

Kokeellinen osa

"Bonding the World with Chemistry"

49th INTERNATIONAL CHEMISTRY OLYMPIAD

Nakhon Pathom, Thaimaa



Yleiset ohjeet.

- **Sivut:** Tässä kokeessa on 36 sivua kokeellisen osan tehtäviä (mukaan lukien vastaustilat). Tehtäviä on yhteensä 3: Tehtävä 1A, Tehtävä 1B ja Tehtävä 2.
- **Kokeen lukeminen:** Kilpailijoilla on 15 minuuttia aikaa lukea koetta ennen aloitusta. Kokeen virallinen englanninkielinen versio on nähtävissä pyydettyä varten.
- **Koeaika:** Kilpailijoilla on yhteensä 5 tuntia aikaa kaikkien tehtävien tekemiseen. Kun suunnittelet työskentelyäsi, ota huomioon, että monet vaiheet vievät 20-30 min.
- **Start/Stop:** Kilpailijoiden pitää aloittaa työskentely **“Start”**-komennon jälkeen ja lopettaa heti, kun **“Stop”**-komento annetaan.
 - Valvoja ilmoittaa viimeisen 30 minuutin alkamisesta ennen **“Stop”**-komentoa.
 - Työskentelyn lopettamisen viivyttäminen yhellä minuutilla **“Stop”**-komennon jälkeen johtaa kokeellisen osan hylkäämiseen.
 - Kun **“Stop”**-komento on annettu, aseta koepaperisi kirjekuoreen ja odota työpisteelläsi. Valvoja kerää koepaperisi ja arvosteltaviksi palauttamasi esineet, ja tarkastaa työpisteesi.
- **Turvallisuus:** Sinun tulee noudattaa IChO:n säännöissä annettuja turvallisuusmääräyksiä. Kun olet laboratoriossa, sinun täytyy käyttää suojalaseja. Voit käyttää annettuja käsineitä käsitellessäsi kemikaaleja.
 - Jos rikot IChO:n säännöissä annettuja turvallisuusmääräyksiä, saat valvojalta vain **yhden varoituksen**. Mikä tahansa turvallisuusmääräysten rikkominen varoituksen jälkeen johtaa laboratoriosta poistamiseen ja nolleen pisteeseen koko kokeellisesta osasta.
 - Syöminen ja juominen on laboratoriossa kielletty.
 - **Pipetointi suulla on ankarasti kielletty.**
 - Älä epäröi kysyä valvojalta turvallisuusasioista. Ilmoita valvojalle, jos sinun täytyy poistua laboratoriosta vessatauolle tai välipalalle.
- **Työskentelyalue:** Saat työskennellä vain sinulle varatulla alueella. Yhteisten alueiden ja välineiden tulee olla puhtaita käytön jälkeen.
- **Lisäkemikaalit/korvaavat tavarat:** Jos ei erikseen mainittu, kemikaaleja tai laboratoriovälineitä ei ole tarkoitus saada lisää. Kemikaaleja tai välineitä saa kuitenkin lisää vahingon sattuessa. Ensimmäisestä lisäyksestä/korvauksesta ei tule pistemenetyksiä. Seuraavista kemikaalilisäyksistä tai välinekorvauksista vähennetään aina 1 piste kokeellisen osan kokonaispisteistä (40 pistettä).

- **Jätteiden hävittäminen:** Jätä kaikki kemikaalit ja laboratoriovälineet työpisteellesi. Jokaisen työn kemikaalijätteet tulee kerätä niille varattuihin astioihin.
- **Vastauspaperit:** Kaikki tulokset tulee kirjata selkeästi niille varattuihin vastausalueisiin arvostelua varten. Vain kuulakärkikynällä kirjoitetut vastaukset arvostellaan.
 - Varmista, että opiskelijakoodisi on kirjattu jokaiselle paperille.
 - Käytä vain annettuja kuulakärkikyniä.
 - Vastausalueiden ulkopuolelle kirjoitettuja vastauksia ei arvostella. Voit käyttää papereiden takasivuja suttupaperina.
 - Käytä laskuihin vain annettua laskinta.
- **Huolehdi nesteytyksestä kokeellisen työn aikana.** Laboratorion ulkopuolella on saatavilla juomaa ja välipalaa.
- **Sinulla ja toisella opiskelijalla on yhteinen UV-Vis spektrofotometri.** Käytä spektrofotometriä ensimmäisen kahden tunnin aikana silloin, kun se on vapaa. Joudut odottamaan, kunnes toinen opiskelija on valmis mittauksensa kanssa. Et voi käyttää spektrofotometriä pidempään kuin yhden tunnin ajan. (Jos tarvitset enemmän aikaa, joudut ensin antamaan toiselle opiskelijalle mittausaikaa).

Voit jatkaa mittauksiasi, jos spektrofotometri on vapaa. Organisoி työsi siten, että et joudu odottamaan toimeittomana.

Spektrofotometrin käyttöä on rajattu seuraavasti:

Kellon aika	09:00-10:00	10:00-11:00	11:00-12:00	12:00-13:00	13:00-14:00
Työskentelijä	Vapaa	Vapaa	Vasen	Oikea	Vapaa

Vasen = opiskelija spektrofotometrin vasemmalla puolella

Oikea = opiskelija spektrofotometrin oikealla puolella

Voit tehdä työt missä tahansa järjestyksessä.

Kokeellinen osa

Tehtävä 1A

Kemikaalit ja välineet (Työ 1A).**I. Kemikaalit ja materiaalit** (todelliset pullomerkinnot on lihavoitu)

Kemikaalit	Vaaralausekkeet^a
Instrument check solution , spektrofotometrin tarkistusliuos, 80 cm ³ muovipullossa	
2,00 · 10 ⁻⁴ mol dm ⁻³ Methyl orange , metyylioranssi-indikaattoriliuos, 30 cm ³ leveäsuuisessa lasipullossa	H301
1,00 · 10 ⁻³ mol dm ⁻³ Bromothymol blue , bromitymolisininen-indikaattoriliuos, 30 cm ³ leveäsuuisessa lasipullossa	H226
Methyl red , metyylipunainen-indikaattoriliuos, 10 cm ³ leveäsuuisessa lasipullossa	H225-H319-H371
1 mol dm ⁻³ HCl , 30 cm ³ muovipullossa	H290-H314-H335
1 mol dm ⁻³ NaOH , 30 cm ³ muovipullossa	H290-H314
Solution A , puskuriliuos, 110 cm ³ muovipullossa	
Solution X , tuntematon liuos X, 50 cm ³ muovipullossa	
Solution Y , tuntematon liuos Y, 50 cm ³ muovipullossa	
Solution Z , tuntematon liuos Z, 50 cm ³ muovipullossa	

^aVaaralausekkeet sivulla 34.**II. Välineet ja lasitavarat**

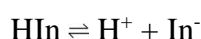
Yhteiset välineet	Määrä
UV-Vis-spektrofotometri	1 kpl per 2 opiskelijaa
Henkilökohtaiset välineet	Määrä
Dekantterilasi, 25 cm ³	2
Mittapullo, 25,00 cm ³	9
Mittapipetti, 2,00 cm ³	2
Mittalasi, 10,0 cm ³	3
Pasteur pipetti	6
Pipettikumi Pasteur-pipetille	6
Pumpetti (3-tie)	1
Pipettiline	1
Koeputki (13 x 100 mm)	6
Koeputkiteline	1
Muovikyvetti, leveys = 1,00 cm	1
Jätepullo, 1 dm ³	1
Merkitsemistarroja minigrip-pussissa	1

Tehtävä 1A 13%	a		b			c		Yhteensä
	a1	a2	b1	b2	b3	c1	c2	
Max	12	2	6	1	1	2	2	26
Saatu								

13% Kokonaispistemäärästä

Työ 1A: Happo-emäsindikaattori ja sen käyttö pH:n mittaamiseen

Happo-emäsindikaattorit ovat heikkoja happoja (tai emäksiä), joilla on liuoksessa eri väri happomuodossaan (HIn, väri 1) ja emäsmuodossaan (In⁻, väri 2). Happo-emäsindikaattoreille pätee seuraava reaktio laimeissa vesiliuoksissa:



Kun indikaattoria sisältävän liuoksen pH muuttuu, tämän reaktion tasapaino siirtyy joko lähtöaineiden (HIn) tai tuotteiden (In⁻) puolelle. Tällöin liuoksen väri muuttuu, ja tämä muutos riippuu indikaattorin eri muotojen konsentraatioiden suhteesta. Vahvasti happamissa liuoksissa suurin osa indikaattorista on muodossa HIn (väri 1). Vahvasti emäksisissä liuoksissa suurin osa indikaattorista on muodossa In⁻ (väri 2). Näiden välissä olevalla pH-alueella liuoksen väri on värin 1 (absorptio aallonpituudella 1) ja värin 2 (absorptio aallonpituudella 2) seos. Väri riippuu muotojen HIn ja In⁻ suhteellisista osuuksista.

Muotojen HIn ja In⁻ konsentraatiot voidaan laskea seuraavien kaavojen avulla määrittämällä liuoksen absorbanssit kahdella aallonpituudella.

$$\begin{aligned} A_{\text{kokonais}}^{\lambda 1} &= A_{\text{HIn}}^{\lambda 1} + A_{\text{In}^-}^{\lambda 1} \\ &= \varepsilon_{\text{HIn}}^{\lambda 1} b [\text{HIn}] + \varepsilon_{\text{In}^-}^{\lambda 1} b [\text{In}^-] \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} A_{\text{kokonais}}^{\lambda 2} &= A_{\text{HIn}}^{\lambda 2} + A_{\text{In}^-}^{\lambda 2} \\ &= \varepsilon_{\text{HIn}}^{\lambda 2} b [\text{HIn}] + \varepsilon_{\text{In}^-}^{\lambda 2} b [\text{In}^-] \end{aligned}$$

Tässä b on kyvetin leveys ja ε :t ovat molaarisia absorptiokertoimia.

Tietyssä pH:ssa muotojen HIn ja In⁻ suhteellinen osuus liuoksessa määräytyy indikaattorin happovakion (K_a) lausekkeesta:

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{In}^-]}{[\text{HIn}]}$$

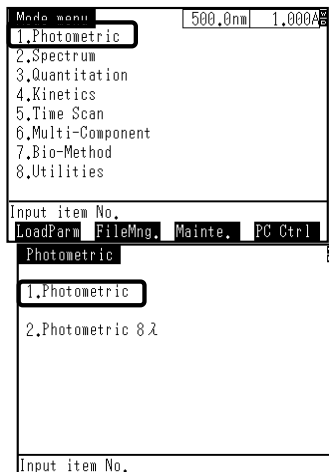
Tästä seuraa, että indikaattorin happovakion arvo voidaan laskea annetulla pH-arvolla, kun muotojen HIn ja In⁻ suhteelliset osuudet liuoksessa tunnetaan.

Työn suoritus**Spektrofotometrin käyttöohjeet**

1. Aseta spektrofotometri mittaamaan absorbanssia halutulla aallonpituudella seuraavalla sivulla annetun ohjeistuksen mukaisesti.
2. Pyyhi tislattua vettä sisältävän kyvetin ulkopinnat ja aseta kyvetti näytteenpitimeen.
3. Nollaa spektrofotometri käyttämällä vettä.
4. Poista kyvetti ja vaihda liuokseksi mitattava liuos. Poista mahdolliset kuplat koputtamalla kyvettiä, ja pyyhi kyvetin ulkopinnat ennen kyvetin asettamista näytteenpitimeen.
5. Lue näytteen absorbanssi näytöltä.

Huomio: Kun vaihdat mittauksen aallonpituutta, muista nollata spektrofotometri käyttämällä vettä.





Vaihe 1: Paina 1

Paina 1 valitaksesi oikean mittausmoodin ("Photometric")

Huomio: Jos päävalikko (main menu) ei näy ruudulla, paina [return] päästäksesi tähän valikkoon.

Vaihe 2: Paina 1

Paina 1 valitaksesi "Photometric"-mittauksen yhdellä aallonpituudella.



Vaihe 3: Aseta aallonpituus

Paina [GO TO WL] näppäimistöstä asettaaksesi aallonpituuden

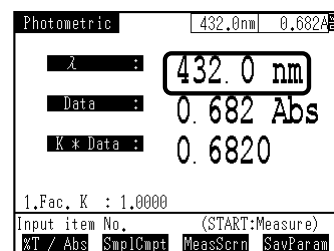
Näppäile numerot

Huomio: Jos haluttu aallonpituus on 432 nm, näppäile 4 3 2.

Paina [ENTER]

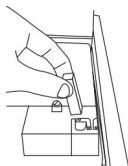
[GO TO WL] $\text{\textcircled{R}}$ 4 3 2 $\text{\textcircled{R}}$ [ENTER]

Huomio: Jos yksikkö Abs ei näy näytöllä, paina [F1] siirtyäksesi %T-yksiköstä absorbanssiin Abs.



Huuhtele tislattulla vedellä

Täytä liuosta n. $\frac{3}{4}$ kyvetin korkeudesta ja pyyhi paperilla



Vaihe 4: Lue absorbanssin arvo

Aseta vettä sisältävä kyvetti näytteenpitimeen ja paina [AUTO ZERO].

Aseta näytteen sisältävä kyvetti näytteenpitimeen mitataksesi näytteen absorbanssin.

Toista Vaiheet 3-4 mitataksesi absorbanssin toisella aallonpituudella.

Yleiset ohjeet

0,1 mol dm⁻³:ssa HCl-liuoksessa indikaattori on täysin happomuodossa HIn.

0,1 mol dm⁻³:ssa NaOH-liuoksessa indikaattori on täysin emäsmuodossa In⁻.

Katkoviivalaatikon täyttämisestä ei anneta pisteitä.

HUOMIO:

Voit halutessasi tarkistaa spektrofotometrin kunnan ennen mittauksiasi mittaamalla laitteen tarkistusliuoksen absorbanssit kahdella eri aallonpituudella (430 ja 620 nm).

Spektrofotometria numero _____ käytettiin tässä työssä.

Kirjaa spektrofotometrin tarkistusliuoksen absorbanssit.

	A (430 nm)	A (620 nm)
Mitattu arvo	_____	_____
Ohjeellinen arvo	0,220 – 0,260	0,450 – 0,510

Jos mitatut arvot ovat ohjeellisten arvojen sisällä, voit jatkaa omiin mittauksiisi. Jos näin ei ole, voit pyytää apua valvojalta.

Osa a

Absorbanssin mittaus happo-emäsindikaattorin (metyylioranssi) ja vahvan hapon tai vahvan emäksen liuoksesta.

1. Pipetoi 1,50 cm³ **metyylioranssi-indikaattoriliuosta** ($2,00 \cdot 10^{-4}$ mol dm⁻³, **methyl orange**) 25,00 cm³:n mittapulloon. Lisää 2,5 cm³ HCl-liuosta (1 mol dm⁻³) mittapulloon ja täytä pullo tislattulla vedellä merkkiin asti. Mittaa liuoksen absorbanssit aallonpituuksilla 470 ja 520 nm.
2. Pipetoi 2,00 cm³ **metyylioranssi-indikaattoriliuosta** ($2,00 \cdot 10^{-4}$ mol dm⁻³, **methyl orange**) 25,00 cm³:n mittapulloon. Lisää 2,5 cm³ NaOH-liuosta (1 mol dm⁻³) mittapulloon ja täytä pullo tislattulla vedellä merkkiin asti. Mittaa liuoksen absorbanssit aallonpituuksilla 470 ja 520 nm.
3. Laske **metyylioranssin** happo- ja emäsmuotojen molaariset absorptiokertoimet aallonpituuksilla 470 and 520 nm.

a1) Kirjaa metyylioranssin absorbanssit happamassa ja emäksisessä liuoksessa.

(Koko taulukkoa ei ole pakko täyttää.)

Metyylioranssi happomuodossaan	A (470 nm)	A (520 nm)
Toistoliuos 1		
Toistoliuos 2		
Toistoliuos 3		
Valittu arvo (3:lla desimaalilla)	_____	_____

Metyylioranssi emäsmuodossaan	A (470 nm)	A (520 nm)
Toistoliuos 1		
Toistoliuos 2		
Toistoliuos 3		
Valittu arvo (3:lla desimaalilla)	_____	_____

a2) Laske metyylioranssin happo- ja emäsmuotojen molaariset absorptiokertoimet (yksikkö $\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$)

Metyylioranssin molaariset absorptiokertoimet (yksikkö $\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$):

Metyylioranssi	Happomuoto (HIn)		Emäsmuoto (In ⁻)	
	$\epsilon^{470}_{\text{HIn}}$	$\epsilon^{520}_{\text{HIn}}$	$\epsilon^{470}_{\text{In}^-}$	$\epsilon^{520}_{\text{In}^-}$
	_____	_____	_____	_____

Osa b

Absorbanssin mittaus happo-emäsindikaattorin (bromitymolisininen) ja puskuriliuoksen liuksesta.

Bromitymolisininen on happo-emäsindikaattori, joka on keltainen happomuodossaan (HIn) ja sininen emäsmuodossaan (In⁻). Bromitymolisinisen happomuodon absorptiomaksimi on aallonpituudella 430 nm ja emäsmuodon aallonpituudella 620 nm. Bromitymolisinisen happomuodon molaariset absorptiokertoimet ovat $16\,600 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ aallonpituudella 430 nm ja $0 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ aallonpituudella 620 nm. Emäsmuodon molaariset absorptiokertoimet ovat $3\,460 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ aallonpituudella 430 nm ja $38\,000 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ aallonpituudella 620 nm.

- Pipetoi $1,00 \text{ cm}^3$ **bromitymolisininen-indikaattoriliuosta** ($1,00 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$, **bromothymol blue**) $25,00 \text{ cm}^3$:n mittapulloon, ja täytä mittapullo liuksella A merkkiin asti. (Huomio: Liuos A on puskuriliuos $\text{pH} = 7,00$)
- Mitta liuoksen absorbanssit aallonpituuksilla 430 ja 620 nm.
- Laske **bromitymolisinisen** happo- ja emäsmuotojen konsentraatiot mittapullossa.
- Laske **bromitymolisinisen** happovakion arvo.

b1) Kirjaa bromitymolisinisen absorbanssit puskuriliuoksessa.

(Koko taulukkoa ei ole pakko täyttää.)

Bromitymolisininen puskuriliuoksessa	A (430 nm)	A (620 nm)
Toistoliuos 1		
Toistoliuos 2		
Toistoliuos 3		
Valittu arvo (3:lla desimaalilla)	_____	_____

b2) Laske bromitymolisinisen happo- ja emäsmuotojen konsentraatiot puskuriliuoksessa.

Bromitymolisinisen happo- ja emäsmuotojen konsentraatiot puskuriliuoksessa ovat:

$[\text{HIn}], \text{ mol dm}^{-3}$	$[\text{In}^-], \text{ mol dm}^{-3}$
_____	_____
(3 merkitsevää numeroa)	(3 merkitsevää numeroa)

b3) Laske bromitymolisinisen happovakion arvo tässä työssä.

Bromitymolisinisen happovakion arvo tässä työssä on:

Happovakio = _____ (3 merkitsevää numeroa)

Osa c

Liuksen pH:n määrittäminen happo-emäsindikaattorilla (metyylipunainen).

Metyylipunainen on happo-emäsindikaattori, jonka happomuoto (HIn) on punainen ja emäsmuoto (In⁻) keltainen. Metyylipunaisen happomuodon molaariset absorptiokertoimet ovat $9\,810\text{ dm}^3\text{ mol}^{-1}\text{ cm}^{-1}$ aallonpituudella 470 nm ja $21\,500\text{ dm}^3\text{ mol}^{-1}\text{ cm}^{-1}$ aallonpituudella 520 nm. Metyylipunaisen emäsmuodon molaariset absorptiokertoimet ovat $12\,500\text{ dm}^3\text{ mol}^{-1}\text{ cm}^{-1}$ aallonpituudella 470 nm ja $1\,330\text{ dm}^3\text{ mol}^{-1}\text{ cm}^{-1}$ aallonpituudella 520 nm. Metyylipunaisen pK_a on 4,95.

Huomio: Tässä osassa tilavuuksia ei tarvitse mitata tarkasti, sillä tilavuudet eivät vaikuta tuloksiin.

1. Täytä koeputki $\frac{1}{4}$ korkeuteen liuksella X, jonka pH on tuntematon. Lisää liukseen 3 pisaraa **metyylipunaista (methyl red)** ja sekoita hyvin. Kirjaa liuksen väri.
2. Täytä koeputki $\frac{1}{4}$ korkeuteen liuksella Y, jonka pH on tuntematon. Lisää liukseen 3 pisaraa **metyylipunaista (methyl red)** ja sekoita hyvin. Kirjaa liuksen väri.
3. Täytä koeputki $\frac{1}{4}$ korkeuteen liuksella Z, jonka pH on tuntematon. Lisää liukseen 3 pisaraa **metyylipunaista (methyl red)** ja sekoita hyvin. Kirjaa liuksen väri.

Kirjaa metyyli-punaisen värit liuksissa (ei pisteitä).

Indikaattori	Havaittu väri		
	Liuos X	Liuos Y	Liuos Z
Metyylipunainen			

c1) Valitse näistä liuksista se, jonka pH voidaan määrittää spektrofotometrialla käyttämällä metyyli-punaista indikaattorina.

.. Liuos X

.. Liuos Y

.. Liuos Z

4. Siirrä 10 cm^3 valitsemaasi tuntematonta liuosta mittalasilla dekantterilasiin. Lisää 3 pisaraa **metyylipunainen-indikaattoriliuosta (methyl red)** ja sekoita hyvin. Mittaa liuksen absorbanssit aallonpituuksilla 470 ja 520 nm.
5. Laske **metyylipunaisen** emäs- ja happomuotojen konsentraatioiden suhde liuksessa.
6. Laske valitsemasi tuntemattoman liuksen pH.

Kirjaa liuoksen absorbanssit.

Valittu tuntematon liuos	A (470 nm)	A (520 nm)

c2) Laske metyylipunaisen emäs- ja happomuotojen konsentraatioiden suhde tuntemattomassa liuoksessa. Laske tuntemattoman liuoksen pH.

Metyylipunaisen emäs- ja happomuotojen konsentraatioiden suhde tuntemattomassa liuoksessa, sekä tuntemattoman liuoksen pH ovat:

Näyte	$[\text{In}^-] / [\text{HIn}]$	pH
	_____ (2:lla desimaalilla)	_____ (2:lla desimaalilla)

Kokeellinen osa

Tehtävä 1B

Kemikaalit ja välineet (Tehtävä 1B)**I. Kemikaalit ja materiaalit** (todelliset pullomerkinnot on lihavoitu)

Kemikaalit	Vaaralausekkeet^a
Solution A (KIO₃ 10.7042 g in 5.00 dm³), 60 cm ³ muovipullossa	H272-H315-H319-H335
Solution B (Kylläinen Ca(IO ₃) ₂ -liuos), 50 cm ³ muovipullossa	H272-H315-H319-H335
Solution C (Ca(IO ₃) ₂ :lla kyllästetty tuntematon laimea KIO ₃ -liuos), 50 cm ³ muovipullossa	H272-H315-H319-H335
Na₂S₂O₃ -liuos, 200 cm ³ muovipullossa	
KI 10% (w/v) , 100 cm ³ muovipullossa	H300+H330-H312-H315-H319-H335
HCl 1 mol dm⁻³ , 100 cm ³ muovipullossa	H290-H314-H335
Starch solution 0.1% (w/v) , tärkkelysliuos, 30 cm ³ lasisessa tippapullossa	
Distilled water , tislattu vesi, 500 cm ³ , pesupullossa	
Distilled water , tislattu vesi, 1000 cm ³ muovipurkissa	

^a Vaaralausekkeet sivulla 34.

II. Välineet ja lasitavarat

Henkilökohtaiset välineet	Määrä
Dekantterilasi, 100 cm ³	2
Dekantterilasi, 250 cm ³	1
Erlenmeyerkolvi, 125 cm ³	9
Täyspipetti, 5,00 cm ³	2
Täyspipetti, 10,00 cm ³	1
Mittalasi, 10,0 cm ³	1
Mittalasi, 25,0 cm ³	2
Pasteur-pipetti	1
Pipettikumi Pasteur-pipetille	1
Lasisuppilo, 7,5 cm halkaisija	2
Muovisuppilo, 5,5 cm halkaisija	1
Suodatinpaperi minigrip-pussissa	3
Byretti, 50,0 cm ³	1
Byretin statiivi ja pidin	1
O-rengas	2

Tehtävä 1B	a			b			c			Yhteensä
	a1	a2	a3	b1	b2	b3	c1	c2	c3	
Max	1	5	1	6	1	2	6	1	3	26
Saatu										

13% Kokonaispistemäärästä

Tehtävä 1B: Kalsiumjodaatti

Kalsiumjodaatti on epäorgaaninen suola, joka koostuu kalsium- ja jodaatti-ioneista. $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ on niukkaliukoinen veteen. Kiinteä suola ja sen kylläinen liuos ovat tasapainossa keskenään.



Tehtävässä määritetään titraamalla jodaatti-ionin konsentraatio kylläisessä $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ -liuoksessa ja edelleen $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$:n liukoisuustulo K_s .

Jodaatti-ionin konsentraatio määritetään titraamalla natriumtiosulfaatin ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) standardiliuoksella kaliumjodidin (KI) läsnäollessa. Indikaattorina käytetään tärkkelystä.

Osa a on $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -liuoksen standardointi. Osa b on $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$:n K_s :n määrittäminen.

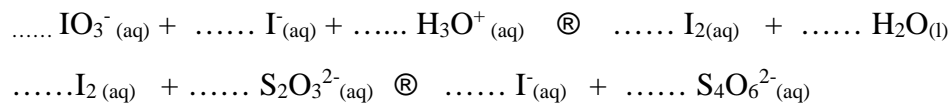
Osassa c kiinteää $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$:a on liuotettu tuntemattomaan laimeaan KIO_3 -liuokseen. Kolmen päivän jälkeen kiinteä suola ja sen kylläinen liuos ovat tässäkin tasapainossa keskenään. Jodaatti-ionin konsentraatio liuoksessa määritetään samalla titrimetrisellä menetelmällä, ja tuloksesta lasketaan laimean KIO_3 -liuoksen konsentraatio.

Osa a

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -liuoksen standardointi

- Täytä byretti $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -liuoksella.
- Pipetoi $10,00 \text{ cm}^3$ KIO_3 -standardiliuosta (**Solution A, 10.7042 g KIO_3 5.00 dm³:ssa**) erlenmeyerkolviin. Lisää 10 cm^3 10% KI-liuosta ja 10 cm^3 1 mol dm^{-3} HCl-liuosta. Liuoksen pitäisi muuttua tummanruskeaksi I_2 :n muodostuessa.
- Titraa $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -liuoksella, kunnes liuos on keltainen. Lisää 2 cm^3 0,1% tärkkelysliuosta (**starch solution**). Liuoksen pitäisi muuttua tummansiniseksi. Titraa huolellisesti värittömään päätepiisteeseen. Kirjaa $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -liuoksen kulutus.

a1) Tasapainota reaktioyhtälöt.



a2) Kirjaa Na₂S₂O₃-liuoksen kulutus. (Koko taulukkoa ei ole pakko täyttää.)

	Titrauksen numero.		
	1	2	3
Byretin alkulukema, cm ³			
Byretin loppulukema, cm ³			
Na ₂ S ₂ O ₃ -liuoksen kulutus, cm ³			

Valittu kulutus, cm³; V1 =

a3) Laske Na₂S₂O₃-liuoksen konsentraatio.

Na₂S₂O₃-liuoksen konsentraatio, mol dm⁻³: _____ (vastaus neljällä desimaalilla)

(Ellet saanut määritettyä Na₂S₂O₃-liuoksen konsentraatiota, käytä seuraavissa laskuissa arvoa 0,0700 mol dm⁻³.)

Osa b**Ca(IO₃)₂:n K_s:n määrittäminen**

1. Sinulle on annettu valmiiksi suodatettua kylläistä Ca(IO₃)₂-liuosta (**Solution B**).
2. Pipetoi 5,00 cm³ liuosta erlenmeyerkolviin. Lisää 10 cm³ 10% KI-liuosta ja 10 cm³ 1 mol dm⁻³ HCl-liuosta.
3. Titraa Na₂S₂O₃-liuoksella, kunnes liuos on keltainen. Lisää 2 cm³ 0,1% tärkkelysliuosta (**starch solution**). Liuoksen pitäisi muuttua tummansiniseksi. Titraa huolellisesti värittömään päätepisteeseen. Kirjaa Na₂S₂O₃-liuoksen kulutus.

b1) Kirjaa Na₂S₂O₃-liuoksen kulutus. (Koko taulukkoa ei ole pakko täyttää.)

	Titrauksen numero.		
	1	2	3
Byretin alkulukema, cm ³			
Byretin loppulukema, cm ³			
Na ₂ S ₂ O ₃ -liuoksen kulutus, cm ³			

Valittu kulutus, cm³; V₂ =

b2) Laske IO₃⁻:n konsentraatio liuoksessa B.

IO₃⁻:n konsentraatio liuoksessa, mol dm⁻³: _____ (vastaus neljällä desimaalilla)

b3) Laske $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$:n K_s :n arvo.

$\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$:n $K_s =$ _____ (vastaus kolmella merkitsevällä numerolla)

(Ellet saanut määritettyä K_s :ää, käytä seuraavissa laskuissa arvoa $7 \cdot 10^{-7}$.)

Osa c

Tuntemattoman laimean KIO_3 -liuoksen konsentraation määrittäminen

1. Sinulle on annettu valmiiksi suodatettua $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$:lla kyllästettyä tuntematonta laimeaa KIO_3 -liuosta (**Solution C**).
2. Pipetoi $5,00 \text{ cm}^3$ liuosta erlenmeyerkolviin. Lisää 10 cm^3 10% KI-liuosta ja 10 cm^3 1 mol dm^{-3} HCl-liuosta.
3. Titraa $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -liuoksella, kunnes liuos on keltainen. Lisää 2 cm^3 0,1% tärkkelysliuosta (**starch solution**). Liuoksen pitäisi muuttua tummansiniseksi. Titraa huolellisesti värittömään päätepisteeseen. Kirjaa $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -liuoksen kulutus.

c1) Kirjaa Na₂S₂O₃-liuoksen kulutus. (Koko taulukkoa ei ole pakko täyttää.)

	Titrauksen numero.		
	1	2	3
Byretin alkulukema, cm ³			
Byretin loppulukema, cm ³			
Na ₂ S ₂ O ₃ -liuoksen kulutus, cm ³			

Valittu kulutus, cm³; V3 =

c2) Laske IO₃⁻:n konsentraatio liuoksessa C.

IO₃⁻:n konsentraatio liuoksessa, mol dm⁻³: _____ (vastaus neljällä desimaalilla)

c3) Laske tuntemattoman laimean KIO_3 -liuoksen konsentraatio.

KIO_3 :n konsentraatio liuoksessa, mol dm^{-3} : _____ (vastaus neljällä desimaalilla)

Kokeellinen osa

Tehtävä 2

Kemikaalit ja välineet (Tehtävä 2)**I. Kemikaalit ja materiaalit**

Kemikaalit	Merkintä	Vaaralausekkeet ^a
3-pentanoni (M 86,13 g/mol), n. 0,86 g ^b vialissa	A	H225-H319-H335-H336
4-klooribentsaldehydi (M 140,57 g/mol), n. 3,5 g ^c vialissa	B	H302-H315-H319-H335
Etanoli , 200 cm ³ ruiskupullossa	Ethanol	H225-H319
2 mol dm ⁻³ NaOH -vesiliuos (merkitty 2N NaOH), 25 cm ³ pullossa	2N NaOH	H290-H314

^a Voit tarkastaa vaaralausekkeet sivulta 34.

^b Sinun täytyy punnita 3-pentanonia sisältävä viali juuri ennen sen käyttöä. 3-pentanonin tarkka massa voidaan laskea etiketin tietojen ja punnituksen avulla.

^c Tarkka arvo on ilmoitettu etiketissä.

II. Välineet ja lasitavarat

Yhteiset välineet	Määrä
Vaaka	12 jaettua vaakaa huoneessa
Vesisuihkupumppu	2 jaettua pöytärivillä
Jääastia	1 jaettu riville (täytetään pyydettäessä)
Henkilökohtaiset välineet	Määrä
Magneettisekoitin lämpötila-anturilla	1
Statiivi	1
Koura	2
100 cm ³ kolvi	1
Mittalasi, 25 cm ³	1
Mittalasi, 50 cm ³	1
Ilmajäähdytin	1
Lasimalja, 250 cm ³	1
125 cm ³ Erlenmeyerkolvi	2
Imupullo, 250 cm ³	1
Büchner-suppilo, 25 cm ³	1
Kellolasi	1
Pasteur-pipetti	5
Pipettikumi Pasteur-pipetille	2
Imupullon tiiviste	1
Kuminen kolvin tukirengas	1
Magneettisauva	1
Suodatinpaperi	3 (pakattu minigrip-pussiin)
Spaatteli	1
Lasisauva	1
Pinsetit	1
Muovinen hiosklipsi	1
Ruiskupullo (täytetty EtOH:lla)	1 (voidaan täyttää tarvittaessa)
Nitriilihanskat	2 (muita kokoja saatavilla)
Pyyhe	2
Klemmari	1
“Waste Task 2”, jäteastia, 500 cm ³ lasipullo	1
Opiskelijakoodillasi merkitty viali tuotteen palautukseen	1
Suojalasit	1

Tehtävä 2	a			b	Yhteensä
	a1	a2	a3	b1	
Max	2	2	2	18	24
Saatu					

14% Kokonaispistemäärästä

Työ 2: Hiilirungon jatkaminen

Orgaanisten molekyylien ydinrakenteet perustuvat enimmäkseen hiilirunkoihin. Hiili-hiili-sidosten muodostamisella on tärkeä rooli monimutkaisten rakenteiden luomisessa pienemmistä lähtöaineista. Tästä syystä synteettisiä keinoja hiili-hiili-sidoksen tehokkaalle muodostamiselle on tutkittu kauan. Tässä tehtävässä sinun tulee muodostaa kaupallisesti saatavilla olevista 4-klooribentsaldehydistä ja 3-pentanonista kehittyneempi rakenne.

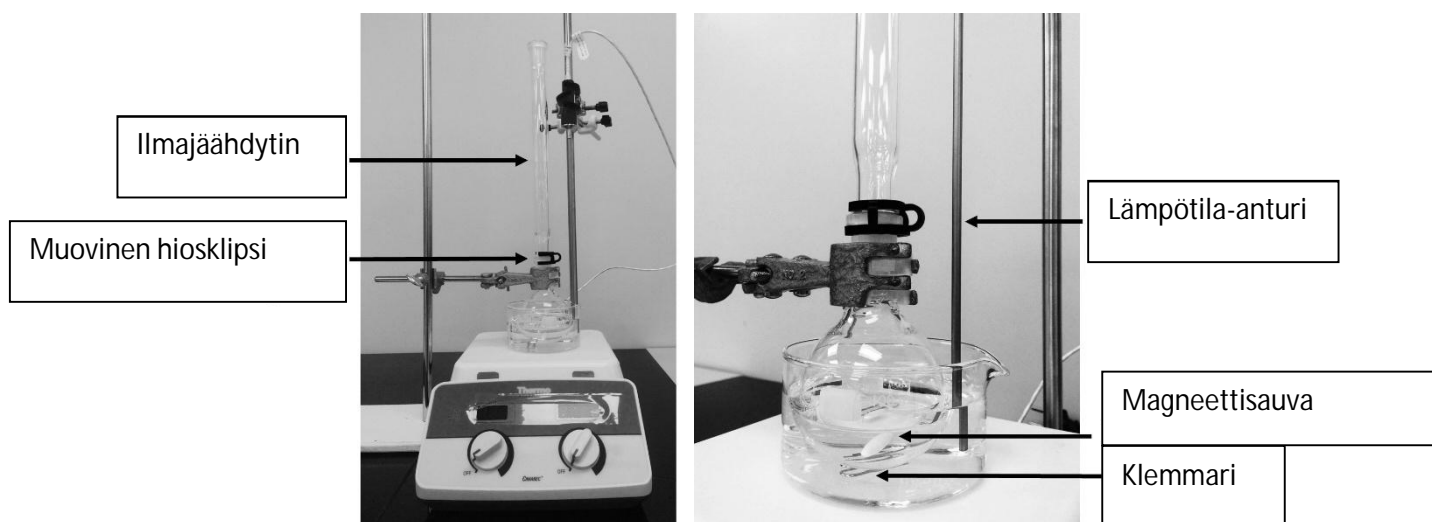
Tärkeitä huomioita:

- Etanolia voi pyytää lisää ilman rangaistusta.
- Kaikki punnitussuoritukset vaativat varmistuksen laboratoriovalvojalta. Valvojan täytyy allekirjoittaa opiskelijan vastauslomake arvostelua varten. Pisteitä ei anneta allekirjoittamattomista arvoista.
- Tästä tehtävästä annetaan yhteensä 18 pistettä palautetun tuotteen laadun ja määrän perusteella. **Emme voi antaa yhtään näistä pisteistä, jos tuotetta ei missään muodossa palauteta arvosteltavaksi.**
- Arvostelija käyttää $^1\text{H-NMR}$ - ja sulamispistemittauksia varmistamaan tuotteesi laadun.

Osa a

1. Ota 3-pentanonia sisältävä vialli (A) (Koodi Axxx, esimerkiksi: A305) ja poista parafilmi. Punnitse vialli korkkinsa kanssa. Merkitse massa vastauslomakkeen kysymykseen a1.
2. Täytä 250 cm³ lasimalja vedellä ja aseta lämpötilaksi 55±2 °C. Lisää hauteeseen klemmari sekoittamaan vettä, jotta lämpö leviää hauteessa tasaisemmin.
3. Varmista, että magneettisauva on 100 cm³ kolvissa. Laita kolviin punnittu 3-pentanoni (merkitty A) ja 4-klooribentsaldehydi (merkitty B). Lisää seokseen 50 cm³ etanolia ja sekoittele hieman, jotta kiinteä aine liukenee.

- Mittaa 15 cm^3 2 mol dm^{-3} NaOH:ia (merkitty **2N NaOH**) mittalasilla ja lisää se reaktioseokseen. Vältä NaOH-liuoksen jäämistä hiokseen, jottei se jumiudu.
- Kokoa laitteisto **Kuvan 1** mukaisesti. Reaktioastia asetetaan $55 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ vesihauteeseen. Liitä ilmajäähdytin kolviin muovisella hiosklipsillä. Lämmitä reaktioseosta sekoittaen 30 minuuttia vesihauteessa.



Kuva 1: Laitteisto reaktion lämmittämiseen vesihauteella.

- Ota reaktiokolvi hauteesta. (**Ole varovainen! Kolvi voi olla kuuma**) Aseta kolvi kumiselle tukirenkaalle.
- (**Tärkeää**) Irroita lämpöanturi magneettisekoittimesta etanolin ylikuumentumisen välttämiseksi uudelleenkietytsvaiheessa. Anturin irrottamisen jälkeen pyydä valvojaa tarkastamaan, ja luovuta anturi valvojalle.
- Valmistelee jäähaude korvaamalla lämmin vesi jäällä ja pienellä vesimäärällä 250 cm^3 lasimaljassa. Aseta kolvi jäähauteeseen. Kiinteää ainetta tulisi muodostua. (**Ehdotus:** Jos et huomaa kiinteää ainetta 5 minuutin kuluessa, voit raaputtaa kolvin reunoja lasisauvalla. Tämän pitäisi käynnistää saostuminen.)
- Pidä kolvia jäähauteessa noin 20 minuuttia täydellisen saostumisen takaamiseksi.
- Rakenna imusuodatuslaitteisto (**Kuva 2**). Yhdistä imupullo vesisuihkupumppuun. Aseta Büchner-suppilo kumitiivisteellä imupulloon. Aseta suodatinpaperi suppilon keskelle. Suodata saostunut aine imussa ja pese saostumaa pienellä määrällä kylmää etanolia. Anna ilman virrata saostuman läpi 2-3 minuuttia tuotteen kuivumiseksi.



Kuva 2: Imusuodatuslaitteisto.

11. Irroita alipaineletku (ennen vesisuihkupumpun sammuttamista). Siirrä laitteistosi takaisin paikallesi ja pidä yhteinen alue siistinä. Kerää raakatuote suodatinpaperilta erlenmeyerkolviin. **Varo raaputtamasta paperia liian lujaa, sillä siitä voi irrota pieniä paloja epäpuhtauksiksi.** Voit käyttää etanolia Büchner-suppilon huuhtelemiseen.
12. Laita etanolia toiseen erlenmeyerkolviin ja lämmitä sitä lämpölevyllä. (Voit asettaa levyn lämpötilaksi 100-120 °C.) **Varmista että lämpöanturi on irroitettu levystä ennen lämmitystä.**
13. Uudelleenkiteytä tuote kuumasta etanolista. Voit seurata alla olevaa toimintatapaa.

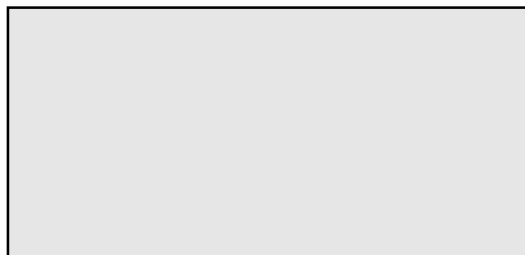
Lisää pieni määrä kuumaa etanolia erlenmeyerkolviin, jossa raakatuote on, ja pyörittele erlenmeyerkolvia samalla hieman. Jatka kuuman etanolin lisäystä (pyörittele kolvia jokaisen lisäyksen jälkeen), kunnes kiinteä aine on kokonaan liuennut. Pidä erlenmeyerkolvi kuumana koko uudelleenkiteytyksen ajan pitämällä sitä lämpölevyllä. **Varo, kolvi voi olla kuuma.** Voit käyttää paperipyyhkeitä tai pyyhkeitä pitäessäsi kiinni kolvista pyörittelyn ajan. Kun liuotus on valmis, aseta kolvi pöydälle ja anna kolvin jäähtyä rauhassa huoneenlämpöön. Tuotteen kiteytymisen tulisi olla nähtävissä. Jos kiteytymistä ei näy, voit raaputtaa kolvin reunoja lasisauvalla kiteytymisen aloittamiseksi. Aseta erlenmeyerkolvi jäähauteeseen, jotta tuote kiteytyy kokonaan.
14. Imusuodata uudelleenkiteytetty tuote (katso kohdasta 10 imusuodatusohjeet) ja pese tuotetta pienellä määrällä kylmää etanolia. Anna ilman virrata saostuman läpi 2-3 minuuttia. Irroita alipaineletku. Anna tuotteen kuivua pöydälläsi ainakin 15 minuuttia.
15. Punnitse opiskelijakoodillasi merkitty viali (ilman korkkia). Merkitse arvo vastauslomakkeen kysymykseen a1.

16. Siirrä tuote punnittuun vialiin. Punnitse viali tuotteineen ja merkitse massa vastauslomakkeen kysymykseen a1. Laske tuotteen massa.
17. Täytä tiedot tuotevialin etikettiin. Aseta tuotteen sisältävä viali työpöydällesi. Valvoja kerää vialisi ja allekirjoittaa vastauslomakkeesi kohdan b "**STOP**"-komennon jälkeen. Sinun tulee myös allekirjoittaa vastauslomakkeen kysymys b arvostelua varten. Kun sinä ja valvoja olette allekirjoittaneet, asetatte vialin minigrip-pussiin arvosteltavaksi.

Seuraavat tavarat tulee jättää työpisteellesi:

- tämä vihko asetettuna kirjekuoreen
- opiskelijakoodillasi merkitty viali täydennetyillä tiedoilla

Valvoja asettaa etiketin tähän kun jakaa yhdisteet satunnaisesti:



Axxx (Esimerkiksi: A567) = 3-pentanonia sisältävän vialin koodi

Tared (w/caps): Massa (viali + etiketti + korkki) **ennen** 3-pentanonin lisäystä

Bxxx (Esimerkiksi: B567) = 4-klooribentsaldehydiä sisältävän vialin koodi

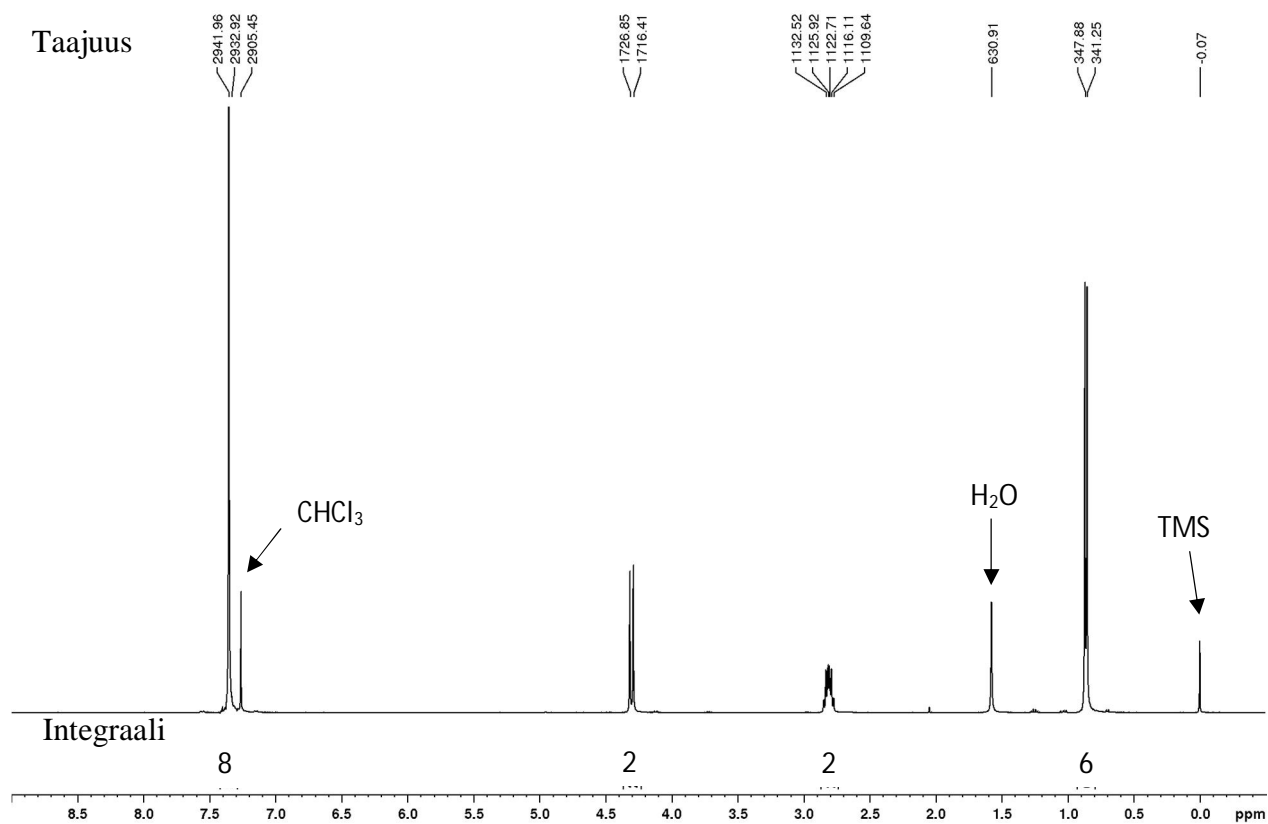
Net: 4-klooribentsaldehydin massa

a1) Käytä ylläolevia etiketin tietoja ja kokeellisia tietoja laskuissasi. Kirjoita kaikki tulokset tähän taulukkoon.

3-pentanonin massa annetussa vialissa (punnitse korkin kanssa) = _____	
*Arvosteluun vaadittu valvojan allekirjoitus	<input type="text"/>
3-pentanonin massa = _____	
4-klooribentsaldehydin massa (kopioi etiketistä): _____	
Tyhjän tuotevialin massa (ilman korkkia): _____	
*Arvosteluun vaadittu valvojan allekirjoitus	<input type="text"/>
Tuotevialin massa tuotteen kanssa (ilman korkkia): _____	
*Arvosteluun vaadittu valvojan allekirjoitus	<input type="text"/>
Tuotteen massa: _____	

a2) Piirrä 4 aromaattista yhdistettä, jotka voisivat olla reaktion tuotteita. Stereoisomeerejä ei lasketa eri tuotteiksi.

a3) Alla on annettu reaktion varsinaisen tuotteen $^1\text{H-NMR}$ (400MHz, CDCl_3) spektri. Piirrä tuotteen rakenne spektrin perusteella.



Integraalien arvo sisältää kaikki molekyylissä olevat protonit.



Osa b

b1) Antamasi tuote karakterisoidaan ja arvostellaan saantoprosentin ja puhtauden perusteella. Anna seuraavat tiedot palauttamastasi tuotteesta.

Tila: Kiinteä Neste

Valvojan allekirjoitus: _____ (Allekirjoitetaan palauttaessa)

Opiskelijan allekirjoitus: _____ (Allekirjoitetaan palauttaessa)

Vaaralausekkeet

H225	Helposti syttyvä neste ja höyry.
H226	Syttyvä neste ja höyry.
H272	Voi edistää tulipaloa; hapettava.
H290	Voi syövyttää metalleja.
H300	Tappavaa nieltynä.
H301	Myrkyllistä nieltynä.
H302	Haitallista nieltynä.
H314	Voimakkaasti ihoa syövyttävää ja silmiä vaurioittavaa.
H315	Ärsyttää ihoa.
H319	Ärsyttää voimakkaasti silmiä.
H330	Tappavaa hengitettynä.
H335	Saattaa aiheuttaa hengitysteiden ärsytystä.
H336	Saattaa aiheuttaa uneliaisuutta ja huimausta.
H371	Saattaa vahingoittaa elimiä

Karakteristiset ^1H NMR kemialliset siirtymät

Vedyn tyyppi (R=Alkyyli, Ar=Aryyli)	Kemiallinen siirtymä (ppm)	Vedyn tyyppi (R=Alkyyli, Ar=Aryyli)	Kemiallinen siirtymä (ppm)
$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	0 (määritelmän mukaan)		
RCH_3	0,9	$\text{RCH}=\text{O}$	9,5-10,1
RCH_2R	1,2-1,4	RCOOH'	10-13
R_3CH	1,4-1,7	RCOCH_3	2,1-2,3
RCH_2I	3,2-3,3	RCOCH_2R	2,2-2,6
RCH_2Br	3,4-3,5	RCOOCH_3	3,7-3,9
RCH_2Cl	3,6-3,8	RCOOCH_2R	4,1-4,7
RCH_2F	4,4-4,5	$\text{R}_2\text{C}=\text{CRCHR}_2$	1,6-2,6
RCH_2NH_2	2,3-2,9	$\text{R}_2\text{C}=\text{CH}_2$	4,6-5,0
RCH_2OH	3,4-4,0	$\text{R}_2\text{C}=\text{CHR}$	5,0-5,7
RCH_2OR	3,3-4,0	$\text{RC}\equiv\text{CH}$	2,0-3,0
$\text{RCH}_2\text{CH}_2\text{OR}$	1,5-1,6	ArCH_3	2,2-2,5
R_2NH	0,5-5,0	ArCH_2R	2,3-2,8
ROH	0,5-6,0	ArH	6,5-8,5

Jaksollinen järjestelmä

1	1A	1	2											18	
		H 1.008	He 4.003											8A	
3	4	3	4											9	
		Li 6.941	Be 9.012											F 19.00	
11	12	11	12											17	
		Na 22.99	Mg 24.31											Cl 35.45	
19	20	19	20											35	
		K 39.10	Ca 40.08											Br 79.90	
37	38	37	38											53	
		Rb 85.47	Sr 87.62											I 126.9	
55	56	55	56											85	
		Cs 132.9	Ba 137.3											Xe 131.3	
87	88	87	88											222	
		Fr (223)	Ra (226)											Rn (222)	
13	14	13A	4A	5	6	7	8	9	10	11	12				
				B 10.81	C 12.01	N 14.01	O 16.00	F 19.00	Ne 20.18						
31	32	31A	4A	13	14	15	16	17	18						
				Al 26.98	Si 28.09	P 30.97	S 32.07	Cl 35.45	Ar 39.95						
49	50	49A	4A	31	32	33	34	35	36						
				Ga 69.72	Ge 72.61	As 74.92	Se 78.97	Br 79.90	Kr 83.80						
81	82	81A	4A	49	50	51	52	53	54						
				In 114.8	Sn 118.7	Sb 121.8	Te 127.6	I 126.9	Xe 131.3						
113	114	113A	4A	81	82	83	84	85	86						
				Tl 204.4	Pb 207.2	Bi 209.0	Po (209)	At (210)	Rn (222)						
111	112	111A	4A	113	114	115	116	117	118						
				Nh (286)	Fl (289)	Mc (289)	Lv (293)	Ts (294)	Og (294)						
67	68	67A	4A	67	68	69	70	71							
				Hg 200.6	Tl 204.4	Pb 207.2	Bi 209.0	Po (209)	At (210)	Rn (222)					
99	100	99A	4A	99	100	101	102	103							
				Cu (285)	Nh (286)	Fl (289)	Mc (289)	Lv (293)	Ts (294)	Og (294)					
107	108	107A	4A	107	108	109	110	111	112						
				Rh (262)	Hs (265)	Mt (266)	Ds (281)	Rg (272)	Cn (285)						
157	158	157A	4A	157	158	159	160	161	162						
				Re (186.2)	Os (190.2)	Ir 192.2	Pt 195.1	Au 197.0	Hg 200.6						
227	228	227A	4A	227	228	229	230	231	232						
				Ac (227)	Ra (226)	Rf (261)	Db (262)	Sg (263)	W 183.8						
263	264	263A	4A	263	264	265	266	267	268						
				La 138.9	Ce 140.1	Pr 140.9	Nd 144.2	Pm (145)	Sm 150.4						
71	72	71A	4A	71	72	73	74	75	76						
				Lu 175.0	Hf 178.5	Ta 180.9	W 183.8	Re 186.2	Os 190.2						
103	104	103A	4A	103	104	105	106	107	108						
				Lr (262)	Rf (261)	Db (262)	Sg (263)	Bh (262)	Hs (265)						
131	132	131A	4A	131	132	133	134	135	136						
				Yb 173.0	Lr (262)	No (259)	Fm (257)	Es (252)	Cf (251)						
171	172	171A	4A	171	172	173	174	175	176						
				Lu 175.0	Hf 178.5	Ta 180.9	W 183.8	Re 186.2	Os 190.2						
211	212	211A	4A	211	212	213	214	215	216						
				Yb 173.0	Lr (262)	No (259)	Fm (257)	Es (252)	Cf (251)						