

19<sup>th</sup> – 29<sup>th</sup> Luglio 2018  
Bratislava, SLOVAKIA  
Prague, CZECH REPUBLIC

---

[www.50icho.eu](http://www.50icho.eu)

## Problemi della prova pratica

<b>Nazione:</b>	Italia
<b>Nome e Cognome:</b>	Luca Spagnoletti
<b>Codice studente:</b>	ITA-3
<b>Lingua:</b>	Italiano



# 50<sup>th</sup> IChO 2018

International Chemistry Olympiad  
SLOVAKIA & CZECH REPUBLIC

BACK TO WHERE IT ALL BEGAN



## Istruzioni generali

- Questo fascicolo d'esame contiene 28 pagine.
- Prima di iniziare l'esame, avrai a disposizione 15 minuti addizionali per leggere il fascicolo d'esame.  
**Durante questo tempo non iniziare a lavorare, scrivere o effettuare calcoli, altrimenti verrai squalificato.**
- Puoi iniziare a lavorare non appena verrà dato il comando di **Start**.
- Hai a disposizione **5 ore** per completare l'esame.
- Puoi lavorare sugli esercizi in qualunque ordine, tuttavia è consigliato di iniziare con il Problema P1.
- Tutti i risultati e le risposte devono essere riportate in modo chiaro e preciso **a penna nei riquadri appositamente creati** sui fogli d'esame. Le risposte che saranno scritte al di fuori dei boxes di risposta non verranno valutate.
- Non utilizzare una matita o un pennarello per scrivere le risposte. Utilizza solo la penna e la calcolatrice che ti saranno fornite.
- Ti verranno forniti 3 fogli da utilizzare come brutta. Se te ne servono di più, puoi utilizzare il retro dei fogli del fascicolo d'esame.  
Ricorda che **nulla presente al di fuori dei boxes verrà valutato.**
- **La versione ufficiale in inglese** del fascicolo d'esame è disponibile su richiesta e dev'essere utilizzata solo a scopi chiarificatori.
- Se hai bisogno di lasciare il laboratorio (per utilizzare il bagno, bere o mangiare uno snack), informa il tuo assistente di laboratorio che ti accompagnerà fuori dal laboratorio.
- Devi **seguire le regole di sicurezza** indicate nel regolamento IChO. Qualora tu dovessi infrangere queste regole di sicurezza, riceverai solo un avvertimento da parte dell'assistente di laboratorio. Ogni successiva violazione delle regole implicherà il tuo allontanamento dal laboratorio e la tua prova pratica verrà interamente valutata con 0 punti.
- Reagenti e vetreria, se non diversamente indicato, verranno riforniti o sostituiti senza penalità solo una volta. Ogni successivo incidente comporterà la sottrazione di un punto dai 40 punti totali della prova pratica.
- L'assistente di laboratorio vi avviserà a 30 minuti dal comando di **Stop**.
- Quando verrà annunciato il segnale di **Stop**, dovrai immediatamente terminare il tuo lavoro. Se dovessi continuare a lavorare o scrivere anche solo per qualche minuto, la tua prova pratica verrà annullata.
- Dopo il segnale di **Stop**, un assistente di laboratorio verrà a firmare il tuo foglio delle risposte. Dopo che avrete firmato entrambi, rimetti questo fascicolo d'esame nella sua busta e consegnalo insieme ai tuoi prodotti e alle tue lastre di TLC per la valutazione.



## Regole di laboratorio e sicurezza

- In laboratorio devi sempre indossare un camice e mantenerlo abbottonato. Le calzature che indossi devono coprire interamente i piedi e le caviglie.
- Mentre lavori in laboratorio, indossa sempre gli occhiali di protezione o gli occhiali graduati. Non indossare lenti a contatto.
- Non mangiare o bere all'interno del laboratorio. Le chewing gum non sono permesse.
- Lavora solo nella tua postazione. Tieni pulite la tua area di lavoro e le aree di lavoro comuni.
- Non sono permessi esperimenti non autorizzati e nemmeno modifiche agli esperimenti dati.
- Non pipettare con la bocca. Usa sempre la palla di Peleo (Pipette filler bulb, 3-way).
- Pulire le fuoriuscite e rimuovere immediatamente la vetreria rotta dal bancone e dal pavimento.
- Tutti gli scarti devono essere appropriatamente smaltiti per evitare contaminazioni o lesioni. Gli scarti di laboratorio solubili/miscibili in acqua e non pericolosi possono essere smaltiti attraverso il lavandino. I restanti scarti devono essere smaltiti attraverso gli appositi contenitori etichettati e sigillati.



## Definition of GHS hazard statements

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

### Physical hazards

- H225 Highly flammable liquid and vapour.
- H226 Flammable liquid and vapour.
- H228 Flammable solid.
- H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
- H272 May intensify fire; oxidizer.
- H290 May be corrosive to metals.

### Health hazards

- H301 Toxic if swallowed.
- H302 Harmful if swallowed.
- H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
- H311 Toxic in contact with skin.
- H312 Harmful in contact with skin.
- H314 Causes severe skin burns and eye damage.
- H315 Causes skin irritation.
- H317 May cause an allergic skin reaction.
- H318 Causes serious eye damage.
- H319 Causes serious eye irritation.
- H331 Toxic if inhaled.
- H332 Harmful if inhaled.
- H333 May be harmful if inhaled.
- H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
- H335 May cause respiratory irritation.
- H336 May cause drowsiness or dizziness.
- H351 Suspected of causing cancer.
- H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
- H371 May cause damage to organs.
- H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
- H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

### Environmental hazards

- H400 Very toxic to aquatic life.
- H402 Harmful to aquatic life.
- H410 Very toxic to aquatic life with long lasting effects.
- H411 Toxic to aquatic life with long lasting effects.
- H412 Harmful to aquatic life with long lasting effects.



## Reagenti

### Per tutti i problemi

Reagenti	Etichetta	Indicazioni di pericolo GHS <sup>1</sup>
<b>Acqua</b> deionizzata in: Spruzzetta (bancone) Bottiglia di plastica (bancone) Contenitore in plastica (sotto cappa)	<b>Water</b>	Non pericoloso

### Per il Problema P1 (cestino bianco, se non diversamente indicato)

Reagenti	Etichetta	Indicazioni di pericolo GHS <sup>2</sup>
<b>Etanolo</b> , 100 cm <sup>3</sup> in spruzzetta (bancone)	<b>Ethanol</b>	H225, H319
<b>2-Acetonafteone</b> : ca. 0.002 g in una vial di vetro, standard per TLC 0.500 g in una vial di vetro	<b>Standard A</b>	H302, H315, H319, H335, H411
	<b>Reactant A</b>	
<b>2,4-Dinitrofenilidrazina</b> , contenente 33% (w/w) di acqua, 0.300 g in una vial di vetro	<b>DNPH</b>	H228, H302
Soluzione di candeggina, contenente 4.7% di <b>NaClO</b> , 13.5 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di vetro ambrato	<b>Bleach</b>	H290, H314, H400
<b>Acetato d'etile</b> , 15 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di vetro ambrato	<b>EtOAc</b>	H225, H319, H336
<b>Eluente</b> per la cromatografia su strato sottile, esano/acetato d'etile 4:1 (v/v), 5 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di vetro ambrato	<b>TLC eluent</b>	H225, H304, H315, H336, H411 <sup>3</sup>
5% <b>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b> , in soluzione acquosa, 20 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica	<b>5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b>	H319
20% <b>HCl</b> , soluzione acquosa, 15 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica	<b>20% HCl</b>	H290, H314, H319, H335 e altre

### Per il Problema P2 (cestino verde)

Reagenti	Etichetta	Indicazioni di pericolo GHS <sup>4</sup>
8 mmol dm <sup>-3</sup> <b>luminolo</b> in 0.4 mol dm <sup>-3</sup> di soluzione acquosa di <b>NaOH</b> , 50 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica	<b>Luminol in NaOH</b>	H290, H315, H319
2.00 mmol dm <sup>-3</sup> <b>CuSO<sub>4</sub></b> in soluzione acquosa, 25 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica	<b>Cu</b>	Non pericoloso
2.00 mol dm <sup>-3</sup> <b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b> in soluzione acquosa, 12 cm <sup>3</sup> in una piccola bottiglia di plastica	<b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> conc.</b>	H302, H315, H318

<sup>1</sup> Vedi pagina 3 per la definizione delle indicazioni di pericolo - GHS.

<sup>2</sup> Indicazioni di pericolo – GHS per l'esano.



0.100 mol dm <sup>-3</sup> <b>cisteina cloridrato (cysteine.HCl)</b> in soluzione acquosa, 12 cm <sup>3</sup> in una piccola bottiglia di plastica	<b>Cys conc.</b>	Non pericoloso
<b>Acqua</b> , 50 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica	<b>Water</b>	Non pericoloso

Per il Problema P3 (cestino grigio, se non diversamente indicato)

Reagenti	Etichetta	Indicazioni di pericolo GHS <sup>5</sup>
<b>Campione di acqua minerale</b> , 400 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica (bancone)	<b>Sample</b>	Non pericoloso
3 mol dm <sup>-3</sup> <b>NH<sub>4</sub>Cl</b> / 3 mol dm <sup>-3</sup> <b>NH<sub>3</sub></b> in soluzione acquosa, 15 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica	<b>Buffer</b>	H302, H319, H314, H400
<b>NaCl</b> , solido, 10 g in una bottiglia di plastica	<b>NaCl</b>	H319
<b>Eriochrome black T</b> , indicatore in miscela, in una bottiglia di plastica	<b>EBT</b>	H319
<b>Blu di bromotimolo</b> , indicatore in soluzione, in una bottiglia di plastica	<b>BTB</b>	H302, H315, H319
5.965 × 10 <sup>-3</sup> mol dm <sup>-3</sup> di soluzione standard di <b>disodio etilendiamminotetracetato (EDTA)</b> , 200 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica (bancone)	<b>EDTA</b>	H302, H315, H319, H335
0.2660 mol dm <sup>-3</sup> di soluzione standard di <b>NaOH</b> , 250 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica (bancone)	<b>NaOH</b>	H314
<b>Resina a scambio cationico</b> fortemente <b>acida</b> , in forma H <sup>+</sup> , 50 cm <sup>3</sup> in una bottiglia di plastica di materiale umido rigonfiato lavato con acqua deionizzata	<b>Catex</b>	H319

## Attrezzatura

Per tutti i problemi (sul ripiano, se non diversamente indicato)

Attrezzatura condivisa	Quantità
Salviette di carta	1 scatola per 2–4
Cestino per la carta di scarto - Waste paper (bancone, vicino al lavandino)	1 per 4
Guanti in Nitrile (sotto cappa)	1 scatola per il laboratorio
Attrezzatura personale	
Occhiali di protezione	1
Portapipette (bancone)	1
Palla di Peleo (Bulb pipette filler, 3-way)	1
Beaker in vetro, 100 cm <sup>3</sup> , contenente: bacchetta di vetro, cucchiaino in plastica, spatola, pinze, pennarello, matita, righello	1 (di ogni oggetto)

<sup>3</sup> Vedi pagina 3 per la definizione delle indicazioni di pericolo - GHS.



Per il Problema P1 (cestino bianco, se non diversamente indicato)

Attrezzatura condivisa	Quantità
Lampada UV (sotto cappa)	1 per più di 12
Sorgente di vuoto (tubo da vuoto con rubinetto di plastica, bancone)	1 per 2
Attrezzatura personale	
Piastra riscaldante con agitatore (bancone) con: Sonda di temperatura, Cristallizzatore, con clip metallica	1 (di ogni attrezzo)
Sostegno da laboratorio (bancone) con: Morsetto con morsa piccola Morsetto con morsa grande	1 (di ogni attrezzo)
Bottiglia di plastica per lo scarto organico - <b>Organic waste</b> (bancone)	1
Anello metallico aperto	1
Beuta a fondo arrotondato, 50 cm <sup>3</sup> , con ancoretta magnetica	1
Cilindro graduato, 10 cm <sup>3</sup>	1
Condensatore a riflusso	1
Imbuto separatore, 100 cm <sup>3</sup> , con rubinetto	1
Beuta Erlenmeyer senza collo smerigliato, 50 cm <sup>3</sup>	1
Beuta Erlenmeyer senza collo smerigliato, 25 cm <sup>3</sup>	1
Beuta Erlenmeyer con collo smerigliato, 50 cm <sup>3</sup>	1
Imbuto in vetro	1
Beuta da filtrazione, 100 cm <sup>3</sup>	1
Adattatore di gomma per imbuto da filtrazione	1
Imbuto da filtrazione con setto poroso, porosità <b>S2</b> (etichetta bianca)	1
Imbuto da filtrazione con setto poroso, porosità <b>S3</b> (etichetta rossa)	1
Beaker in vetro, 50 cm <sup>3</sup> , con piatto Petri come coperchio	1
Beaker in vetro, 150 cm <sup>3</sup>	1
Capillari graduati per TLC, 5 µl	3
Sacchetto con 5 strisce indicatrici di pH e 1 scala di pH	1
Sacchetto con 2 lastre da TLC	1
Pipette Pasteur	4
Bulbo di gomma	1
Vial in vetro etichettata <b>Student code B</b> per il prodotto della reazione di aloformazione	1
Vial in vetro etichettata <b>Student code C</b> per il prodotto della reazione di Brady	1



### Per il Problema P2 (cestino verde, se non diversamente indicato)

Attrezzatura personale	Quantità
Cronometro	1
Termometro digitale e scheda che riporta la sua costante di calibrazione	1
Matraccio volumetrico, 50 cm <sup>3</sup>	1
Pipetta a bulbo, 5 cm <sup>3</sup> (bancone, nel portapipette)	1
Pipette graduate, 5 cm <sup>3</sup> (bancone, nel portapipette)	3
Pipette graduate, 1 cm <sup>3</sup> (bancone, nel portapipette)	2
Bottiglia in plastica etichettata <b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.</b> per la diluizione della soluzione madre di H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , 50 cm <sup>3</sup>	1
Bottiglia in plastica etichettata <b>Cys dil.</b> per la diluizione della soluzione madre di cysteine.HCl, 50 cm <sup>3</sup>	1
Provettone in plastica nero, 15 cm <sup>3</sup>	1
Provetta da centrifuga senza tappo, 1.5 cm <sup>3</sup>	1
Beaker di plastica, 25 cm <sup>3</sup>	1
Beuta Erlenmeyer, 100 cm <sup>3</sup>	1

### Per il Problema P3 (cestino grigio, se non diversamente indicato)

Attrezzatura personale	Quantità
Sostegno da laboratorio (bancone) con: Foglio di carta bianco Morsetto per buretta Burette, 25 cm <sup>3</sup>	1 (di ogni attrezzo)
Pipetta a bulbo, 50 cm <sup>3</sup> (bancone, nel portapipette)	1
Pipetta a bulbo, 10 cm <sup>3</sup> (bancone, nel portapipette)	1
Imbuto in vetro	1
Cilindro graduato, 5 cm <sup>3</sup>	1
Beute da titolazione (a fondo piatto), 250 cm <sup>3</sup>	2
Beuta Erlenmeyer, 250 cm <sup>3</sup>	1
Imbuto da filtrazione con setto poroso, porosità <b>S1</b> (etichetta blu)	1
Beakers in vetro, 100 cm <sup>3</sup>	2
Beaker in vetro, 250 cm <sup>3</sup>	1
Pipette Pasteur in plastica, a stelo stretto, non graduate	2
Pipetta Pasteur in plastica, a stelo spesso, graduata	1
Sacchetto con 5 strisce indicatrici di pH e 1 scala di pH	1
Sacchetto con 5 strisce di carta assorbente	1
Bottiglia in plastica con lo scarto del catex - <b>Waste catex</b> (bancone)	1



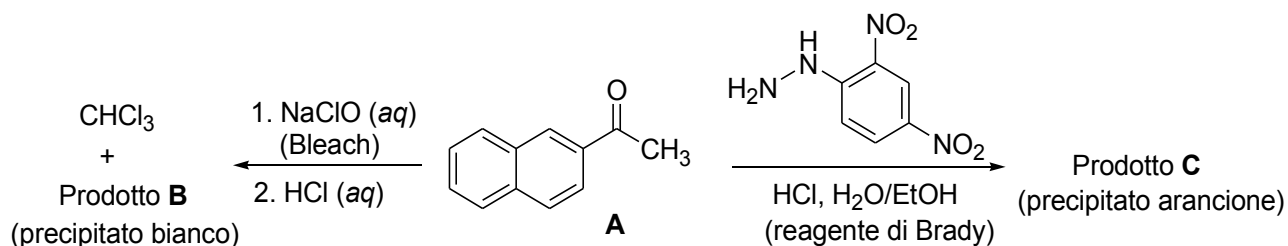


Problema P1 della prova pratica 14% del totale	Quesito	1.1	1.2	resa	m.p.	Totale
	Punti	4	16	20	10	50
	Punteggio					

## Problema P1. Reazione dell'aloformio con la candeggina (bleach)

Test chimici sono stati sviluppati per identificare i gruppi funzionali in composti incogniti. In questo task sono proposti due esempi di test chimici su scala preparativa, partendo dal (2-naftil)etanone (**A**, 2-acetonaftone):

- La reazione dell'aloformio è una trasformazione tipica dei metil chetoni che reagiscono con una soluzione acquosa basica di ipoclorito, generando un acido carbossilico (prodotto **B**) e un aloformio (trialometano).
- L'uso del reagente di Brady (soluzione acida di 2,4-dinitrofenilidrazina) con il gruppo carbonilico di un'aldeide o chetone provoca la formazione di un precipitato arancione dell'idrazone (prodotto **C**).



P1.1 Disegna le strutture dei prodotti **B** e **C**.

Prodotto <b>B</b>	Prodotto <b>C</b>
-------------------	-------------------

### Note:

- Il punteggio totale sarà basato sui valori di  $R_f$  dei composti **A** e **B** calcolati sulla prima lastrina TLC (lastrina 1) e sulla qualità e quantità dei prodotti **B** and **C** consegnati.
- La qualità dei tuoi prodotti sarà valutata sulla base dell'aspetto della lastrina TLC e sui punti di fusione.

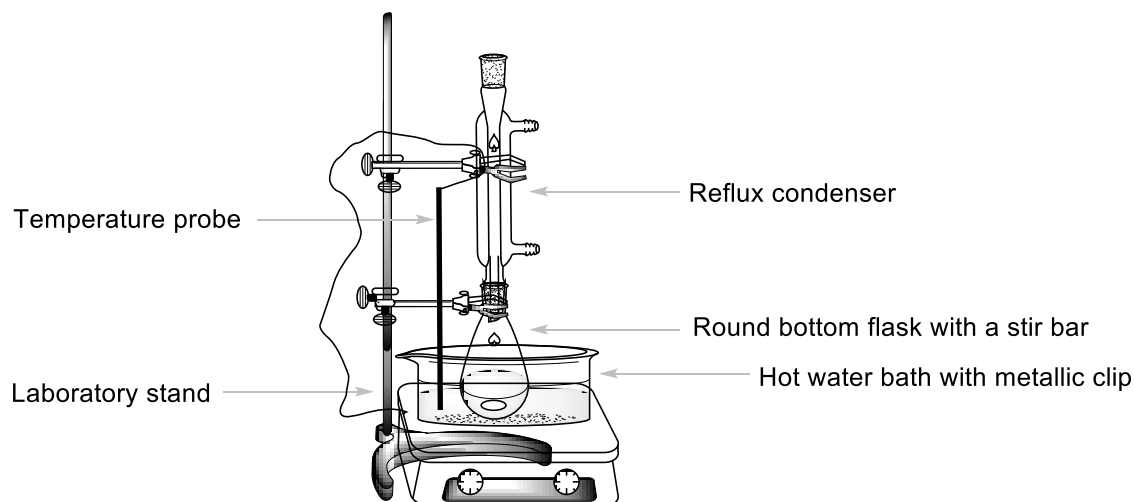


- La quantità della soluzione di ipoclorito fornita non è sufficiente per convertire tutto il reagente **A** nel prodotto **B**. Potrai recuperare il reagente **A** residuo tramite un'estrazione acido-base, isolandolo dopo la reazione con il reagente di Brady sotto la forma dell'idrazone **C**. La valutazione è basata sulla resa combinata dei prodotti **B** e **C**.

## Procedura

### I. Reazione dell'aloformio

1. Accendi l'agitatore magnetico e aggiusta la velocità a 540 rpm. Immergi nel bagno quasi fino al fondo la sonda di temperatura (temperature probe), lasciando il cavo appoggiato sulla pinza superiore, e fissa la temperatura a 80 °C.
2. Trasferisci 0.500 g di 2-acetonaftone dalla vial etichettata **Reactant A** nel pallone a pera da 50 cm<sup>3</sup> contenente l'ancoretta magnetica. Misura 3 cm<sup>3</sup> di etanolo (dalla spruzzetta) nel cilindro graduato e usalo per trasferire quantitativamente il reagente **A** rimanente nel pallone, usando una pipetta Pasteur di vetro.
3. Immergi il pallone nel bagno ad acqua caldo. Connetti sul pallone un condensatore a riflusso ad aria (la connessione con l'acqua non è necessaria) e bloccalo (non strettamente) nella parte alta tramite la pinza larga, come mostrato in Figura 1. Lascia che il composto **A** si sciolga con l'agitazione.



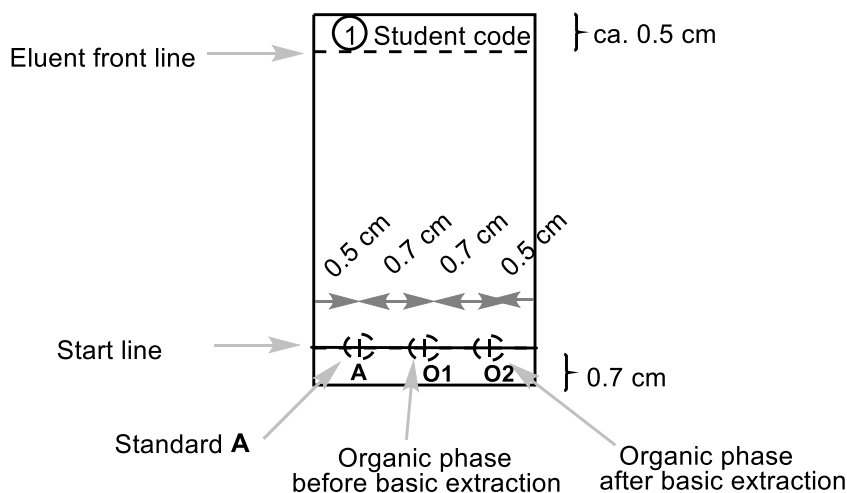
**Figura 1.** Attrezzatura per il riscaldamento della miscela di reazione nel bagno ad acqua.

4. Quando la temperatura del bagno raggiunge i 75 °C, aggiungi lentamente e con accortezza tutta la soluzione di NaClO (**Bleach**) alla miscela di reazione attraverso la parte alta del condensatore usando l'imbuto di vetro piccolo. Riscalda la miscela di reazione agitando per 60 minuti tra 75 e 80 °C.
5. A questo punto spegni il riscaldamento dell'agitatore magnetotermico. Allenta leggermente la pinza superiore e fai in modo di portare fuori dal bagno caldo il pallone facendo scorrere la pinza che lo sostiene. (*Attenzione!* Tocca solo le pinze, il pallone è molto caldo.) Recupera il pallone tenendolo con la pinza e lascia raffreddare la reazione per 15 minuti.



## II. Workup della miscela di reazione

1. Metti l'imbuto separatore nell'anello di metallo (montato sull'asta) mettendo al di sotto la beuta Erlenmeyer senza giunto smerigliato da 50 cm<sup>3</sup>. Versa la miscela di reazione raffreddata nell'imbuto separatore utilizzando l'imbuto di vetro. Rimuovi l'ancoretta magnetica dall'imbuto di vetro con le pinze. Misura 5 cm<sup>3</sup> di acetato di etile (**EtOAc**) e usalo (dividendolo in più parti, almeno tre) per lavare il pallone di reazione. Aggiungi questi lavaggi nell'imbuto separatore usando una pipetta Pasteur.
2. Fai l'estrazione e poi aspetta che le due fasi si separino. Raccogli la fase acquosa nella beuta Erlenmeyer senza giunto smerigliato da 50 cm<sup>3</sup>. Versa la fase organica dalla parte alta dell'imbuto separatore nella beuta Erlenmeyer da 25 cm<sup>3</sup> utilizzando un imbutino di vetro. Conserva entrambe le fasi (acquosa e organica)!
3. Versa la fase acquosa precedentemente raccolta nella beuta Erlenmeyer da 50 cm<sup>3</sup> nell'imbuto separatore utilizzando un imbutino di vetro. Misura altri 5 cm<sup>3</sup> of acetato di etile e ripeti l'estrazione (passaggio No. II.2). Unisci le fasi organiche insieme nella beuta Erlenmeyer da 25 cm<sup>3</sup>. Conserva entrambe le fasi (acquosa e organica)!
4. Prepara la tua lastrina TLC, controllandola prima di usarla. Le lastrine non usate danneggiate saranno sostituite, su richiesta, senza alcuna penalità. Usa una matita per tracciare la linea di partenza e segna le posizioni dove punterai i campioni. Scrivi il numero **1** in un cerchietto e il tuo codice studente sulla parte alta della lastrina, come mostrato in Figura 2. Sciogli il campione di 2-acetonaftone fornito nella vial (**Standard A**) in circa 2 cm<sup>3</sup> di etanolo (circa 1 intera pipetta Pasteur di vetro). Segna tre posizioni etichettandole **A**, **O1**, e **O2**. Deponi 1 µl (la prima tacca del capillare da 5 µl che userai per deporre il campione) dello standard **A** e delle fasi organiche riunite nel passaggio II.3 (**O1**). Successivamente aggiungerai anche il campione **O2**.



**Figura 2.** Istruzioni per la preparazione della lastrina TLC.

5. Estrai due volte le fasi organiche riunite con 5 cm<sup>3</sup> della soluzione al 5% di Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Raccogli la fase acquosa nella stessa beuta Erlenmeyer senza giunto smerigliato da 50 cm<sup>3</sup> che conteneva la fase acquosa della prima estrazione.
6. Lava la fase organica nell'imbuto separatore con 5 cm<sup>3</sup> di acqua deionizzata. Riunisci la fase acquosa agli estratti acquosi precedenti. Versa la fase organica (**O2**) dalla parte alta



dell'imbuto separatore nella beuta Erlenmeyer con il giunto smerigliato da 50 cm<sup>3</sup>. Punta 1 µl della soluzione **O2** sulla lastrina TLC preparata nel passaggio II.4 (Lastrina 1).

7. Fai la tua analisi TLC. Prendi un beaker da 50 cm<sup>3</sup> e versaci circa 2 cm<sup>3</sup> del **TLC eluent**. Inserisci la lastrina TLC, copri il beaker con la capsula di Petri e fai salire l'eluente fino a circa 0.5 cm dal bordo alto della lastrina. Togli la lastrina dal beaker usando le pinzette, segna il fronte dell'eluente con la matita e lascia asciugare la lastrina all'aria. Colloca la lastrina TLC sotto la lampada UV (sotto cappa). Cerchia con la matita tutte le macchie visibili e calcola i valori di  $R_f$  del reagente **A** e del prodotto **B**. Conserva la tua lastrina TLC in una bustina di plastica.

*Nota 1:* Il prodotto **B** potrebbe strisciare sulla lastrina TLC, per cui evita di caricare troppo campione.

*Nota 2:* In alcuni casi si potrebbero vedere due macchie addizionali con intensità molto bassa, dovute a prodotti secondari, nelle fasi organiche **O1** e **O2**. In questo caso calcola il valore di  $R_f$  per la(le) macchia(e) più intensa(e).

*Nota 3:* Se la fase organica **O2** contenesse ancora sia il materiale di partenza **A** che il prodotto **B**, ripeti l'estrazione con la soluzione di Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> e l'acqua (passaggi No. II.5 e II.6). In questo caso usa anche l'altra lastrina TLC dopo aver ripetuto l'estrazione (Lastrina 2), puntando solo lo standard **A** e la fase organica **O2**. Scrivi il numero **2** in un cerchietto e il tuo codice studente sulla parte alta di questa lastrina. Usa eluente fresco prelevandolo dalla bottiglietta **TLC eluent** per fare la seconda analisi TLC (Lastrina 2).

- P1.2 Rispondi alle seguenti domande circa la(e) tua(e) lastrina(e). Dalla lastrina 1 calcola i valori di  $R_f$  dello standard **A** e del prodotto **B**. Fornisci i risultati con 2 cifre decimali.

Sulla base della tua analisi TLC, la fase organica <b>O1</b> contiene:		
	YES	NO
Materiale di partenza <b>A</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Prodotto <b>B</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Sulla base della tua analisi TLC, la fase organica finale <b>O2</b> contiene:		
	YES	NO
Materiale di partenza <b>A</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Prodotto <b>B</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Calcolo dell' $R_f$ ( <b>A</b> )		
$R_f$ ( <b>A</b> ) =		
Calcolo dell' $R_f$ ( <b>B</b> )		
$R_f$ ( <b>B</b> ) =		



### III. Reazione con il reagente di Brady

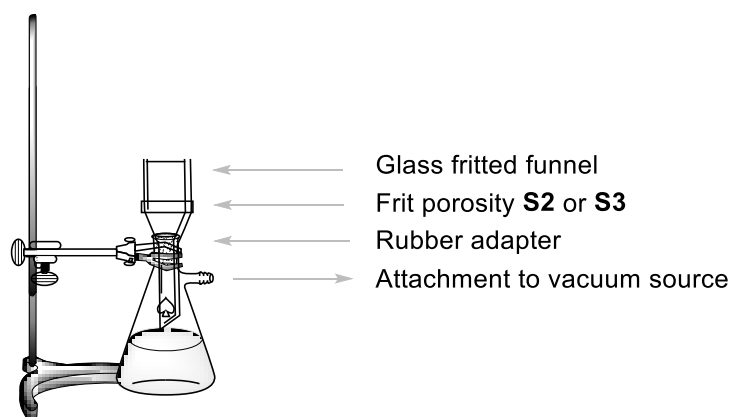
*Attenzione:* Usa i guanti! Il reagente di Brady macchia la pelle e tutte le superfici. Lava eventuali macchie subito con etanolo! Cambia i guanti se necessario.

Preriscalda il bagno ad acqua a 80 °C. Inserisci un'ancoretta magnetica nella beuta Erlenmeyer con giunto smerigliato da 50 cm<sup>3</sup> contenente la fase organica **O2** ottenuta nel passaggio II.6, e aggiungi 0.300 g di 2,4-dinitrofenilidrazina (**DNPH**). In un cilindro graduato misura 10 cm<sup>3</sup> di etanolo. Lava la vial di vetro con 5 × 2 cm<sup>3</sup> di etanolo usando la pipetta Pasteur di vetro, e trasferisci quantitativamente tutto il **DNPH** nella beuta. Colloca la beuta Erlenmeyer nel bagno ad acqua caldo, attacca il condensatore a riflusso (similmente al disegno in Figura 1) lavato con etanolo. Aggiungi 3 cm<sup>3</sup> di HCl al 20% dalla parte alta del condensatore usando un imbuto, e porta in agitazione la miscela di reazione a 80 °C per 2 minuti. Cominceranno a formarsi dei piccoli cristalli arancioni del prodotto **C**. A questo punto spegni il riscaldamento dell'agitatore magnetotermico. Solleva la beuta della reazione al di sopra del bagno ad acqua. (*Attenzione!* Tocca solo la pinza, la beuta è bollente.) Utilizzando la pinza, fai raffreddare la miscela di reazione per 15 min e poi immergi la beuta in un bagno ad acqua freddo (preparato versando acqua fresca dal rubinetto in un beaker da 150 cm<sup>3</sup>).

### IV. Isolamento dei prodotti delle due reazioni

1. Controlla il pH delle fasi acquose riunite (vedi passaggio No. II.6). Acidifica con attenzione aggiungendo la soluzione al 20% di HCl, mescolando la miscela con la bacchetta di vetro (dovrebbero bastare circa 2 cm<sup>3</sup> della soluzione di HCl), fino a raggiungere un valore finale di pH pari a 2 (controllalo con le strisce di cartina tornasole; per depositare una goccia di soluzione sulla cartina, in alternativa all'utilizzo della Pasteur, puoi usare una delle strisce di carta assorbente immergendone un angolo nella miscela). Si forma un precipitato bianco del prodotto **B**.
2. Prepara un apparato per filtrazione sotto vuoto (Figura 3) usando un imbuto di vetro a setto poroso con porosità **S2** (con etichetta bianca), e assicuralo sull'asta metallica con una pinza piccola. Connetti la beuta da vuoto alla pompa. Versa la sospensione (dopo averla agitata) del prodotto **B** (passaggio No. IV.1) nell'imbuto a setto poroso, lascia depositare il solido e poi apri la valvola del vuoto. *Attenzione:* avvisa l'assistente di laboratorio prima di aprire o chiudere la valvola! Lava almeno due volte il solido con 6 cm<sup>3</sup> di acqua deionizzata, fino a che il pH del filtrato sia circa uguale a 6. Lascia che l'aria sia risucchiata attraverso il precipitato per 5 minuti, per iniziare a seccare il prodotto. A questo punto chiudi la valvola del vuoto e disconnetti la beuta dalla pompa. Usa la spatola per trasferire il prodotto bianco B nella vial di vetro etichettata **Student code B** e lasciala scoperta sul banco a seccare. Elimina il filtrato nel lavandino e lava la beuta da vuoto.

*Nota:* Stai attento a non grattare il filtro poroso per evitare di contaminare il tuo prodotto con residui di vetro del filtro!



**Figura 3.** Apparato per la filtrazione sotto vuoto.

3. Prepara un apparato per filtrazione sotto vuoto (Figura 3) usando un imbuto di vetro a setto poroso con porosità **S3** (con etichetta rossa) come fatto nel passaggio IV.2. Versa la sospensione (dopo averla agitata) del prodotto **C** (passaggio No. III) nell'imbuto a setto poroso, aspetta per un minuto e poi apri la valvola del vuoto. Non agitare o grattare il solido con la spatola durante la filtrazione e i lavaggi, altrimenti il solido potrebbe passare attraverso il filtro. Lava il precipitato tre volte con 5 cm<sup>3</sup> di etanolo (15 cm<sup>3</sup> in totale) fino a che il filtrato abbia un valore di pH neutro. Lascia che l'aria sia risucchiata attraverso il precipitato per 5 min. A questo punto chiudi la valvola del vuoto e disconnetti la beuta dalla pompa. Usa la spatola per trasferire il prodotto arancione C nella vial di vetro etichettata **Student code C** e lasciala scoperta a seccare sul banco. Versa il filtrato nella bottiglia etichettata **Organic waste**.

*Nota:* Se il prodotto dovesse passare attraverso il filtro dell'imbuto, filtra la sospensione un'altra volta. Se continuassi ad avere questo problema contatta l'assistente di laboratorio.

Il tuo assistente di laboratorio prenderà quanto segue in elenco e firmerà la tua scheda delle risposte.

- Le vials di vetro etichettate **Student code B** e **C** contenenti i tuoi prodotti.
- Le lastre TLC in una bustina di plastica chiusa etichettata con il tuo **Student code**.



**Submitted items:**

Product **B**

Product **C**

TLC Plate 1

TLC Plate 2 (optional)

**Signatures:**

\_\_\_\_\_  
Student

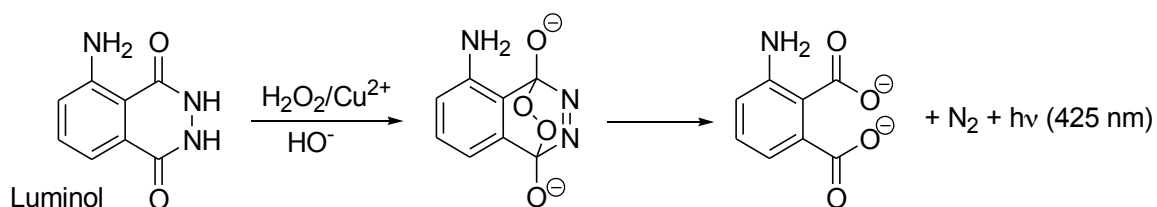
\_\_\_\_\_  
Lab assistant



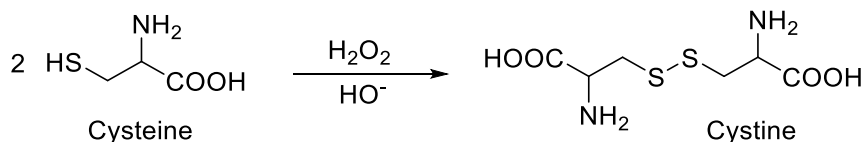
Problema P2 della prova pratica 13% del totale	Quesito	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	Totale
	Punti	30	30	7	3	4	6	<b>80</b>
	Punteggio							

## Problema P2. Un luminoso orologio di reazione

Il luminolo è una ben nota fonte di luminescenza. In presenza di un opportuno catalizzatore redox, per esempio  $\text{Cu}^{2+}$ , esso può reagire con agenti ossidanti, molto comunemente  $\text{H}_2\text{O}_2$ , e formare prodotti in stati elettronici eccitati. Questi poi rilasciano l'energia in eccesso mediante emissione di luce blu.



La procedura può essere modificata e utilizzata come un orologio di reazione, in cui la luce appare dopo un certo tempo di induzione. Aggiungendo cisteina,  $\text{Cu(II)}$  è ridotto a  $\text{Cu(I)}$  e catturato in un complesso  $\text{Cu(I)}$ -cisteina, che non facilita l'ossidazione del luminolo. Tuttavia l'inibizione è solo temporanea. Un ciclo di reazioni alimentato da  $\text{H}_2\text{O}_2$  porta alla graduale ossidazione della cisteina:



Successivamente, quando tutta la cisteina è stata consumata,  $\text{Cu(I)}$  viene riossidato a  $\text{Cu(II)}$ , e la sua attività catalitica viene rigenerata. Questo viene indicato da un flash di luce luminescente blu. L'intervallo di tempo richiesto per la comparsa del flash di luminescenza può essere usato per studiare la velocità del processo di ossidazione della cisteina  $\text{Cu}$ -catalizzato.

### Procedura

**Attenzione:** Tieni sempre tutte le tue soluzioni e le pipette lontano dalle piastre riscaldanti calde! Ragionevoli variazioni di temperatura non costituiscono un problema, perché i tuoi risultati saranno valutati in base alla effettiva temperatura di reazione che tu indicherai. Non perderai punti se i tuoi dati saranno registrati a varie temperature. Devi però aver cura di evitare calore eccessivo, come può accadere se tieni le soluzioni e le pipette vicino alla piastra riscaldante calda.

**Nota:** Riporta tutti i valori con il numero di cifre significative o di posizioni decimali richieste. Eccessive approssimazioni possono far sì che una risposta corretta non sia distinguibile da una errata.





### Struttura generale dell'esperimento

Nella Parte I, diluirai due soluzioni stock che ti verranno fornite come concentrate. Nella Parte II, misurerai i tempi di reazione della "reazione orologio" per due differenti valori di concentrazione, come definiti nella tabella sottostante:

	Volume nella provetta nera			Nella provetta da centrifuga	
	Acqua	Luminolo in NaOH	Cys dil.	Cu	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> dil.
<b>Conc. set #1</b>	3.00 cm <sup>3</sup>	2.50 cm <sup>3</sup>	3.30 cm <sup>3</sup>	0.50 cm <sup>3</sup>	0.70 cm <sup>3</sup>
<b>Conc. set #2</b>	3.30 cm <sup>3</sup>	2.50 cm <sup>3</sup>	3.30 cm <sup>3</sup>	0.50 cm <sup>3</sup>	0.40 cm <sup>3</sup>

Si raccomanda fortemente che prima di effettuare un esperimento effettivo, che verrà poi valutato, si effettui un esperimento di prova per prendere dimestichezza con la procedura e con le sue difficoltà.

Poiché la velocità di reazione dipende dalla temperatura, devi registrare la temperatura effettiva in tutte le repliche. Le temperature nelle miscele di reazione devono essere misurate IMMEDIATAMENTE DOPO aver registrato il tempo di reazione richiesto per produrre il flash blu di luminescenza.

Nella valutazione dei dati, ogni temperatura registrata dal display del termometro utilizzato deve essere corretta sommando (somma algebrica) il valore della costante di calibrazione del termometro. Questa costante è stampata sul foglietto di carta che riporta il tuo codice studente ed è posto nel tuo cestino del Problema 2.

Successivamente, ogni tempo di reazione  $t(x\text{ °C})$  osservato alla temperatura  $x\text{ °C}$  (corretta) deve essere convertito al tempo  $t(25\text{ °C})$  che sarebbe stato osservato a  $25\text{ °C}$ . Questa normalizzazione dei tempi di reazione a  $25\text{ °C}$  è una semplice moltiplicazione di  $t(x\text{ °C})$  con un coefficiente di normalizzazione  $n_{x \rightarrow 25}$ :

$$t(25\text{ °C}) = n_{x \rightarrow 25} t(x\text{ °C})$$

I valori dei coefficienti di normalizzazione  $n_{x \rightarrow 25}$  corrispondenti alle varie temperature sperimentali sono elencati nella Tabella P2 alla fine di questo problema.

#### I. Diluizione delle soluzioni stock concentrate

Le soluzioni di H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (2.00 mol dm<sup>-3</sup>) e di cisteina (0.100 mol dm<sup>-3</sup>) sono fornite in forma concentrata, etichettate come **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> conc.** e **Cys conc.** Usando la pipetta a bulbo da 5 cm<sup>3</sup> e il matraccio volumetrico da 50 cm<sup>3</sup>, diluisci 5.00 cm<sup>3</sup> di ognuna delle due soluzioni stock a 50.00 cm<sup>3</sup> con acqua deionizzata e conserva le due soluzioni diluite nei tuoi contenitori etichettati come **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.** e **Cys dil.**

Per misurare i volumi di soluzione nei successive passaggi, assegna una pipetta graduata ad ognuno dei tuoi contenitori. Le pipette da 5 cm<sup>3</sup> vanno utilizzate per **Luminolo in NaOH**, **Cys dil.**, e **Water**. Le pipette da 1 cm<sup>3</sup> vanno invece utilizzate per **Cu** (2.00 mmol dm<sup>-3</sup>) e **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.**



## II. La procedura della “reazione orologio” (clock reaction)

*Nota:* Prima di iniziare l'esperimento leggi con molta attenzione l'intera Sezione II.

1. Posiziona la provetta nera all'interno della beuta (Erlenmeyer flask) che verrà utilizzata come supporto. Usando le pipette assegnate, carica la provetta con i prescritti volumi delle soluzioni di **Water**, **Luminolo in NaOH** e **Cys dil.**
2. Posiziona la piccola provetta da centrifuga nel piccolo beaker di plastica e caricala con i prescritti volumi delle soluzioni di **Cu** e **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dil.**
3. **Rapidamente, senza ritardi**, inserisci con molta cura la piccola provetta da centrifuga all'interno della provetta nera – fai questa operazione **delicatamente, facendo molta attenzione a non far mescolare le due soluzioni!**
4. Chiudi la provetta nera con il suo tappo a vite e assicurati che sia perfettamente chiusa, perché dovrai agitarla. *Attenzione:* **Si raccomanda di non forzare il tappo a vite oltre il suo punto finale**, perché danneggeresti la filettatura del tappo e la provetta inizierebbe a perdere. Se ti dovesse accadere questo chiedi immediatamente la sostituzione della provetta (verrà applicata una penalizzazione).
5. Tieni il cronometro pronto nella tua mano, in “timing mode”. Fai partire il cronometro nel momento in cui inizi ad agitare la provetta nera. Devi agitare vigorosamente per i primi dieci secondi, così da consentire un perfetto mescolamento delle due soluzioni. Questo aspetto è cruciale per una buona esecuzione dell'esperimento, non ridurre il tempo di agitazione.
6. Riponi la provetta nella beuta, rimuovi il tappo e guarda attentamente e da vicino la soluzione all'interno. Ti potrà essere utile schermare gli occhi dalla luce diurna con una mano. Dopo un po' di tempo osserverai un flash di luce blu all'interno della soluzione. A questo punto arresta immediatamente il cronometro.
7. Inserisci immediatamente la sonda metallica del termometro digitale nel provettone nero. Attendi che la lettura si stabilizzi (tipicamente 10-30 s) e registra tempo e temperatura di reazione.
8. Usando le pinze, rimuovi la piccola provetta da centrifuga dal provettone nero. Dopo ogni esperimento vuota e lava entrambe le provette e asciugale con un fazzolettino di carta.

### Dati misurati e loro valutazione

P2.1 Registra nella seguente tabella i tuoi risultati sperimentali per il set di concentrazione #1. Abbi cura di aggiungere alla temperatura mostrata dal termometro il valore della sua costante di calibrazione (somma algebrica). Cerca nella Tabella P2 il valore del coefficiente di normalizzazione  $n_{x \rightarrow 25}$  corrispondente alla temperatura sperimentale misurata (corretta) e calcola il tempo di reazione normalizzato a 25 °C. Nel caso improbabile che la tua temperatura sperimentale non sia elencata nella Tabella P2, ottieni il valore di  $n_{x \rightarrow 25}$  dall'assistente di laboratorio.

*Nota:* Come in una titolazione, la tolleranza per i valori corretti è  $\pm 0.1 \text{ cm}^3$ ; la tolleranza per i valori corretti dei tempi normalizzati per il set di concentrazione #1 è  $\pm 2.3 \text{ s}$ .

(Esegui gli esperimenti nelle repliche che ritieni necessarie, non devi necessariamente riempire tutte le righe. I punti saranno attribuiti solo in base al valore accettato.)



	Esperimenti replicati	Tempo di reazione [s] 1 cifra decimale	Temperatura mostrata [°C] 1 cifra decimale	Temperatura corretta [°C] 1 cifra decimale	Tempo di reazione normalizzato a 25 °C [s] 3 cifre significative
<b>Conc. set #1</b>	1				
	2				
	3				
	Valore accettato del tempo di reazione normalizzato per il set di concentrazione #1				

P2.2 Registra nella seguente tabella i tuoi risultati sperimentali e la temperatura corretta e calcola i tempi di reazione normalizzati a 25 °C per il set di concentrazione #2.

*Nota:* Come in una titolazione, la tolleranza per i valori corretti è  $\pm 0.1 \text{ cm}^3$ ; la tolleranza per i valori corretti dei tempi normalizzati per il set di concentrazione #1 è  $\pm 2.3 \text{ s}$ .

(Esegui gli esperimenti nelle repliche che ritieni necessarie, non devi necessariamente riempire tutte le righe. I punti saranno attribuiti solo in base al valore accettato.)

	Esperimenti replicati	Tempo di reazione [s] 1 cifra decimale	Temperatura mostrata [°C] 1 cifra decimale	Temperatura corretta [°C] 1 cifra decimale	Tempo di reazione normalizzato a 25 °C [s] 3 cifre significative
<b>Conc. set #2</b>	1				
	2				
	3				
	Valore accettato del tempo di reazione normalizzato per il set di concentrazione #2				

P2.3 Basandoti sulla procedura e sulle concentrazioni delle soluzioni stock (riportate nell'elenco dei reattivi chimici e nella Parte I della procedura), calcola le concentrazioni iniziali di cisteina, rame e  $\text{H}_2\text{O}_2$  in entrambi i set di concentrazione.

Esprimi in minuti i tempi di reazione accettati ( $t_1$  e  $t_2$ ) da P2.1 e P2.2 e calcola le corrispondenti velocità di reazione ( $v_1$  e  $v_2$ ), espresse come le velocità di variazione (consumo) della concentrazione di cisteina in  $\text{mmol dm}^{-3} \text{ min}^{-1}$ . Puoi assumere che la velocità di consumo della cisteina sia costante durante la reazione.



Se non riesci a trovare la risposta, scrivi il valore 11.50 per Conc. set #1 e 5.500 per Conc. set #2 e usali nei calcoli successivi.

	Concentrazioni iniziali [mmol dm <sup>-3</sup> ] 3 cifre significative			Tempo di reazione accettato [min] 4 cifre significative	Velocità di reazione [mmol dm <sup>-3</sup> min <sup>-1</sup> ] 4 cifre significative
	Cisteina	Rame [Cu]	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		
Conc. set #1					
Conc. set #2					

P2.4 Assumendo che l'equazione della velocità di reazione può essere espressa come

$$v = k [\text{H}_2\text{O}_2]^p$$

usa i tuoi dati sperimentali per calcolare l'ordine di reazione parziale  $p$  rispetto a H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.  
Scrivi la tua risposta con 2 cifre decimali e mostra i tuoi calcoli.

Risposta:	$p =$
Calcoli:	

Una espressione della legge cinetica del consumo di cisteina che è più vicino alla realtà è più complessa e assume la seguente forma:

$$v = k_1[\text{H}_2\text{O}_2]/[\text{Cu}] + k_2[\text{Cu}]$$

P2.5 Utilizzando i dati da P2.3, valuta la dipendenza di  $v$  da [H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>] come una funzione lineare e trove la pendenza e l'intercetta. Scrivi entrambe le risposte con 4 cifre significative. Se non riesci a trovare la risposta, scrivi il valore 11.50 sia per  $a$ , che per  $b$  e usali per i calcoli successivi.

Risposte (non inserire il calcolo, ma includi le unità di misura):		
$v = a[\text{H}_2\text{O}_2] + b$	$a =$	$b =$



P2.6 Utilizza i valori numerici da P2.5 per valutare le costanti cinetiche  $k_1$  e  $k_2$ . Scrivi i loro valori con 3 cifre significative.

Risposte (includi le unità di misura):

$k_1 =$

$k_2 =$

Calcoli:



**Tabella P2.** Coefficienti di normalizzazione  $n_{x \rightarrow 25}$  per convertire i tempi di reazione misurati a varie temperature a tempi che rappresentano le reazioni a 25.0 °C.

Temp. °C	Set #1	Set #2
22.0	0.8017	0.8221
22.1	0.8076	0.8274
22.2	0.8135	0.8328
22.3	0.8195	0.8382
22.4	0.8255	0.8437
22.5	0.8316	0.8492
22.6	0.8377	0.8547
22.7	0.8438	0.8603
22.8	0.8500	0.8659
22.9	0.8563	0.8715
23.0	0.8626	0.8772
23.1	0.8690	0.8829
23.2	0.8754	0.8887
23.3	0.8818	0.8945
23.4	0.8884	0.9004
23.5	0.8949	0.9063
23.6	0.9015	0.9122
23.7	0.9082	0.9182
23.8	0.9149	0.9242
23.9	0.9217	0.9303
24.0	0.9285	0.9364
24.1	0.9354	0.9425
24.2	0.9424	0.9487
24.3	0.9494	0.9550
24.4	0.9564	0.9613
24.5	0.9636	0.9676
24.6	0.9707	0.9740
24.7	0.9780	0.9804
24.8	0.9852	0.9869
24.9	0.9926	0.9934
25.0	1.0000	1.0000
25.1	1.0075	1.0066
25.2	1.0150	1.0133
25.3	1.0226	1.0200
25.4	1.0302	1.0268
25.5	1.0379	1.0336
25.6	1.0457	1.0404

Temp. °C	Set #1	Set #2
25.7	1.0536	1.0474
25.8	1.0614	1.0543
25.9	1.0694	1.0613
26.0	1.0774	1.0684
26.1	1.0855	1.0755
26.2	1.0937	1.0827
26.3	1.1019	1.0899
26.4	1.1102	1.0972
26.5	1.1186	1.1045
26.6	1.1270	1.1119
26.7	1.1355	1.1194
26.8	1.1441	1.1268
26.9	1.1527	1.1344
27.0	1.1614	1.1420
27.1	1.1702	1.1497
27.2	1.1790	1.1574
27.3	1.1879	1.1651
27.4	1.1969	1.1730
27.5	1.2060	1.1809
27.6	1.2151	1.1888
27.7	1.2243	1.1968
27.8	1.2336	1.2049
27.9	1.2430	1.2130
28.0	1.2524	1.2212
28.1	1.2619	1.2294
28.2	1.2715	1.2377
28.3	1.2812	1.2461
28.4	1.2909	1.2545
28.5	1.3008	1.2630
28.6	1.3107	1.2716
28.7	1.3207	1.2802
28.8	1.3307	1.2889
28.9	1.3409	1.2976
29.0	1.3511	1.3064
29.1	1.3615	1.3153
29.2	1.3719	1.3243
29.3	1.3823	1.3333

Temp. °C	Set #1	Set #2
29.4	1.3929	1.3424
29.5	1.4036	1.3515
29.6	1.4143	1.3607
29.7	1.4252	1.3700
29.8	1.4361	1.3793
29.9	1.4471	1.3888
30.0	1.4582	1.3983
30.1	1.4694	1.4078
30.2	1.4807	1.4175
30.3	1.4921	1.4272
30.4	1.5035	1.4369
30.5	1.5151	1.4468
30.6	1.5267	1.4567
30.7	1.5385	1.4667
30.8	1.5503	1.4768
30.9	1.5623	1.4869
31.0	1.5743	1.4972
31.1	1.5865	1.5075
31.2	1.5987	1.5179
31.3	1.6111	1.5283
31.4	1.6235	1.5388
31.5	1.6360	1.5495
31.6	1.6487	1.5602
31.7	1.6614	1.5709
31.8	1.6743	1.5818
31.9	1.6872	1.5927
32.0	1.7003	1.6038
32.1	1.7135	1.6149
32.2	1.7268	1.6260
32.3	1.7402	1.6373
32.4	1.7536	1.6487
32.5	1.7673	1.6601
32.6	1.7810	1.6716
32.7	1.7948	1.6833
32.8	1.8087	1.6950
32.9	1.8228	1.7068
33.0	1.8370	1.7186



<b>Problema 3</b> <b>Prova pratica</b> 13% del totale	Quesito	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	
	Punti	3	20	2	2	16	
	Punteggio						
	Quesito	3.6	3.7	3.8	3.9	3.10	<b>Totale</b>
	Punti	4	20	2	4	2	<b>75</b>
	Punteggio						

## Problema P3. Identificazione di acqua minerale

In Slovacchia sono presenti molte fonti naturali di acqua minerale e termale. Le acque minerali caratterizzate da una composizione equilibrata e da un contenuto naturale o modificato di CO<sub>2</sub> vengono vendute per il consumo quotidiano. Queste acque non contengono nitriti, nitrati, fosfati, fluoruri e solfuri e nemmeno ferro o manganese.

Sulla confezione delle acque minerali sono riportate le concentrazioni in massa dei più importanti ioni in esse presenti.

Il tuo compito consiste nell'identificare la marca (dalla Tabella P3.1) del tuo campione di acqua minerale.

*Nota:* la CO<sub>2</sub> è stata rimossa dal campione.

**Tabella P3.1.** Concentrazioni in massa di ioni contenuti all'interno di alcune acque minerali slovacche selezionate. (Come riportato dai rispettivi fornitori.)

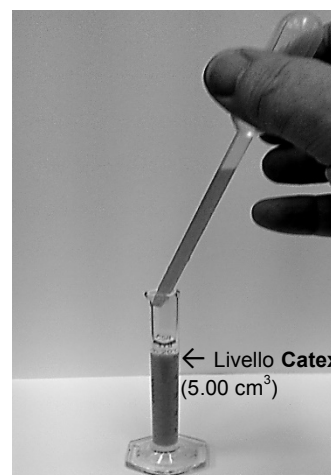
No.	Marca	Concentrazioni in massa di ioni, mg dm <sup>-3</sup>						
		Ca <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Na <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
1	Kláštorná	290	74	71	16	15	89	1 341
2	Budišská	200	50	445	50	25	433	1 535
3	Baldovská	378	94	90	0	78	215	1 557
4	Santovka	215	67	380	45	177	250	1 462
5	Slatina	100	45	166	40	104	168	653
6	Fatra	45	48	550	16	36	111	1 693
7	Ľubovnianska	152	173	174	5	10	20	1 739
8	Gemerka	376	115	85	0	30	257	1 532
9	Salvator	473	161	214	30	116	124	2 585
10	Brusnianska	305	101	187	35	59	774	884
11	Maxia	436	136	107	18	37	379	1 715

**Note:**

- Quando annoti i calcoli utilizza i simboli richiesti e indicati (ad esempio il volume  $V1$  dovrà essere indicato come  $V1$ ).
- Ti viene fornita una resina a scambio cationico umida rigonfiata (**Catex**) nella sua forma  $H^+$ . Utilizza una pipetta Pasteur di plastica a stelo spesso per trasferire la resina. Se necessario, puoi aggiungere acqua deionizzata alla resina (evitare di farla seccare).
- Concentrazioni delle soluzioni standard:  
 $c(\text{NaOH}) = 0.2660 \text{ mol dm}^{-3}$        $c(\text{EDTA}) = 5.965 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$

**Procedura**

- 1.a Misura  $5.00 \text{ cm}^3$  di resina catex nel cilindro graduato (volume  $V1$ ). Dopodiché, utilizza acqua deionizzata per trasferire in modo preciso e quantitativo la resina catex in una beuta da titolazione. Aggiungi un'opportuna quantità di acqua deionizzata in modo che la sospensione possa essere agitata bene e che il colore della soluzione sopra la resina possa essere osservato.
  - 1.b Aggiungi 3-4 gocce di blu di bromotimolo (**BTB**) e circa 1 g (mezzo cucchiaino) di NaCl solido. Quando NaCl si sarà sciolto, titola tutta la sospensione con una soluzione standard di idrossido di sodio (volume  $V2$ ) con viraggio da giallo a blu. Vicino al punto di equivalenza, titola lentamente e agita bene in modo che tutto l'analita inglobato nello scheletro della resina possa diffondersi nella soluzione ed essere titolato. Ripeti l'esperimento se necessario.
  - 1.c Dopo la titolazione, lascia decantare e scarta la maggior parte della soluzione acquosa presente nella beuta da titolazione sopra al catex. Trasferisci quindi la sospensione nel contenitore etichettato **Waste catex**.
- P3.1 Scrivi tutte le reazioni chimiche che si verificano nello Step 1. Utilizza R-H come formula generica per la resina catex nella sua forma  $H^+$  e HInd per l'indicatore.







P3.2 Inserisci nella tabella i valori sperimentali e accettati dallo Step 1.

(Non è necessario che riempi tutte le righe.)

Analisi No.	Volume di Catex $V1$ [cm <sup>3</sup> ]	Volume di NaOH consumato $V2$ [cm <sup>3</sup> ]
1	5.00	
2		
3		
Valore $V2$ accettato 4 cifre significative		

P3.3 Utilizzando il valore di  $V2$  accettato, calcola la capacità del volume di scambio ionico  $Q_v(\text{H}^+)$  in  $\text{mmol cm}^{-3}$ .

Mostra il calcolo:

Se non riesci a calcolare il valore di  $Q_v(\text{H}^+)$ , utilizza  $1.40 \text{ mmol cm}^{-3}$  per i successivi calcoli.

- 2.a Utilizzando un cilindro graduato, misura  $5.00 \text{ cm}^3$  della resina catex (volume  $V3$ ). Trasferisci la resina misurata in modo preciso e quantitativo all'interno di un beaker da  $250 \text{ cm}^3$ . Utilizzando una pipetta, aggiungi  $50.00 \text{ cm}^3$  del tuo campione (volume  $V4$ ). Agita la miscela di tanto in tanto per circa 5 minuti. Usa una beuta Erlenmeyer come supporto per l'imbuto e per recuperare il filtrato. Successivamente, filtra la resina catex attraverso un imbuto con setto poroso (porosità **S1**) e lavala abbondantemente con acqua deionizzata fino a ottenere un pH neutro (controlla il pH attraverso le strisce di cartina tornasole).
- 2.b Utilizzando acqua deionizzata, trasferisci la resina catex in modo preciso e quantitativo dall'imbuto a una beuta da titolazione e scarta il filtrato.
- 2.c Aggiungi 3–4 gocce di blu di bromotimolo e circa 1 g (mezzo cucchiaino) di NaCl solido e titola la sospensione con la soluzione standard di idrossido di sodio (volume  $V5$ ) con viraggio da giallo a blu. Ripeti l'esperimento se necessario.
- 2.d Dopo la titolazione, lascia decantare e scarta la maggior parte della soluzione acquosa presente nella beuta da titolazione sopra al catex. Trasferisci quindi la sospensione nel contenitore etichettato **Waste catex**.





Nel prossimo passaggio, realizzerai un'analisi complessometrica per determinare la concentrazione totale di  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  come somma dei due (da qui in poi indicata come  $\text{M}^{2+}$ ).

3. Pipetta  $10.00 \text{ cm}^3$  ( $V_6$ ) di campione all'interno della beuta da titolazione e aggiungi circa  $25 \text{ cm}^3$  di acqua deionizzata. Aggiusta il pH aggiungendo  $3 \text{ cm}^3$  della soluzione tampone (buffer). Aggiungi un po' d'indicatore Eriochrome black T (**EBT**, sulla punta della spatola) e titola con la soluzione standard di EDTA con viraggio da rosso vino a blu ( $V_7$ ).

P3.7 Inserisci nella tabella i valori sperimentali e accettati dallo Step 3.

(Non è necessario che riempi tutte le righe.)

Analisi No.	Volume del campione $V_6$ [ $\text{cm}^3$ ]	Volume di EDTA consumato, $V_7$ [ $\text{cm}^3$ ]
1	10.00	
2		
3		
Valore $V_7$ accettato 4 cifre significative		

P3.8 Per il valore di  $V_7$  accettato, calcola la concentrazione molare dei cationi bivalenti  $\text{M}^{2+}$  presenti nell'acqua minerale,  $c(\text{M}^{2+})$  in  $\text{mmol dm}^{-3}$ .

Mostra il tuo calcolo:

Se non riesci a calcolare il valore di  $c(\text{M}^{2+})$ , utilizza  $15.00 \text{ mmol dm}^{-3}$  per indicare la soluzione.

4. Utilizza la Tabella P3.2 nella seguente procedura di identificazione.

P3.9 Scrivi nella Tabella P3.2 i valori trovati sperimentalmente dai tasks P3.6 e P3.8 e segna (✓) tutte le righe che contengono una corrispondenza approssimativa ( $\pm 10\%$ ) relativa ai parametri identificati  $c(\text{M}^{2+})$  e  $c^*(\text{M}^+)$  con i dati presenti nelle etichette.



Tabella P3.2

Acqua minerale		Dati forniti			Corrispondenza con gli esperimenti	
No.	Marca	$c(M^{2+})$ [mmol dm <sup>-3</sup> ]	$c(M^+)$ [mmol dm <sup>-3</sup> ]	Concentrazion e totale equivalente di cationi $c^*(M^+)$ [mmol dm <sup>-3</sup> ]	Conformità per $c(M^{2+})$	Conformità per $c^*(M^+)$
Tuo valore sperimentale			XXX		XXX	XXX
1	Kláštorná	10.30	3.50	24.1		
2	Budišská	7.06	20.63	34.7		
3	Baldovská	13.32	3.91	30.5		
4	Santovka	8.13	17.67	33.9		
5	Slatina	4.35	8.25	16.9		
6	Fatra	3.11	24.32	30.5		
7	Ľubovnianska	10.92	7.70	29.5		
8	Gemerka	14.13	3.70	32.0		
9	Salvator	18.46	10.07	47.0		
10	Brusnianska	11.79	9.03	32.6		
11	Maxia	16.50	5.11	38.1		

P3.10 Sulla base dei risultati ottenuti, decidi quale acqua minerale costituisce il tuo campione. Segna (✓) il numero(i) di acqua minerale(i) corrispondenti ai valori ottenuti.

No.		Marca	No.		Marca
1		Kláštorná	7		Ľubovnianska
2		Budišská	8		Gemerka
3		Baldovská	9		Salvator
4		Santovka	10		Brusnianska
5		Slatina	11		Maxia
6		Fatra	12		other



## Replaced chemicals and equipment

Item or incident	Penalty	Signature	
		Student	Lab assistant
	0 pt		