

Problemi della prova pratica

"Bonding the World with Chemistry"

49th INTERNATIONAL CHEMISTRY OLYMPIAD
Nakhon Pathom, THAILAND



Istruzioni Generali.

- **Pagine:** Questo esame contiene 37 pagine per le tasks della prova pratica (comprese le risposte). Ci sono 3 Tasks — Task 1A, Task 1B, e Task 2.
- **Lettura della prova:** Gli studenti hanno 15 minuti per leggere il libretto della prova prima di iniziare gli esperimenti. La versione originale in inglese di questa prova è disponibile su richiesta solo per maggiore chiarezza.
- **Tempo della prova:** Gli studenti hanno un totale di 5 ore per completare tutti i tasks. Nel programmare il tuo esame, tieni conto che alcuni passaggi richiedono 20-30 minuti.
- **Start/Stop:** Gli studenti devono iniziare appena viene dato lo “**Start Command**” e devono fermarsi immediatamente quando è annunciato lo “**Stop Command**”.
 - Il supervisor avviserà 30 minuti prima dello stop command.
 - Ritardi di 1 minuto nell’interrompere il task dopo lo “**Stop Command**” porteranno all’annullamento dell’esame pratico.
 - Dopo che lo “**Stop Command**” è stato dato, inserisci il libretto del tuo esame nella busta apposita e aspetta al tuo posto di lavoro. Il lab supervisor verrà a prendere il tuo plico e il tuo materiale da consegnare, oltre che a controllare la tua postazione di lavoro.
- **Sicurezza:** Devi osservare le regole di sicurezza previste nel regolamento dell’IChO. Durante la tua permanenza in laboratorio devi indossare gli occhiali di sicurezza. Su approvazione del supervisor puoi usare occhiali di sicurezza graduati. Devi usare i guanti forniti quando stai manipolando dei prodotti chimici.
 - Se non segui le regole di sicurezza previste nel regolamento dell’IChO, riceverai solo **UN AVVERTIMENTO** dal lab supervisor, dopodiché sarai allontanato dal laboratorio, ricevendo un punteggio pari a zero per l’intera prova pratica.
 - Non è consentito né mangiare né bere nel laboratorio.
 - **Nota di sicurezza: è assolutamente vietato pipettare con la bocca.**
 - Se avessi dubbi circa le norme di sicurezza, chiedi al tuo lab supervisor. Informa il tuo lab supervisor se avessi bisogno di uscire dal laboratorio per andare in bagno o per una pausa spuntino.
- **Spazio di lavoro:** Puoi lavorare solo nello spazio assegnato a te. Gli spazi e apparecchiature in comune devono essere lasciati puliti dopo l’uso.
- **Integrazione di prodotti chimici / Sostituzioni:** I prodotti chimici e il materiale di laboratorio, a meno che non sia previsto, non saranno né integrati né sostituiti. Per eventuali incidenti sarà possibile l’integrazione / sostituzione solo per la prima volta

senza ricevere penalità. Ogni successivo incidente comporterà una penalità di 1 punto dai 40 previsti per l'esame pratico.

- Smaltimento rifiuti:** Lascia ogni prodotto chimico e materiale di laboratorio nel tuo spazio di lavoro. I rifiuti chimici vanno riposti negli appositi recipienti previsti per ogni task.
- Foglio delle risposte:** Tutti i risultati e le risposte devono essere scritti in maniera chiara negli appositi spazi sul foglio delle risposte al fine di ottenere un punteggio. Solo le risposte scritte con penna saranno valutate.
 - Scrivi il codice studente su ogni pagina.
 - Usa solo le penne che ti sono state date.
 - Tutto ciò che verrà scritto al di fuori degli spazi previsti non verrà valutato. Puoi usare il retro dei fogli per la brutta.
 - Per fare i tuoi calcoli, usa solo la calcolatrice che ti è stata data.
- Abbi cura di bere durante la prova pratica.** Troverai bevande e snacks fuori del laboratorio.
- Lo spettrofotometro UV è condiviso tra te e un altro studente.**

Durante le prime 2 ore usalo quando è libero. Se occupato, dovrai aspettare quando l'altro studente finisce. Non puoi usare lo spettrofotometro per più di 1 ora. (Altrimenti ti sarà chiesto di fermarti per consentirne l'uso all'altro studente.) Potrai riutilizzarlo se è libero. Organizza il tuo lavoro in modo da non perdere tempo aspettando che sia libero lo strumento.

Tempo	09.00-1000	10.00-11.00	1100-1200	1200-1300	1300-1400
Slot	Libero	Libero	L	R	Libero

L = studente sulla parte sinistra dello spettrofotometro

R = studente sulla parte destra dello spettrofotometro

Puoi scegliere di lavorare sul task nell'ordine preferito.

- Attenzione:** Ricordati che ogni numero è riportato secondo la notazione anglosassone e così lo dovrai riportare nei risultati. La virgola separa le migliaia (per esempio mille verrà riportato come 1,000) mentre il punto separa le cifre decimali (per esempio dieci centesimi verranno riportati come 0.10).

Esame Pratico

Task 1A

Prodotti chimici e attrezzature (Task 1A).**I. Prodotti chimici e materiali** (l'effettiva etichetta di ogni composto è fornita in grassetto)

	Indicazioni di Pericolo^a
Soluzione di controllo dello strumento , 80 cm ³ in bottiglia di plastica	
Soluzione 2.00×10^{-4} mol dm ⁻³ dell'indicatore metilarancio , 30 cm ³ in bottiglia di vetro a collo grande	H301
Soluzione 1.00×10^{-3} mol dm ⁻³ dell'indicatore blu di bromotimolo , 30 cm ³ in bottiglia di vetro a collo grande	H226
Soluzione dell'indicatore rosso metile , 10 cm ³ in bottiglia di vetro a collo grande	H225-H319-H371
HCl 1 mol dm ⁻³ , 30 cm ³ in bottiglia di plastica	H290-H314-H335
NaOH 1 mol dm ⁻³ , 30 cm ³ in bottiglia di plastica	H290-H314
Soluzione tampone A , 110 cm ³ in bottiglia di plastica	
Soluzione incognita X , 50 cm ³ in bottiglia di plastica	
Soluzione incognita Y , 50 cm ³ in bottiglia di plastica	
Soluzione incognita Z , 50 cm ³ in bottiglia di plastica	

^aVedi pagina 36 per la definizione delle indicazioni di pericolo.

II. Attrezzatura e vetreria

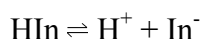
Attrezzatura condivisa	Quantità
Spettrofotometro UV-Visible	1 ogni 2 studenti
Vetreria personale	Quantità
Beaker, 25 cm ³	2
Matraccio graduato, 25.00 cm ³	9
Pipetta graduata, 2.00 cm ³	2
Cilindro graduato, 10.0 cm ³	3
Pipetta Pasteur	6
Tettarella per pipetta Pasteur	6
Palla di Peleo (Pipette filler bulb, 3-way)	1
Vassoio porta pipette in plastica	1
Provetta (13 x 100 mm)	6
Portaprovette	1
Cuvetta in plastica, lunghezza del cammino ottico = 1.00 cm	1
Bottiglia per i rifiuti ("waste bottle"), 1 dm ³	1
Set di etichette adesive in busta a zip	1

Task 1A 13%	a		b			c		Totale
	a1	a2	b1	b2	b3	c1	c2	
Totale	12	2	6	1	1	2	2	26
Punteggio								

Rappresenta il 13% del Punteggio Totale

Task 1A: Indicatore acido-base e sue applicazioni per la misura del pH.

Gli indicatori acido-base sono acidi (o basi) deboli che mostrano una differente colorazione a seconda che siano presenti in soluzione nella loro forma acida (HIn, colore 1) o nella loro forma basica (In⁻, colore 2). In soluzioni acquose diluite, essi vanno incontro alla seguente reazione:



Alla variazione del pH della soluzione che contiene l'indicatore, l'equilibrio mostrato qui sopra può essere spostato o verso i reagenti (HIn) o verso i prodotti (In⁻), provocando così un cambio di colore della soluzione legato alle concentrazioni di ogni specie presente. In soluzioni fortemente acide, gran parte dell'indicatore sarà presente nella forma HIn (colore 1), viceversa, in soluzioni fortemente basiche, gran parte dell'indicatore sarà presente nella forma In⁻ (colore 2). A valori intermedi di pH, il colore della soluzione si presenterà come una combinazione del colore 1 (assorbanza alla lunghezza d'onda 1) e del colore 2 (assorbanza alla lunghezza d'onda 2), dipendente dalle quantità relative di HIn e In⁻ presenti.

Attraverso la misura dei valori di assorbanza a due differenti lunghezze d'onda, le concentrazioni di HIn e In⁻ possono essere calcolate utilizzando le seguenti espressioni:

$$\begin{aligned} A^{\lambda_1}_{\text{totale}} &= A^{\lambda_1}_{\text{HIn}} + A^{\lambda_1}_{\text{In}^-} \\ &= \varepsilon^{\lambda_1}_{\text{HIn}} b[\text{HIn}] + \varepsilon^{\lambda_1}_{\text{In}^-} b[\text{In}^-] \\ A^{\lambda_2}_{\text{totale}} &= A^{\lambda_2}_{\text{HIn}} + A^{\lambda_2}_{\text{In}^-} \\ &= \varepsilon^{\lambda_2}_{\text{HIn}} b[\text{HIn}] + \varepsilon^{\lambda_2}_{\text{In}^-} b[\text{In}^-] \end{aligned}$$

dove b è la lunghezza del cammino ottico della soluzione e ε rappresenta il coefficiente di assorbimento molare.

Ad un determinato valore di pH, le quantità relative di HIn e In⁻ in soluzione sono legate alla costante di dissociazione acida (K_a) dell'indicatore, come mostrato nella seguente equazione.

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

Pertanto, conoscendo le quantità relative di HIn e In⁻ presenti in soluzione, la costante di dissociazione acida (K_a) dell'indicatore può essere calcolata per un dato valore di pH.

Setup sperimentale

Istruzioni per l'utilizzo dello spettrofotometro

1. Imposta lo spettrofotometro per misurare l'assorbanza alla lunghezza d'onda desiderata seguendo la procedura mostrata nel diagramma.
2. Pulire l'esterno della cuvetta che contiene acqua distillata e inserire la cuvetta nell'alloggiamento del campione.
3. Regolare lo zero dell'assorbanza utilizzando acqua.
4. Rimuovi la cuvetta; sostituisci l'acqua nella cuvetta con la soluzione del campione che deve essere analizzato. Assicurati di eliminare ogni bolla battendo dolcemente sulla cuvetta e di pulirne l'esterno prima di riporla all'interno dello spettrofotometro nell'alloggiamento del campione.
5. Leggi il valore di assorbanza del campione.

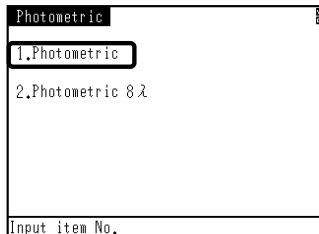
Nota: Quando cambi la lunghezza d'onda, assicurati di regolare lo zero dell'assorbanza usando acqua.



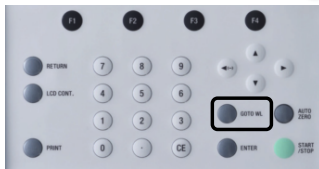
**Step 1: Premi 1**

Premi 1 sul tastierino (keypad) per selezionare la modalità “Photometric”.

Nota: Se il menù principale mostrato nella figura a sinistra non viene visualizzato sullo schermo, premi [return] sul tastierino.

**Step 2: Premi 1**

Premi 1 sul tastierino per selezionare la modalità “Photometric” a singola lunghezza d’onda.

**Step 3: Imposta la lunghezza d’onda**

Premi [GO TO WL] sul tastierino per impostare la lunghezza d’onda.

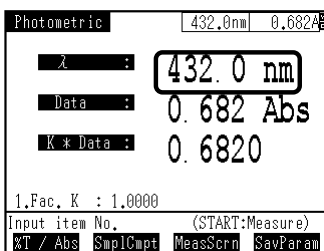
Digita il numero sul tastierino.

Nota: Per esempio, se la lunghezza d’onda desiderata è 432, digita 4 3 2 sul tastierino.

Premi [ENTER] sul tastierino.

[GO TO WL] → 4 3 2 → [ENTER]

Nota: Se non è visualizzato “Abs” sullo schermo, premi [F1] sul tastierino per scambiare %T con Abs.



Risciacqua con acqua distillata.

Riempì circa i ¾ dell’altezza della cuvetta con la soluzione e pulisci con la carta.

**Step 4: Misura il valore di assorbanza**

Poni la cuvetta contenente acqua nell’alloggiamento del campione all’interno dello spettrofotometro e premi [AUTO ZERO] sul tastierino.

Poni la cuvetta contenente la soluzione del campione nell’alloggiamento del campione all’interno dello spettrofotometro per misurarne l’assorbanza.

Ripeti gli Step 3-4 per misurare l’assorbanza ad una differente lunghezza d’onda.

Informazioni generali

Nella soluzione di HCl 0.1 mol dm^{-3} gli indicatori sono presenti solo nella forma acida (HIn).

Nella soluzione di NaOH 0.1 mol dm^{-3} gli indicatori sono presenti solo nella forma basica (In⁻).

Non saranno assegnati punteggi per le risposte richieste all'interno dei riquadri tratteggiati.

NOTA:

Viene consigliato agli studenti di controllare lo spettrofotometro prima dell'utilizzo attraverso la misurazione a due diverse lunghezze d'onda (430 e 620 nm) dei valori di assorbanza relativi alla soluzione di controllo dello strumento.

Durante l'intero esperimento verrà utilizzato lo spettrofotometro No. _____

Registra i valori di assorbanza della soluzione di controllo dello strumento.

	A (a 430 nm)	A (a 620 nm)
Valore misurato	_____	_____
Valori di controllo	0.220 – 0.260	0.450 – 0.510

Nel caso in cui i valori misurati cadano nell'intervallo indicato dai valori di controllo, gli studenti possono procedere con i successivi esperimenti. Se così non fosse, gli studenti possono richiedere assistenza ai tecnici presenti.

Parte a**Misurazione dell'assorbanza di un indicatore acido-base (metilarancio) all'interno di un acido forte e di una base forte.**

1. Pipetta 1.50 cm^3 della soluzione $2.00 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$ dell'**indicatore metilarancio** all'interno di un matraccio graduato da 25.00-cm^3 ; aggiungi nel matraccio 2.5 cm^3 di HCl 1 mol dm^{-3} e porta a volume utilizzando acqua distillata. Registra il valore di assorbanza a 470 e 520 nm.
2. Pipetta 2.00 cm^3 della soluzione $2.00 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$ dell'**indicatore metilarancio** all'interno di un matraccio graduato da 25.00-cm^3 ; aggiungi nel matraccio 2.5 cm^3 di NaOH 1 mol dm^{-3} e porta a volume utilizzando acqua distillata. Registra il valore di assorbanza a 470 e 520 nm.
3. Calcola i coefficienti di assorbimento molare a 470 e 520 nm delle forme acide e basiche del **metilarancio**.

a1) Registra i valori di assorbanza del metilarancio in soluzioni acide e basiche.

(Non è necessario effettuare tutte le tre repliche richieste in tabella.)

Metilarancio in forma acida	A (a 470 nm)	A (a 520 nm)
Replica 1		
Replica 2		
Replica 3		
Valore accettato (3 cifre decimali dopo la virgola)	_____	_____

Metilarancio in forma basica	A (a 470 nm)	A (a 520 nm)
Replica 1		
Replica 2		
Replica 3		
Valore accettato (3 cifre decimali dopo la virgola)	_____	_____

a2) Calcola i coefficienti di assorbimento molare a 470 e 520 nm delle forme acide e basiche del metilarancio ($\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$).

Spazio per i calcoli

I coefficienti di assorbimento molare del metilarancio sono i seguenti: ($\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$)

Metilarancio	Forma acida (HIn)		Forma basica (In ⁻)	
	$\epsilon_{\text{HIn}}^{470}$	$\epsilon_{\text{HIn}}^{520}$	$\epsilon_{\text{In}^-}^{470}$	$\epsilon_{\text{In}^-}^{520}$
	_____	_____	_____	_____

Parte b

Misura dell'assorbanza di un indicatore acido-base (blu di bromotimolo) in una soluzione tampone.

Il blu di bromotimolo è un indicatore acido-base che mostra una colorazione gialla quando è presente sotto forma acida (HIn) e una colorazione blu quando è presente nella forma basica (In⁻). Il massimo di assorbimento del blu di bromotimolo è rispettivamente a 430 nm nella forma acida e 620 nm nella forma basica. Il coefficiente di assorbimento molare del blu di bromotimolo nella forma acida è $16,600 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ a 430 nm e $0 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ a 620 nm. Il coefficiente di assorbimento molare del blu di bromotimolo nella forma basica è $3,460 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ a 430 nm e $38,000 \text{ dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ a 620 nm.

1. Pipetta 1.00 cm^3 della soluzione $1.00 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ dell'**indicatore blu di bromotimolo** all'interno di un matraccio graduato da 25.00-cm^3 ; porta a volume utilizzando la soluzione A. (Nota: la soluzione A è una soluzione tampone a $\text{pH} = 7.00$)
2. Registra l'assorbanza a 430 e 620 nm.
3. Calcola le concentrazioni della forma acida e basica della soluzione dell'**indicatore blu di bromotimolo** nel matraccio graduato.
4. Calcola la costante di dissociazione acida per il **blu di bromotimolo**.

b1) Registra i valori di assorbanza del blu di bromotimolo in una soluzione tampone.

(Non è necessario effettuare tutte le tre repliche richieste in tabella.)

Blu di bromotimolo in una soluzione tampone	A (a 430 nm)	A (a 620 nm)
Replica 1		
Replica 2		
Replica 3		
Valore accettato (3 cifre decimali dopo la virgola)	_____	_____

b2) Calcola le concentrazioni della forma acida e basica dell'indicatore blu di bromotimolo nella soluzione risultante.

Spazio per i calcoli

Le concentrazioni della forma acida e basica dell'indicatore blu di bromotimolo nella soluzione risultante sono le seguenti:

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

b3) Calcola da questo esperimento la costante di dissociazione acida del blu di bromotimolo.

Spazio per i calcoli

La costante di dissociazione acida del blu di bromotimolo ricavata da questo esperimento è la seguente:

Costante di dissociazione acida = _____ (3 cifre significative)

Parte c**Determinazione del pH di una soluzione attraverso l'utilizzo di un indicatore acido-base (rosso metile).**

Il rosso metile è un indicatore acido-base che mostra una colorazione rosso-violetto (reddish-pink) quando è presente in forma acida (HIn) e una colorazione gialla quando è presente in forma basica (In⁻). Il coefficiente di assorbimento molare del rosso metile nella forma acida è 9,810 dm³ mol⁻¹ cm⁻¹ a 470 nm e 21,500 dm³ mol⁻¹ cm⁻¹ a 520 nm. Il coefficiente di assorbimento molare del rosso metile nella forma basica è 12,500 dm³ mol⁻¹ cm⁻¹ a 470 nm e 1,330 dm³ mol⁻¹ cm⁻¹ a 520 nm. Il pKa del rosso metile è 4.95.

Nota: Non è necessario misurare con accuratezza i volumi utilizzati in questa parte di esercizio, poiché ciò non invalida l'accuratezza dei risultati ottenuti.

1. Riempi una provetta con circa un quarto di soluzione a pH X ignoto (Soluzione incognita X). Aggiungi tre gocce di rosso metile nella soluzione e mescola vigorosamente. Annota il colore.
2. Riempi una provetta con circa un quarto di soluzione a pH Y ignoto (Soluzione incognita Y). Aggiungi tre gocce di rosso metile nella soluzione e mescola vigorosamente. Annota il colore.
3. Riempi una provetta con circa un quarto di soluzione a pH Z ignoto (Soluzione incognita Z). Aggiungi tre gocce di rosso metile nella soluzione e mescola vigorosamente. Annota il colore.

Annota il cambiamento di colore dell'indicatore nelle soluzioni campione (nessun punteggio)

indicatore	Colore osservato		
	nella soluzione X	nella soluzione Y	nella soluzione Z
Rosso metile			

c1) Indica per quale tra le tre soluzioni campione il pH può essere determinato spettrofotometricamente attraverso l'utilizzo del rosso metile come indicatore.

- Soluzione X Soluzione Y Soluzione Z

4. Utilizza un cilindro graduato per trasferire 10 cm³ della soluzione a pH incognito selezionata in un beaker. Aggiungi tre gocce dell'indicatore **rosso metile** nella soluzione e mescola vigorosamente. Registra l'assorbanza a 470 e 520 nm.
5. Calcola il rapporto di concentrazione tra la forma basica e la forma acida del **rosso metile** in soluzione.
6. Calcola il pH della soluzione a pH incognito selezionata.

Registra i valori di assorbanza della soluzione risultante

Soluzione a pH ignoto selezionata	A (a 470 nm)	A (a 520 nm)

c2) Calcola il rapporto delle concentrazioni della forma basica e della forma acida dell'indicatore rosso metile all'interno della soluzione a pH incognito e il valore di pH della soluzione.

Spazio per i calcoli

Il rapporto di concentrazioni della forma basica e della forma acida dell'indicatore rosso metile in una soluzione a pH incognito e il valore di pH della soluzione sono i seguenti:

Soluzione	$[\text{In}^-] / [\text{HIn}]$	pH
	_____ (2 cifre decimali dopo la virgola)	_____ (2 cifre decimali dopo la virgola)

Esame pratico

Task 1B

Prodotti chimici e attrezzature (Task 1B)**I. Prodotti chimici e materiale** (l'effettiva etichetta di ogni composto è fornita in grassetto)

	Indicazioni di Pericolo^a
Soluzione A (KIO₃ 10.7042 g in 5.00 dm³), 60 cm ³ in bottiglia di plastica	H272-H315-H319-H335
Soluzione B (Soluzione satura di Ca(IO ₃) ₂), 50 cm ³ in bottiglia di plastica	H272-H315-H319-H335
Soluzione C (Soluzione satura di Ca(IO ₃) ₂ in un'ignota soluzione di KIO ₃ diluita), 50 cm ³ in bottiglia di plastica	H272-H315-H319-H335
Soluzione di Na₂S₂O₃ 200 cm ³ in bottiglia di plastica	
KI 10% (w/v) , 100 cm ³ in bottiglia di plastica	H300+H330-H312-H315-H319-H335
HCl 1 mol dm⁻³ , 100 cm ³ in bottiglia di plastica	H290-H314-H335
Soluzione di amido 0.1% (w/v) , 30 cm ³ in bottiglia in vetro con contagocce (tipo ranvier)	
Acqua distillata , 500 cm ³ in una spruzzetta	
Acqua distillata , 1000 cm ³ in un contenitore di plastica	

^aVedi pagina 36 per la definizione delle indicazioni di pericolo.

II. Attrezzatura e vetreria

Vetreria personale	Quantità
Beaker, 100 cm ³	2
Beaker, 250 cm ³	1
Beuta Erlenmeyer, 125 cm ³	9
Pipetta, 5.00 cm ³	2
Pipetta, 10.00 cm ³	1
Cilindro, 10.0 cm ³	1
Cilindro, 25.0 cm ³	2
Pipetta Pasteur	1
Tettarella per pipetta Pasteur	1
Imbuto di vetro, 7.5 cm di diametro	2
Imbuto di plastica, 5.5 cm di diametro	1
Filtro di carta in bustina chiusa	3
Buretta, 50.0 cm ³	1
Sostegno e doppia pinza per buretta	1
Supporto circolare metallico da imbuto	2

Task 1B	a			b			c			Totale
	a1	a2	a3	b1	b2	b3	c1	c2	c3	
Totale	1	5	1	6	1	2	6	1	3	26
Punteggio										

Rappresenta il 13% del Punteggio Totale

Task 1B: Iodato di calcio

Lo iodato di calcio è un sale inorganico composto da ioni calcio e iodato. $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ è moderatamente solubile in acqua. Si stabilisce un equilibrio tra il sale non disciolto e la sua soluzione satura.



La concentrazione degli ioni iodato in una soluzione satura di $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ e la misura del suo Kps saranno determinati tramite titolazione.

La concentrazione degli ioni iodato sarà ottenuta titolando con una soluzione standard di tiosolfato di sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), in presenza di ioduro di potassio (KI). L'amido sarà usato come indicatore.

La *Parte a* è relativa alla standardizzazione del $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. La *Parte b* è la determinazione del Kps del $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$.

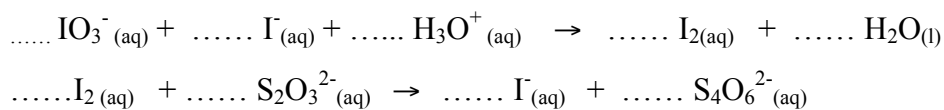
In *Parte c* $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ solido è disciolto in una soluzione diluita incognita di KIO_3 . Dopo 3 giorni si stabilisce un equilibrio tra il sale indisciolto e la sua soluzione satura. La concentrazione di ioni iodato sarà misurata con lo stesso metodo titrimetrico, e quindi usata per calcolare la concentrazione della soluzione diluita di KIO_3 .

Parte a

Standardizzazione del $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

1. Riempi la buretta con la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
2. Pipetta 10.00 cm^3 della soluzione standard di KIO_3 (soluzione A, 10.7042 g di KIO_3 in 5.00 dm^3) in una beuta Erlenmeyer. Aggiungi 10 cm^3 di 10% (w/v) di KI e 10 cm^3 di HCl 1 mol dm^{-3} . La soluzione dovrebbe diventare marrone scuro per la formazione di I_2 .
3. Titola con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ fino a che la soluzione diventa giallo chiaro. Aggiungi 2 cm^3 di soluzione di amido 0.1% (w/v). La soluzione dovrebbe diventare blu scuro. Titola con cura fino a scomparsa del colore. Scrivi il volume di soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilizzato.

a1) Bilancia le equazioni chimiche.



a2) Scrivi il volume utilizzato della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

(Non è necessario effettuare tutte le tre titolazioni richieste in tabella)

	Titolazione no.		
	1	2	3
Lettura iniziale della buretta contenente la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			
Lettura finale della buretta contenente la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			
Volume consumato di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			

Valore accettato del volume, cm^3 ; $V_1 =$

a3) Calcola la concentrazione della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Concentrazione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, mol dm^{-3} : _____ (rispondi con 4 cifre decimali)

(Se lo studente non riesce a calcolare la concentrazione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, può usare il valore di $0.0700 \text{ mol dm}^{-3}$ per i successivi calcoli.)

Parte b**Determinazione del Kps di $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$**

1. Ti viene fornito il filtrato ottenuto dalla filtrazione della soluzione satura di $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$. (soluzione B)
2. Pipetta 5.00 cm^3 del filtrato (soluzione B) in una beuta Erlenmeyer. Aggiungi 10 cm^3 di KI 10% (w/v) e 10 cm^3 di HCl 1 mol dm^{-3} .
3. Titola con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ fino a che la soluzione diventa giallo chiaro. Aggiungi 2 cm^3 della soluzione di amido 0.1% (w/v). La soluzione dovrebbe diventare blu scuro. Titola con cura fino a scomparsa del colore. Scrivi il volume del $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilizzato.

b1) Annota il volume della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilizzato.

(Non è necessario effettuare tutte le tre titolazioni richieste in tabella)

	Titolazione n°		
	1	2	3
Lettura iniziale della buretta contenente la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			
Lettura finale della buretta contenente la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			
Volume consumato di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			

Volume accettato, cm^3 ; $V_2 =$

b2) Calcola la concentrazione di IO_3^- in soluzione B.

Concentrazione di IO_3^- , mol dm^{-3} : _____ (rispondi con 4 cifre decimali)

b3) Calcola il valore del K_{ps} di $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$.

K_{ps} di $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 =$ _____ (rispondi con 3 cifre significative)

(Se lo studente non trova il K_{ps} , può usare il valore di 7×10^{-7} per i calcoli successivi.)

Parte c

Determinazione della concentrazione della soluzione diluita incognita di KIO_3

1. Ti viene fornita la soluzione C preparata nel modo seguente: $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ viene aggiunto fino a saturazione in una soluzione diluita di KIO_3 a concentrazione incognita; raggiunta la saturazione di $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ la soluzione viene filtrata.
2. Pipetta 5.00 cm^3 della soluzione C in una beuta erlenmeyer. Aggiungi 10 cm^3 di KI 10% (w/v) and 10 cm^3 di HCl 1 mol dm^{-3} .
3. Titola con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ fino a che la soluzione diventa giallo chiaro. Aggiungi 2 cm^3 della soluzione di amido 0.1% (w/v). La soluzione dovrebbe diventare blu scuro. Titola con cura fino a scomparsa del colore. Scrivi il volume di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

c1) Scrivi il volume di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

(Non è necessario effettuare tutte le tre titolazioni richieste in tabella)

	Titolazione n°.		
	1	2	3
Lettura iniziale della buretta contenente la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			
Lettura finale della buretta contenente la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			
Volume consumato di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, cm^3			

Volume accettato, cm^3 ; $V_3 =$

c2) Calcola la concentrazione di IO_3^- nella soluzione C.

Concentrazione di IO_3^- , mol dm^{-3} : _____ (rispondi con 4 cifre decimali)

c3) Calcola la concentrazione del campione diluito incognito di KIO_3 .

Concentrazione di KIO_3 , mol dm^{-3} : _____ (rispondi con 4 cifre decimali)

Esame pratico

Task 2

Prodotti chimici e attrezzature (Task 2).**I. Prodotti chimici e materiale**

Prodotti chimici	Etichetta	Indicazioni di pericolo ^a
3-Pentanone (MW 86.13), ~0.86 g ^b in una vial	A	H225-H319-H335-H336
p-clorobenzaldeide (MW140.57), ~3.5 g ^c in una vial	B	H302-H315-H319-H335
Etanolo , 200 cm ³ in una spruzzetta (wash bottle)	Etanolo	H225-H319
Soluzione 2 mol dm ⁻³ di NaOH in acqua (etichettata come 2N NaOH), 25 cm ³ in bottiglia	2N NaOH	H290-H314

^a Vedi **pagina 36 per la definizione delle indicazioni di pericolo.**

^b Devi pesare la vial (con il tappo) contenente il 3-pentanone subito prima di utilizzarlo. Il valore esatto del 3-pentanone può essere calcolato dalle informazioni presenti sull'etichetta.

^c Il valore esatto è indicato sull'etichetta.

II. Attrezzatura e vetreria

Attrezzatura Condivisa	Quantità
Bilancia	Condivise 12 per stanza
Aspiratore ad acqua	Condivisi 2 per banco
Contenitore plastico con ghiaccio	Condivisi 1 per fila (può esserne richiesto il riempimento se si esaurisce)
Attrezzatura personale	Quantità
Piastra riscaldante con agitatore e sonda di temperatura (temperature probe)	1
Sostegno	1
Pinze	2
Pallone a fondo tondo da 100-cm ³	1
Cilindro graduato, 25 cm ³	1
Cilindro graduato, 50 cm ³	1
Refrigerante ad aria	1
Cristallizzatore in vetro, 250 cm ³	1
Beuta da 125-cm ³	2
Beuta da vuoto, 250 cm ³	1
Imbuto di Buchner, 25 cm ³	1
Vetro di orologio	1
Pipette di Pasteur (droppers)	5
Tettarelle in gomma	2
Mezzo cono in gomma per aspirazione	1
Mezzo cono in gomma per supporto pallone	1
Ancoretta magnetica	1
Dischi di carta da filtro	3 (in un sacchetto di plastica)
Spatola	1
Barretta in vetro per agitazione	1
Pinzette	1
Giunto tondo in plastica	1
Spruzzetta riempita con EtOH	1 (può essere riempita nuovamente)
Guanti in nitrile	2 (se necessario chiedere di sostituire la misura)
Tovaglette	2
Graffetta metallica per documenti (paper clip)	1
“Waste Task 2”, contenitore in vetro-500 cm ³	1

Codice Studente

ITA-1

Vial etichettata "Student code" per consegnare il prodotto a fine prova.	1
Occhiali di protezione	1

Task 2	a			b	Totale
	a1	a2	a3	b1	
Totale	2	2	2	18	24
Punteggio					

Rappresenta il 14% del Punteggio Totale

Task 2: Elaborare Scheletri di Atomi di Carbonio

La struttura delle molecole organiche è sostanzialmente basata su scheletri costituiti da legami carbonio-carbonio. La formazione di legami carbonio-carbonio è un aspetto fondamentale nella costruzione di strutture molecolari complesse a partire da molecole più semplici. Le reazioni che consentono la formazione di nuovi legami carbonio-carbonio hanno pertanto una notevole rilevanza nella sintesi organica. In questo esperimento ti è richiesto di trasformare due semplici molecole commercialmente disponibili, p-clorobenzaldeide e 3-pentanone, in una struttura molecolare più complessa.

Note Importanti:

- La spruzzetta di Etanolo può essere riempita nuovamente senza penalità.
- Tutte le pesate richiedono la verifica da parte del supervisore di laboratorio (lab supervisor). Il supervisore deve firmare nel foglio di risposte dello studente affinché possa essere attribuito il punteggio alla prova. **Nessun punteggio verrà attribuito in assenza di una verifica dei valori da parte del supervisore (assenza di firma).**
- 18 Punti di questa prova verranno attribuiti sulla base della qualità e quantità del prodotto sintetico sottomesso. **Non potrà essere attribuito nessun punteggio per questa parte della prova se il prodotto sintetico non è consegnato.**
- Lo spettro $^1\text{H-NMR}$ e la misura del punto di fusione saranno utilizzati dal valutatore per verificare la qualità del prodotto sintetico da te consegnato.

Parte a

1. Prendi la vial contenente il 3-pentanone (A) (Codice Axxx, per esempio: A305) e rimuovi completamente il parafilm. Pesa la vial con il suo tappo. Annota il peso nel foglio risposte in a1.
2. Prepara un bagno ad acqua riempiendo parzialmente il cristallizzatore in vetro da 250 cm^3 e riscalda a $55\pm 2^\circ\text{C}$. Aggiungi la graffetta metallica per documenti (paper clip) nel bagno ad acqua e attiva l'agitatore magnetico in modo che la rotazione della graffetta distribuisca uniformemente il calore nel recipiente.

- Assicurati che l'ancoretta magnetica sia inserita nel pallone a fondo tondo da 100- cm^3 . Prepara nel cilindro graduato 50 cm^3 di etanolo. Trasferisci nel pallone di reazione tutto il 3-pentanone (vial etichettata come **A** e precedentemente pesata) e tutta la *p*-clorobenzaldeide (vial etichettata come **B**), sciacquando i contenitori con poche aliquote dell'etanolo preparato nel cilindro. Aggiungi alla miscela nel pallone il resto dell'etanolo presente nel cilindro da 50 cm^3 e agita gentilmente per favorire la dissoluzione totale dei prodotti.
- Misura in un cilindro graduato 15 cm^3 della soluzione 2 mol dm^{-3} di NaOH (etichettata come 2N NaOH) e aggiungila alla miscela di reazione nel pallone. Fai molta attenzione a non bagnare il setto smerigliato del pallone di reazione con la soluzione di NaOH, ne rischi il bloccaggio.
- Assembla l'apparecchiatura di reazione come mostrato in **Figura 1**. Il pallone di reazione va inserito nel bagno ad acqua riscaldato a $55 \pm 2^\circ\text{C}$ senza toccarne il fondo e con il livello della miscela di reazione completamente immerso. Inserisci il refrigerante ad aria nel setto smerigliato sulla sommità del pallone e collegalo con il giunto tondo di plastica. Metti sotto agitazione la miscela di reazione e riscaldala nel bagno ad acqua per 30 minuti.

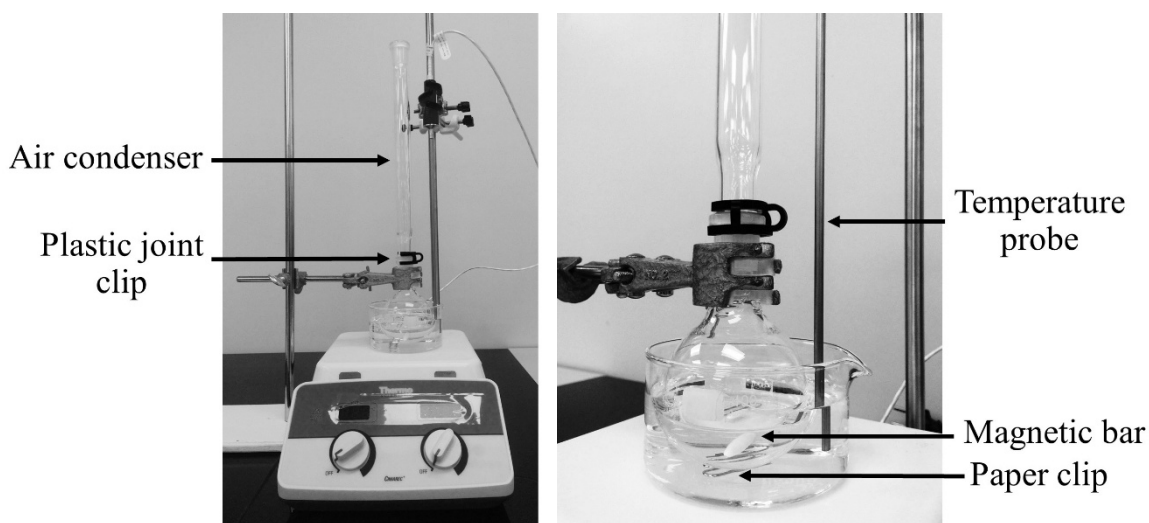


Figura 1: Assemblaggio dell'apparecchiatura di reazione necessario per il riscaldamento nel bagno ad acqua.

- Rimuovi il Pallone di reazione dal bagno ad acqua. (**ATTENZIONE! Il Pallone può essere caldo.**) Poggiare il pallone sul supporto di gomma.
- (**Importante**) Stacca la sonda di temperatura dalla piastra riscaldante per evitare il surriscaldamento della piastra nei successivi passaggi di ricristallizzazione del prodotto. Dopo aver staccato la sonda di temperatura informa il supervisore affinché controlli e consegnagli la sonda.

8. Prepara un bagno di ghiaccio sostituendo l'acqua calda nel cristallizzatore da 250 cm³ con del ghiaccio mescolato ad una piccola aliquota di acqua. Poggia il pallone di reazione nel bagno di ghiaccio e lascia raffreddare la miscela di reazione. Dovresti osservare la formazione di un precipitato solido. (**Suggerimento:** se non osservi la formazione del solido entro 5 minuti puoi strisciare la punta della barretta di vetro lungo la parete interna del pallone. Questo dovrebbe innescare la precipitazione.)
9. Raffredda la miscela con il ghiaccio per circa 20 minuti per consentire la completa precipitazione.
10. Assembla l'apparecchiatura di filtraggio sotto vuoto (**Figura 2**). Collega la beuta da vuoto all'aspiratore ad acqua. Posiziona l'imbuto di Buchner con l'adattatore in gomma nel collo della beuta da vuoto. Sistema un disco di carta da filtro esattamente al centro dell'imbuto di Buchner in modo da coprire tutti i fori e inumidiscilo con etanolo. Filtra il precipitato sotto vuoto e lava il precipitato raccolto sul filtro con una piccola aliquota di etanolo raffreddato nel ghiaccio. Lascia aspirare aria attraverso il precipitato per 2-3 minuti per essiccare il prodotto.



Figure 2: Assemblaggio dell'apparecchiatura per la filtrazione sotto vuoto.

11. Disconnetti il tubo da vuoto dalla beuta (prima di spegnere l'aspiratore). Riporta la tua attrezzatura sul tuo spazio di lavoro lasciando pulita e libera l'area comune. Raccogli accuratamente tutto il precipitato dal filtro di carta e trasferiscilo in una beuta da 125-cm³. **Fai attenzione a non grattare con eccessiva intensità il filtro di carta, per evitare di contaminare il precipitato con piccoli frammenti di carta.** Risciacqua l'imbuto Buchner con etanolo prima di riutilizzarlo.

12. Versa dell'etanolo in un'altra beuta e riscaldalo gentilmente sulla piastra calda. (puoi regolare la temperatura della piastra tra 100-120°C). **Prima di iniziare il riscaldamento assicurati di aver distaccato la sonda di temperatura dalla piastra riscaldante.**
13. Ricristallizza il prodotto da etanolo caldo. Puoi seguire la procedura seguente.
- Aggiungi una piccola aliquota di etanolo caldo alla beuta contenente il solido grezzo, tenendo la miscela sotto agitazione con la rotazione della mano. Continua l'aggiunta di etanolo caldo in piccole aliquote successive, agitando dopo ogni aggiunta, finché tutto il solido è disciolto. Non eccedere con l'etanolo. Durante il processo di dissoluzione del precipitato mantieni costantemente la beuta calda appoggiandola sulla piastra riscaldante. **Fai attenzione a non scottarti con la beuta calda.** Puoi usare le tovagliette fornite con l'attrezzatura o salviette di carta per mantenere il collo della beuta durante l'agitazione. Quando il precipitato è completamente disciolto, poni la beuta sul banco e lascia raffreddare la soluzione a temperatura ambiente senza disturbarla. Dovresti osservare la formazione di un solido cristallino. Se non osservi cristallizzazione puoi innescarla strisciando la punta della barretta di vetro lungo la parete interna della beuta. Questo dovrebbe innescare la precipitazione. Metti la beuta nel bagno a ghiaccio per completare la cristallizzazione.
14. Filtra il prodotto ricristallizzato con filtrazione sotto vuoto (segui lo stesso protocollo del punto 10) e lava il prodotto raccolto sul filtro con una piccola aliquota di etanolo raffreddato nel ghiaccio. Lascia aspirare aria attraverso il prodotto cristallizzato per 2-3 minuti per essiccarlo. Disconnetti il tubo da vuoto dalla beuta (prima di spegnere l'aspiratore). Riporta la tua attrezzatura sul tuo spazio di lavoro lasciando pulita e libera l'area comune. Lascia essiccare all'aria sul banco il prodotto cristallizzato per almeno 15 minuti.
15. Pesa la vial che ti è stata fornita etichettata con il tuo codice studente (pesala senza il tappo). Registra il valore nel foglio risposte, domanda a1.
16. Trasferisci il prodotto ricristallizzato nella vial precedentemente pesata. Determina quindi la massa del prodotto ricristallizzato ottenuto e registra il valore nel foglio risposte, domanda a1.
17. Scrivi le informazioni richieste sull'etichetta della vial contenente il prodotto della sintesi e lascia la vial sul banco. Il supervisore preleverà la tua vial del prodotto e firmerà il foglio risposte alla domanda b dopo il "Comando di Stop". Anche lo studente deve firmare il foglio risposte alla domanda b per ottenere la valutazione della prova. Dopo che supervisore e studente hanno entrambi firmato, immettere la vial in un sacchetto, chiuderlo e sottometterlo per la valutazione.

Questi oggetti devono essere lasciati sul tuo banco al termine della prova:

- Il fascicolo esame/risposte (questo fascicolo) inserito in una busta di esame.
- La vial etichettata con "Student Code" con tutte le informazioni inserite sull'etichetta.

Il Supervisore applicherà un'etichetta in quest'area quando distribuirà casualmente i composti:



Axxx (Per esempio: A567) = Codice della vial contenente 3-pentanone
 Tara (con tappo): Massa di (vial + etichetta + tappo) **prima** di aggiungere 3-pentanone
Bxxx (Per esempio: B567) = Codice della vial contenente *p*-clorobenzaldeide
 Netto: Massa netta della *p*-clorobenzaldeide

a1) Usa per i tuoi calcoli le informazioni fornite nell'etichetta sovrastante insieme ai tuoi dati sperimentali. Scrivi tutti i risultati nella Tabella sottostante.

Massa complessiva della vial fornita (pesata col tappo) e del 3-pentanone contenuto

= _____

*La firma del supervisore è richiesta per la valutazione

Massa netta del 3-pentanone = _____

Massa netta della *p*-clorobenzaldeide (copia da etichetta): _____

Massa della vial del prodotto vuota (senza tappo): _____

* La firma del supervisore è richiesta per la valutazione

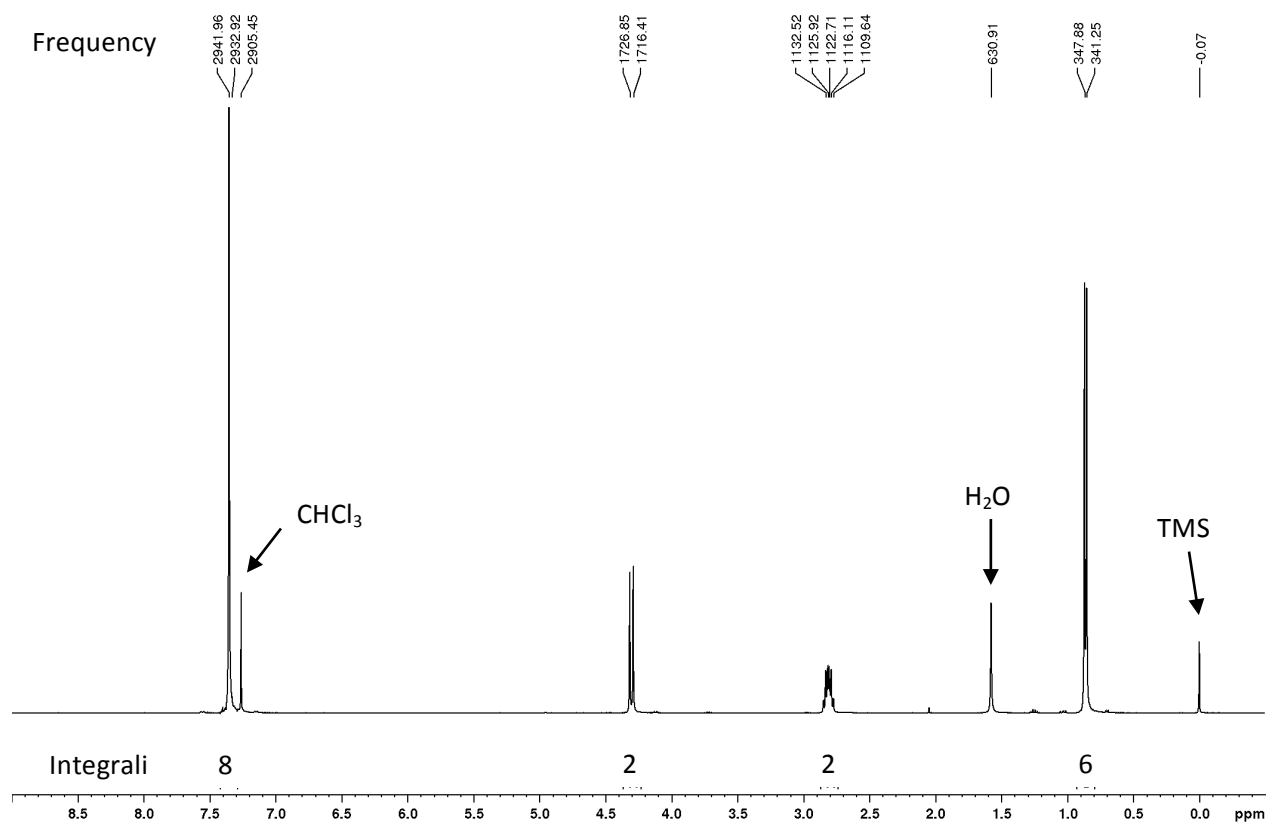
Massa della vial (senza tappo) con il prodotto ricristallizzato: _____

* La firma del supervisore è richiesta per la valutazione

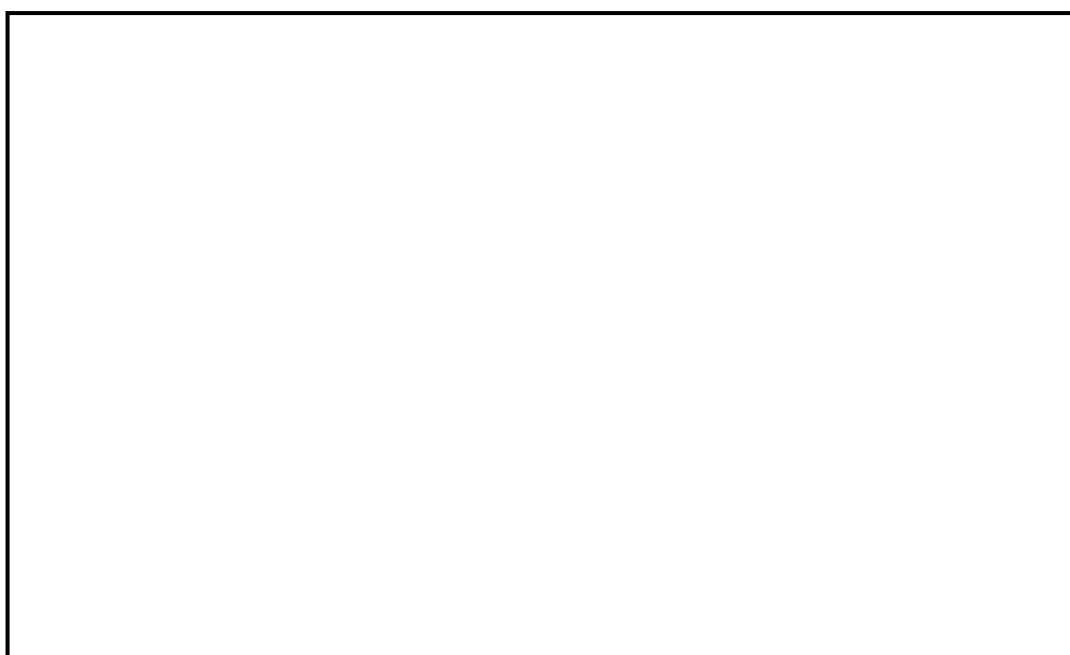
Massa del prodotto ricristallizzato: _____

a2) Scrivi 4 plausibili composti aromatici che si possono formare durante questa reazione. Gli stereoisomeri sono esclusi.

a3) Dato il sottostante spettro 400MHz $^1\text{H-NMR}$ (in CDCl_3) del prodotto di sintesi, scrivine la struttura.



I valori degli integrali riportati sotto lo spettro sono relativi a tutti i protoni presenti nella molecola.



Parte b

b1) Il tuo prodotto consegnato sarà caratterizzato e valutato per la sua percentuale di resa e per la sua purezza. Fornisci le seguenti informazioni sul prodotto consegnato.

Stato: Solido Liquido

Firma del supervisor: _____ (Firmato alla sottomissione)

Firma dello studente: _____ (Firmato alla sottomissione)

Health Statements

H225	Highly flammable liquid and vapor
H226	Flamable liquid and vapor
H272	May intensify fire; oxidizer
H290	Maybe corrosive to metals
H300	Fatal if swallowed
H301	Toxic if swallowed
H302	Harmful if swallowed
H314	Causes severe skin burns and eye damage
H315	Causes skin irritation
H319	Causes serious eye irritation
H330	Fatal if inhaled
H335	May cause respiratory irritation
H336	May cause drowsiness or dizziness
H371	May cause damage to organs

Characteristic ^1H NMR Chemical Shifts

Type of Hydrogen (R=Alkyl, Ar=Aryl)	Chemical Shift (ppm)	Type of Hydrogen (R=Alkyl, Ar=Aryl)	Chemical Shift (ppm)
$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	0 (by definition)		
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