Przekazane rzeczy:

Przekrystalizowany produkt ☐

TLC płytka A ☐

TLC płytka B ☐

Podpis

Zawodnik

Kierownik laboratorium

Pytania

1. **Zaproponuj** strukturę końcowego produktu organicznego powstającego w reakcji 4-nitrobenzaldehydu i odczynnika Oxone[®].

2. Na podstawie swoich wyników TLC, **odpowiedz** na następujące pytania.

• Który eluent jest lepszy do śledzenia postępu reakcji?

• ☐ **A** ☐ **B**

• Surowy produkt (C) zawiera śladowe ilości 4-nitrobenzaldehydu

☐ **Prawda** ☐ **Falsz**

• Rekrystalizowany produkt (R) zawiera śladowe ilości 4-nitrobenzaldehydu.

☐ **Prawda** ☐ **Falsz**

Zadanie P2 14% całości	Pytanie	Kalibracja	Oznaczenie żelaza	P2.1	P2.2	P2.3	Określenie stechiometrii	P2.4	P2.5	Suma
	Punkty	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Ocena									

Zadanie P2. Zawartość żelaza w winie

Żelazo jest pierwiastkiem, które może w sposób naturalny występować w winie. Jeśli jego stężenie przekracza od 10 do 15 mg na litr, to utlenianie żelaza(II) do żelaza(III) może doprowadzić do utraty jakości wina, z powodu tworzenia się osadu. Konieczne jest zatem oszacowanie zawartości żelaza w winie w trakcie jego wytwarzania.

Ze względu na bardzo niskie stężenie form żelaza, do jego ilościowego oznaczenia wykorzystuje się barwny kompleks żelaza(III) z tiocyjanianem SCN^- jako ligandem i przeprowadza pomiar spektrofotometryczny.

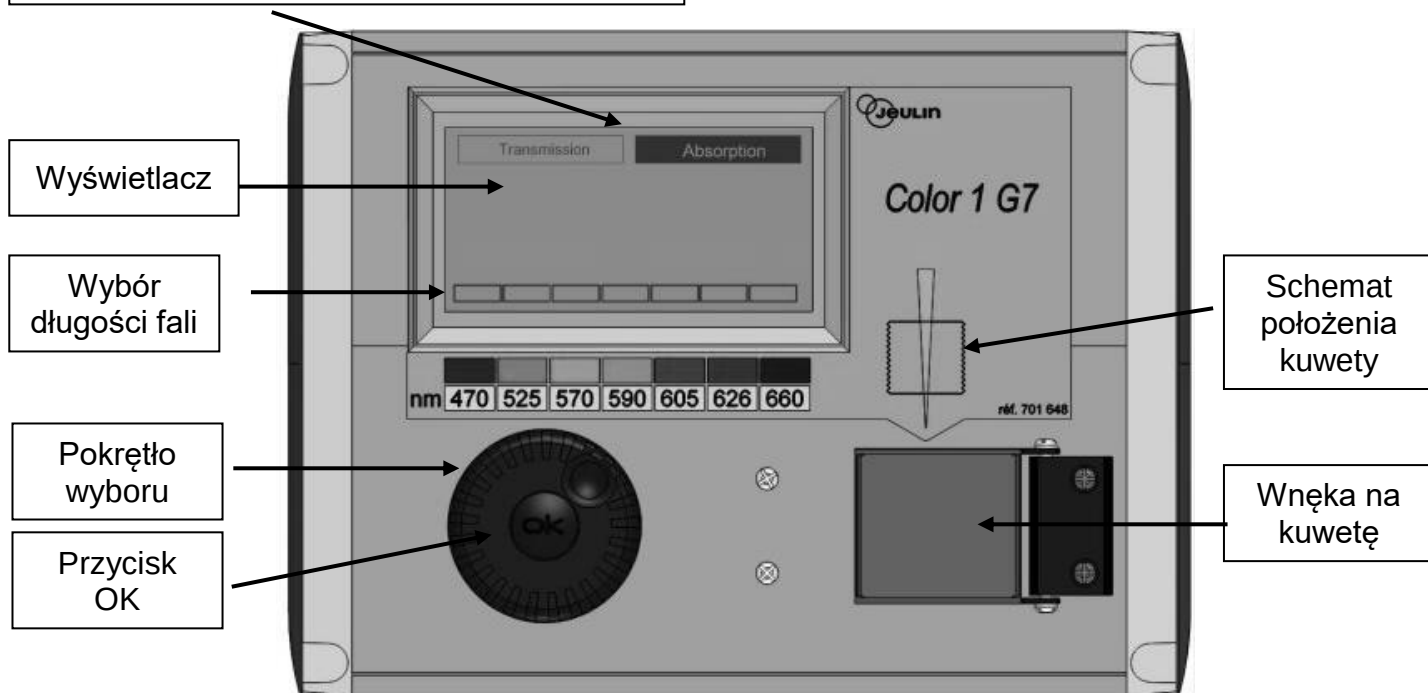
Twoim zadaniem jest spektrofotometryczne oznaczenie całkowitej zawartości żelaza w otrzymanej próbce białego wina i wyznaczenie stechiometrii kompleksu tiocyjanian-żelazo(III).

OSTRZEŻENIA

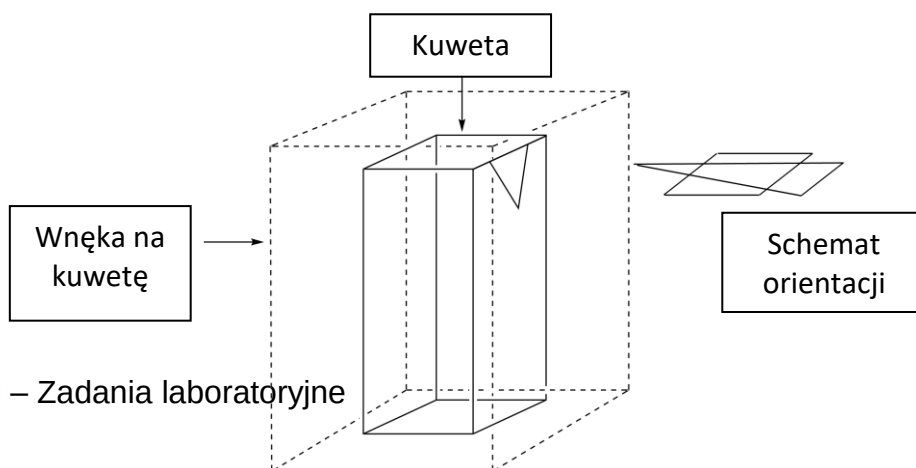
- W celu wykonania tego zadania otrzymujesz dwa roztwory żelaza(III) i dwa roztwory tiocyjanianu potasu o różnych stężeniach. Zachowaj daleko posuniętą ostrożność, aby nie pomylić tych roztworów.
- Kiedy roztwory będą gotowe do wykonania pomiarów spektrofotometrycznych, zmierz absorbancje nie później niż po upływie godziny po dodaniu tiocyjanianu.
- Kiedy będziesz potrzebował użycia kolorymetru, podnieś rękę z kartą z napisem HELP. Asystent poda Ci kolorymetr oznaczony kodem. Będziesz mógł być jedynym użytkownikiem tego kolorymetru w ciągu nie więcej niż 15 minut. Po zakończeniu pracy przez Ciebie lub po upływie tych 15 minut asystent odbierze od Ciebie kolorymetr. Jeśli w danej chwili nie będzie dostępnego kolorymetru, zostaniesz wpisany na listę oczekujących.
- Instrukcja obsługi kolorymetru podana jest na następnej stronie.
- W celu rozwiązania niniejszego zadania możesz poprosić o kolorymetr tylko trzy razy.

Instrukcja obsługi kolorymetru

Tryb pracy: absorbancja/transmitancja



- Włącz kolorymetr.
- Sprawdź czy podświetlony jest napis “Absorbance”. Jeśli nie, obracaj pokrętko wyboru trybu pracy tak długo, aż dookoła napisu “Absorbance” pojawi się linia przerywana i wtedy naciśnij przycisk OK.
- Obracaj pokrętko wyboru, aż linia przerywana pojawi się dookoła pożądanej długości fali (470 nm). Naciśnij przycisk OK.
- Umieść we wnęce pomiarowej kuwetę o wysokości ok. 3 cm z roztworem odniesienia (*blank*). Upewnij się, że wybrałeś odpowiednie położenie (sprawdź to na schemacie orientacji umieszczonym na kolorymetrze - promień skierowany jest zgodnie z kierunkiem żółtej strzałki, patrz rysunek poniżej) i naciśnij kuwetę aż do jej końcowego położenia. Zamknij pokrywę.
- Obracaj pokrętko wyboru tak długo, aż linia przerywana pojawi się wokół “Absorbance” i wtedy naciśnij przycisk OK. Za pomocą pokrętki wyboru doprowadź do podświetlenia “Calibration” i naciśnij przycisk OK.
- Poczekaj na ustalenie się odczytu na wartości 0,00 (lub –0,00).
- Umieść we wnęce kuwetę o wysokości ok. 3 cm z analizowanym roztworem. Zamknij pokrywę.
- Odczytaj wartość absorbancji.



I. Oznaczanie zawartości żelaza w winie

Do wykonania tej części zadania potrzebny będzie 0,000200 M roztwór żelaza(III) oraz 1 M roztwór tiocyjanianu potasu.

Sposób postępowania

1. **Przygotuj** 6 probówek przez dodanie do każdej z nich wymaganej objętości dostarczonych roztworów, zgodnie z opisem w poniższej tabeli. Przyjmij, że objętości roztworów są addytywne.

Nr probówki #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M roztwór żelaza(III)	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M roztwór kwasu nadchlorowego	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Wino					10,0 mL	10,0 mL
Roztwór nadtlenu wodoru					0,5 mL	0,5 mL
Woda dejonizowana	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

2. **Zamknij korkiem** probówki i wymieszaj ich zawartość, aby stała się **jednorodna**.

3. **Dodaj** 1,0 mL 1 M roztworu tiocyjanianu potasu do probówek 1, 2, 3, 4 i 5. **Nie** dodawaj go do probówki numer 6. **Zamknij korkiem** probówki i wymieszaj ich zawartość, aby stała się **jednorodna**.

4. Kiedy wszystkie probówki będą już przygotowane, **podnieś** rękę z kartą HELP, aby otrzymać kolorymetr od asystenta.

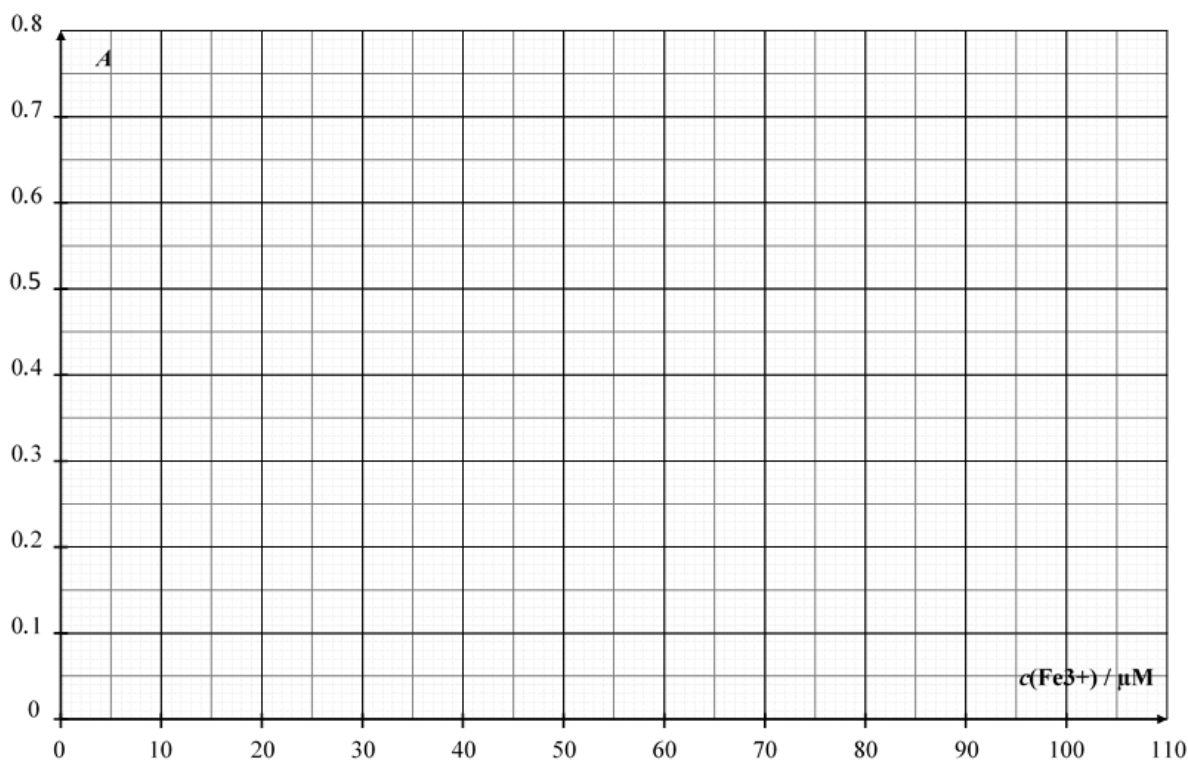
5. **Przygotuj** kolorymetr do pomiaru zgodnie z opisanym wcześniej (s. 17) sposobem postępowania. **Ustaw** długość fali na 470 nm. **Użyj** dejonizowanej wody jako ślepej próby (roztworu odniesienia, *blank*).

6. Dla każdej probówki (od 1 do 6) zmierz absorbancję dla tej długości fali. Wyniki **zapisz** w poniższej tabeli. Aby zwrócić kolorymetr, **podnieś rękę** z kartą HELP.

Nr probówki #	1	2	3	4	5	6
Absorbancja (dla 470 nm)						
Analityczne stężenie Fe^{3+} w próbce $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Kod kolorymetru						

Pytania

1. **Narysuj wykres** zależności absorbancji A , dla probówek **1 – 4**, od analitycznego stężenia Fe^{3+} w probówce.



- Poniżej zaznacz pola, odpowiadające danym, których użyjesz do swojej krzywej kalibracyjnej.

Nr probówki #	1	2	3	4
Wartości absorbancji użyte do krzywej kalibracyjnej				

2. Wykorzystując poprzedni wykres i wybrane przez Ciebie dane, **narysuj** prostoliniowy wykres kalibracyjny na poprzednim wykresie. **Wyznacz** analityczne stężenie Fe^{3+} (w $\mu\text{mol L}^{-1}$) w probówce 5.

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

Jeśli nie możesz wyznaczyć $c(\text{Fe}^{3+})$, przyjmij wartość $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ w dalszej części zadania

3. **Oblicz stężenie** masowe żelaza, w mg na litr, w badanym białym winie.

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

Wyznaczenie stechiometrii kompleksu

W tej części zadania potrzebne będą następujące roztwory: 0,00200 M roztwór żelaza(III) oraz 0,00200 M roztwór tiocyjanianu potasu.

Sposób postępowania

W pierwszej części tego zadania wykorzystaliśmy barwę tiocyjanianowego kompleksu żelaza(III) do oznaczania stężenia żelaza w próbce wina. Celem realizacji części II tego zadania jest badanie stechiometrii kompleksu $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (skoordynowane cząsteczki wody nie są pokazane), gdzie a i b są liczbami całkowitymi nie większymi od 3.

Dla realizacji tej części zadania masz do dyspozycji następujące wodne roztwory:

- 0,00200 M roztwór żelaza(III) (wstępnie już zakwaszony) (80 mL)
- 0,00200 M roztwór tiocyjanianu potasu (80 mL)

Masz do dyspozycji także probówki (z korkami, które możesz wymyć i wysuszyć), pipety z podziałką, kuwetę spektrofotometryczną, kolorymetr (na żądanie) oraz wszelkie inne akcesoria i sprzęt znajdujący się na Twoim stanowisku pracy, jeśli uznasz go za przydatny.

1. **Wypełnij** pierwsze trzy wiersze poniższej tabeli, które pozwolą Ci wyznaczyć stechiometrię kompleksu metodą spektrofotometryczną. *Nie musisz wypełniać wszystkich kolumn.* **Oblicz** ułamek molowy żelaza(III) w każdej próbce na podstawie następującego wzoru:

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

Nr próbki #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Objętość 0,00200 M roztworu żelaza (III) $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Objętość 0,00200 M tiocyjanianu potasu $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Ułamek molowy żelaza(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbancja (dla 470 nm)									
Kod kolorymetru									

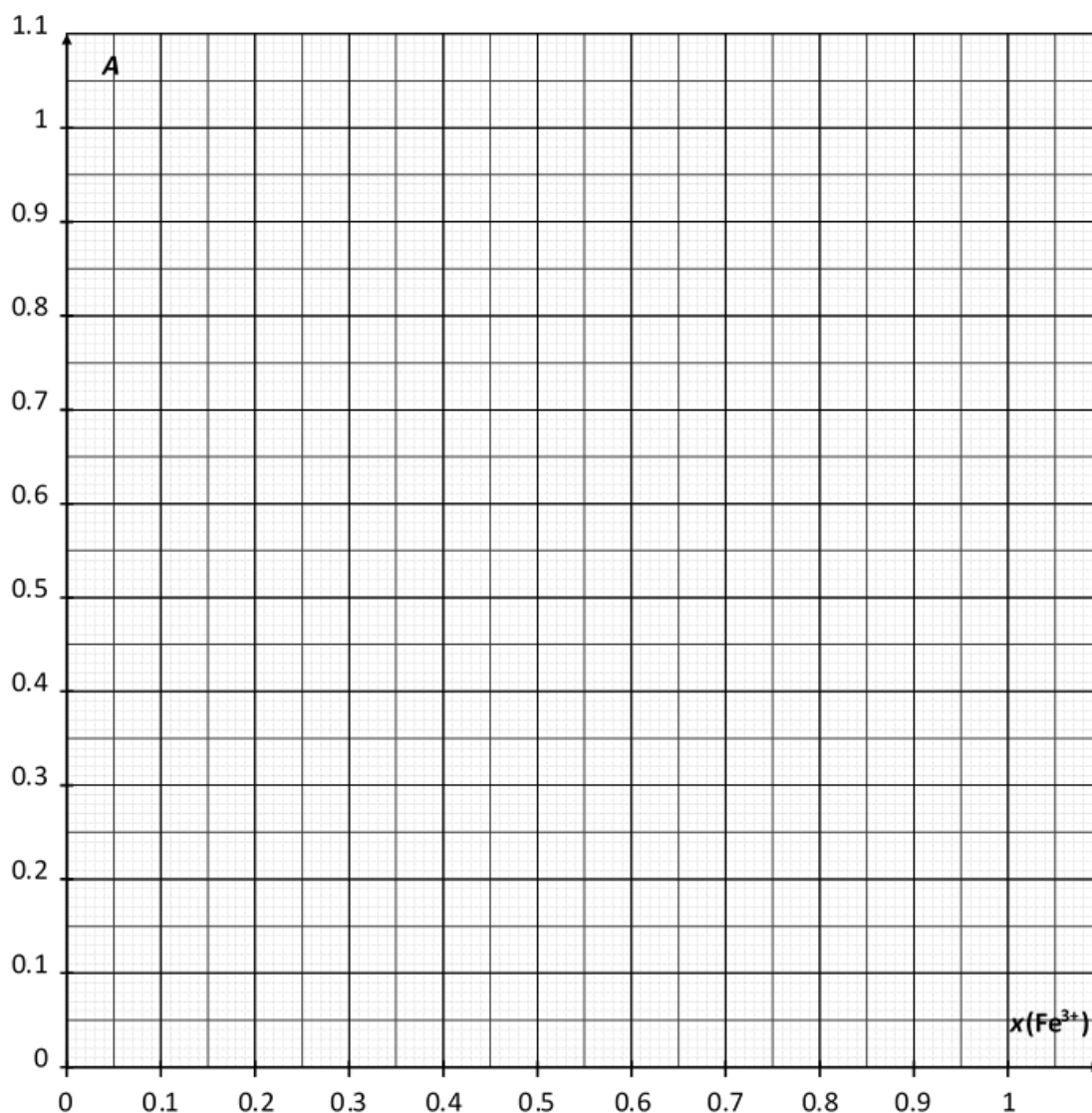
2. **Przygotuj** próbki. Gdy wszystkie będą już gotowe, podnieś kartę HELP, aby otrzymać kolorymetr od asystenta.

3. **Przygotuj** kolorymetr do pomiaru na podstawie opisanego wyżej sposobu postępowania (strona 17). **Ustaw** długość fali na 470 nm. **Użyj** wody dejonizowanej jako roztworu odniesienia (*blank*).

4. **Zmierz** wartości absorbancji dla każdej próbki, dla tej długości fali. Wyniki **zapisz** w poprzedniej tabeli.

Pytania

I. Narysuj wykres absorbancji A , dla próbek, w funkcji ułamka molowego żelaza(III) $x(\text{Fe}^{3+})$.



II. Na podstawie wyników przeprowadzonych doświadczeń **wyznacz** stechiometrię kompleksu $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

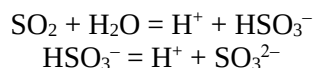
$a =$ _____

$b =$ _____

Zadanie P3 13% całości	Pytanie	Miareczk. I	Miareczk. II	Miareczk. III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Suma
	Punkty	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Ocena									

Zadanie P3. Przechowywanie wina

Dwutlenek siarki, SO_2 , jest używany jako konserwant zwiększający trwałość win. SO_2 wprowadzony do wina może reagować z wodą, tworząc jony wodorosiarczynowe (wodorosiarczanowe(IV)) HSO_3^- i protony, H^+ . Wodorosiarczyn może także ulec przemianie w siarczyn (siarczan(IV)), SO_3^{2-} , poprzez utratę drugiego protonu.



Te trzy różne formy dwutlenku siarki występujące w wodzie mogą reagować ze związkami chemicznymi zawartymi w winie, takimi jak aldehyd octowy, barwniki, cukry itd, z wytworzeniem produktów P. Całkowite stężenie dwutlenku siarki jest sumą stężeń “wolnych” form (SO_2 , HSO_3^- i SO_3^{2-}) oraz P.

Stężenie konserwantu musi być kontrolowane, ponieważ u niektórych osób siarczyny i dwutlenek siarki wywołują negatywne skutki. W Unii Europejskiej ustalono maksymalne całkowitą zawartość dwutlenku siarki na poziomie 100 mg L^{-1} dla wina czerwonego i 150 mg L^{-1} dla wina białego lub różowego.

Twoim zadaniem jest wyznaczenie całkowitego stężenia dwutlenku siarki w otrzymanym białym winie na podstawie wyników miareczkowania jodometrycznego.

Sposób postępowania

I. Nastawianie miana roztworu tiosiarczanu sodu

- Otrzymałeś próbkę ok. 100 mg czystego jodanu potasu KIO_3 . Dokładna masa napisana jest na etykiecie fiolki. **Zapisz** ją w poniższej tabeli.
- Przygotuj** 100 mL roztworu jodanu potasu w kolbce miarowej o objętości 100 mL, zużywając całą próbkę stałego jodanu potasu i używając wody dejonizowanej. Roztwór ten jest oznaczony jako **S**.
- Do kolbki Erlenmeyera o poj. 100 mL, **dodaj**:
 - 20 mL roztworu **S** – za pomocą pipety o takiej ustalonej objętości;
 - 5 mL roztworu jodku potasu (0,5 M) - za pomocą cylindra o poj. 5 mL z podziałką;
 - 10 mL roztworu kwasu siarkowego (2,5 M) – za pomocą cylindra o poj. 10 mL z podziałką.
- Wymieszaj ruchem wirowym** zawartość kolbki Erlenmeyera, **zaklej** jej wylot parafilmem i **włóż** do szafki na przynajmniej pięć minut.
- Napełnij biurete** otrzymanym roztworem tiosiarczanu, używając w tym celu zlewki. **Miareczkuj** zawartość kolby Erlenmeyera, stale mieszając ruchem wirowym jej zawartość. Kiedy ciecz stanie się bladożółta, **dodaj** dziesięć kropli roztworu skrobi i **kontynuuj miareczkowanie** do czasu, aż roztwór stanie się bezbarwny. **Zapisz** objętość titranta V_1 .
- W miarę potrzeby powtórz** procedurę miareczkowania (etapy 3-5).

Masa jodanu potasu (zapisz wartość na etykiecie)	
Numer analizy ^o	V_1 / mL
1	
2	
3	
Ostateczna wartość V_1 / mL	

II. Nastawianie miana roztworu jodu

1. Za pomocą pipety o ustalonej, pojedynczej objętości **przenieś** 25 mL roztworu jodu oznaczonego jako I_2 do kolbki Erlenmeyera o obj. 100 mL.
2. **Miareczkuj** zawartość kolbki Erlenmeyera roztworem tiosiarczanu sodu. Kiedy ciecz stanie się bladożółta, **dodaj** dziesięć kropli roztworu skrobi i **kontynuuj miareczkowanie** do czasu, aż roztwór stanie się bezbarwny. **Zapisz** objętość titranta V_2 .
3. W miarę potrzeby **powtórz** procedurę miareczkowania (etapy 1-2).

Nr analizy ^o	V_2 / mL
1	
2	
3	
Ostateczna wartość V_2 / mL	

III. Oznaczanie całkowitej zawartości dwutlenku siarki

1. Za pomocą pipety o ustalonej pojedynczej objętości **przenieś** 50 mL wina do kolbki Erlenmeyera o poj. 250 mL.
2. Za pomocą cylindra miarowego o poj. 25 mL **dodaj** 12 mL roztworu wodorotlenku sodu (1 M). Zamknij wylot kolbki parafilmem, **wymieszaj ruchem wirowym** jej zawartość i pozostaw w spokoju na przynajmniej 20 minut.
3. **Dodaj** 5 mL roztworu kwasu siarkowego (2.5 M) i ok. 2 mL roztworu skrobi – za pomocą jednorazowej (plastikowej) pipety z podziałką.
4. **Miareczkuj** zawartość kolbki Erlenmeyera za pomocą roztworu jodu z biurety do czasu, aż pojawi się ciemne zabarwienie, utrzymujące się przez przynajmniej 15 sekund. **Zapisz** objętość titranta V_3 .
5. W miarę potrzeby powtórz procedurę miareczkowania (etapy 1-4).

Nr analizy ^o	V_3 / mL
1	
2	
3	
Ostateczna wartość V_3 / mL	

Pytania

1. **Zapisz** uzgodnione równania wszystkich reakcji zachodzących w trakcie nastawiania miana roztworu tiosiarczanu sodu.

2. **Oblicz** stężenie molowe roztworu tiosiarczanu sodu. Masa molowa jodanu potasu wynosi $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Jeśli nie możesz obliczyć $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, w dalszych obliczeniach przyjmij wartość $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol L}^{-1}$

3. **Oblicz** stężenie molowe roztworu jodu.

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

Jeśli nie możesz obliczyć $c(\text{I}_2)$, w dalszych obliczeniach przyjmij wartość $c(\text{I}_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$

4. **Zapisz** równanie reakcji między jodem I_2 i dwutlenkiem siarki SO_2 , zakładając, że dwutlenek siarki ulega utlenieniu do jonów siarczanowych SO_4^{2-} .

5. **Oblicz** stężenie masowe, w mg na litr, całkowitej ilości dwutlenku siarki w winie. Masa molowa dwutlenku siarki wynosi $M(\text{SO}_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(\text{SO}_2) = \text{_____} \text{ mg L}^{-1}$$

Punkty karne

Zdarzenie #	Podpis zawodnika	Podpis kierownika laboratorium
1 (bez punktów karnych)		
2		
3		
4		
5		