

PRAKTISCHE PRÜFUNG



**51st — International
Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019**

Making science together!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

Allgemeine Hinweise

- Die praktische Prüfung umfasst 27 Seiten.
- Vor dem Start der Prüfung wird die Anweisung „**Read**“ gegeben. Sie haben 15 Minuten Zeit, das Prüfungsheft zu lesen. Sie dürfen in dieser Zeit nur **lesen – schreiben Sie nichts** und **benutzen Sie nicht den Taschenrechner**.
- Sie können mit der Arbeit beginnen, sobald das **Start**-Zeichen gegeben wird. Sie haben dann **5 Stunden** Zeit für die Prüfung.
- Sie dürfen die Aufgaben in beliebiger Reihenfolge bearbeiten. Es wird jedoch **empfohlen, mit Aufgabe 1 zu beginnen**.
- Schreiben Sie alle Resultate und Antworten leserlich **mit Kugelschreiber in die dafür vorgesehenen Antwortkästchen**. Antworten außerhalb der Antwortkästchen werden nicht bewertet.
- Wenn Sie Konzeptpapier benötigen, verwenden Sie die Rückseiten der Aufgabenblätter. Bedenken Sie, dass **nichts außerhalb der Antwortkästchen bewertet** werden wird.
- **Die offizielle englische Version** der Prüfung kann – allein zur Klärung von Unklarheiten – angefragt werden.
- Falls Sie während der Prüfung das Labor verlassen müssen (um etwas zu essen oder zu trinken bzw. die Toilette aufzusuchen), halten Sie die entsprechende Karte hoch. Eine Laboraufsicht wird Sie dann begleiten.
- Abstellflächen oberhalb der Arbeitsfläche dürfen im Sinne der Gleichheit während der Prüfung nicht verwendet werden.
- **Befolgen Sie die Sicherheitsanweisungen** der IChO Richtlinien. Bei einem Verstoß werden Sie nur einmal verwarnt. Bei weiteren Verstößen werden sie disqualifiziert und Ihre praktische Prüfung wird mit 0 Punkten bewertet.
- Falls nicht anders angegeben, werden Ihnen Chemikalien und Labormaterialien bei Bedarf ersetzt. Der erste Austausch wird nicht bestraft. Jeder weitere Vorfall führt zum Abzug von 1 Punkt von Ihren 40 praktischen Prüfungspunkten.
- Die Laboraufsicht wird 30 Minuten vor dem **Stopp**-Zeichen eine Warnung geben.
- Unmittelbar nach dem **Stopp**-Zeichen müssen Sie Ihre Arbeit beenden, spätestens aber nach einer Minute, ansonsten wird Ihre praktische Prüfung mit 0 Punkten bewertet.
- Nach dem **Stopp**-Zeichen wird die Laboraufsicht zu Ihnen kommen, um Ihre Antwortblätter zu unterschreiben.
- Nachdem sowohl Sie als auch die Laboraufsicht unterschrieben haben, geben Sie dieses Aufgabenheft in den Umschlag und geben Sie diesen zusammen mit Ihrem Produkt und den DC-Platten ab.

Labor- und Sicherheitsregeln

- Tragen Sie jederzeit den Labormantel und lassen Sie diesen zugeknöpft. Tragen Sie geschlossene Schuhe.
- Tragen Sie jederzeit die Schutzbrille oder Ihre persönliche Brille. Benutzen Sie keine Kontaktlinsen.
- Essen, Trinken oder Kaugummi kauen sind im Labor verboten.
- Arbeiten Sie nur in dem für Sie vorgesehenen Bereich. Halten Sie Ihren Arbeitsplatz und die gemeinsam genutzten Flächen sauber.
- Die Durchführung unautorisierter oder abgeänderter Experimente ist nicht erlaubt.
- Benutzen Sie immer den Peleusball. Pipettieren Sie nicht mit dem Mund.
- Entfernen Sie Spritzer und Glassplitter sofort vom Labortisch und dem Fußboden.
- Alle Abfälle müssen ordnungsgemäß entsorgt werden, um Verletzungen und Kontaminationen zu verhindern. Wässrige Lösungen werden im Ausguss, organische Abfälle im entsprechend gekennzeichneten, verschließbaren Behälter entsorgt.

Physikalische Konstanten und Gleichungen

In diesen Aufgaben wird angenommen, dass die Aktivitäten aller Spezies in wässriger Lösung gut durch ihre jeweilige Konzentration in mol L⁻¹ angenähert werden können. Zur weiteren Vereinfachung von Formeln wird die Standardkonzentration $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ weggelassen.

Avogadrokonstante:	$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Universelle Gaskonstante:	$R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standarddruck:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmosphärendruck:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Nullpunkt der Celsius-Skala:	273,15 K
Faradaykonstante:	$F = 9,649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowattstunde:	$1 \text{ kWh} = 3,6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Plancksches Wirkungsquantum:	$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Vakuumlichtgeschwindigkeit:	$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementarladung:	$e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Elektrische Leistung:	$P = \Delta E \cdot I$
Wirkungsgrad:	$\eta = P_{\text{erhalten}} / P_{\text{eingesetzt}}$
Planck-Beziehung:	$E = hc / \lambda$
Idealgasgleichung:	$pV = nRT$
Gibbs Energie:	$G = H - TS$

Reaktionsquotient Q einer Reaktion
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} \rightleftharpoons c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:

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

Henderson - Hasselbalch Gleichung:

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

Nernst - Gleichung:

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

wobei Q der Reaktionsquotient der Reduktionshalbgleichung ist

bei $T = 298 \text{ K}$, $\frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0,059 \text{ V}$

Lambert-Beer-Gesetz

$$A = \epsilon l c$$

Integrale Geschwindigkeitsgesetze

- nullte Ordnung:

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

- erste Ordnung:

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

- zweite Ordnung:

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

Halbwertszeit bei erster Ordnung:

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

Zahlenmittel der Molmasse M_n :

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

Gewichtsmittel der Molmasse M_w :

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

Polydispersitätsindex I_p :

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

Anmerkung

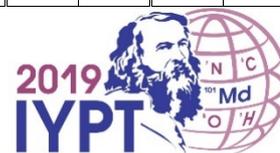
Die Einheit der Stoffmengenkonzentration wird geschrieben „M“ oder „mol L⁻¹“

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

Periodensystem der Elemente

1																	18
1 H 1,008											13	14	15	16	17	2 He 4,003	
3 Li 6,94	4 Be 9,01											5 B 10,81	6 C 12,01	7 N 14,01	8 O 16,00	9 F 19,00	10 Ne 20,18
11 Na 22,99	12 Mg 24,31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26,98	14 Si 28,09	15 P 30,97	16 S 32,06	17 Cl 35,45	18 Ar 39,95
19 K 39,10	20 Ca 40,08	21 Sc 44,96	22 Ti 47,87	23 V 50,94	24 Cr 52,00	25 Mn 54,94	26 Fe 55,85	27 Co 58,93	28 Ni 58,69	29 Cu 63,55	30 Zn 65,38	31 Ga 69,72	32 Ge 72,63	33 As 74,92	34 Se 78,97	35 Br 79,90	36 Kr 83,80
37 Rb 85,47	38 Sr 87,62	39 Y 88,91	40 Zr 91,22	41 Nb 92,91	42 Mo 95,95	43 Tc -	44 Ru 101,1	45 Rh 102,9	46 Pd 106,4	47 Ag 107,9	48 Cd 112,4	49 In 114,8	50 Sn 118,7	51 Sb 121,8	52 Te 127,6	53 I 126,9	54 Xe 131,3
55 Cs 132,9	56 Ba 137,3	57-71	72 Hf 178,5	73 Ta 180,9	74 W 183,8	75 Re 186,2	76 Os 190,2	77 Ir 192,2	78 Pt 195,1	79 Au 197,0	80 Hg 200,6	81 Tl 204,4	82 Pb 207,2	83 Bi 209,0	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -

57 La 138,9	58 Ce 140,1	59 Pr 140,9	60 Nd 144,2	61 Pm -	62 Sm 150,4	63 Eu 152,0	64 Gd 157,3	65 Tb 158,9	66 Dy 162,5	67 Ho 164,9	68 Er 167,3	69 Tm 168,9	70 Yb 173,0	71 Lu 175,0
89 Ac -	90 Th 232,0	91 Pa 231,0	92 U 238,0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



GHS Sätze

Die GHS Gefahrensätze (hazard statements, H-Sätze), die für die benutzten Stoffe relevant sind, sind bei den jeweiligen Aufgaben angegeben. Ihre Bedeutung:

Physikalische Gefahren

- H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
- H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
- H228 Entzündbarer Feststoff.
- H271 Kann Brand oder Explosion verursachen; starkes Oxidationsmittel.
- H272 Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel.
- H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

Gesundheitsgefahren

- H301 Giftig bei Verschlucken.
- H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
- H304 Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
- H311 Giftig bei Hautkontakt.
- H312 Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt.
- H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
- H315 Verursacht Hautreizungen.
- H317 Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
- H318 Verursacht schwere Augenschäden.
- H319 Verursacht schwere Augenreizung.
- H331 Giftig bei Einatmen.
- H332 Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
- H333 Kann gesundheitsschädlich sein bei Einatmen
- H334 Kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome oder Atembeschwerden verursachen.
- H335 Kann die Atemwege reizen.
- H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
- H351 Kann vermutlich Krebs erzeugen.
- H361 Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen oder das Kind im Mutterleib schädigen.
- H371 Kann die Organe schädigen.
- H372 Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition.
- H373 Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.

Umweltgefahren

- H400 Sehr giftig für Wasserorganismen.
- H402 Schädlich für Wasserorganismen
- H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
- H411 Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
- H412 Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

Chemikalien

Für alle Aufgaben

Chemikalien	Beschriftung	H-Sätze
Deionisiertes Wasser in: - Spritzflasche (Arbeitsplatz) - Plastikflasche (Arbeitsplatz) - Plastikkanister (Abzug)	Deionized Water	Nicht gefährlich
Ethanol in Spritzflasche	Ethanol	H225, H319
Weißweinprobe, 300 mL in brauner Plastikflasche	Wine sample	H225, H319

Für Aufgabe P1

Chemikalien	Beschriftung	H-Sätze
4-Nitrobenzaldehyd, 1,51 g in Braunglasgefäß	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Laufmittel A, 20 mL in Glasgefäß	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Laufmittel B, 20 mL in Glasgefäß	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (Kaliumperoxomonosulfat Salz), 7,87 g in Plastikflasche	Oxone[®]	H314
Probe von 4-Nitrobenzaldehyd für die DC	TLC standard	H317, H319

Für Aufgabe P2

Chemikalien	Beschriftung	H-Sätze
1 M Kaliumthiocyanatlösung, 20 mL in Plastikflasche	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M Kaliumthiocyanat- lösung, 60 mL in Plastikflasche	KSCN 0,00200 M	Nicht gefährlich
1 M Perchlorsäurelösung, 10 mL in Plastikflasche	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M Eisen(III)-Lösung, 80 mL in Plastikflasche	Fe(III) 0,00200 M	Nicht gefährlich
0,000200 M Eisen(III)-Lösung, 80 mL in Plastikflasche	Fe(III) 0,000200 M	Nicht gefährlich
0,3% Wasserstoffperoxidlösung, 3 mL in Braunglasflasche	H₂O₂	Nicht gefährlich

Für Aufgabe P3

Chemikalien	Beschriftung	H-Sätze
0,01 M Iodlösung, 200 mL in Braunglasflasche	I₂	H372
0,03 M Natriumthiosulfatlösung, 200 mL in Plastikflasche	Na₂S₂O₃	Nicht gefährlich
1 M NaOH-Lösung, 55 mL in Plastikflasche	NaOH	H290, H314
2,5 M Schwefelsäurelösung, 80 mL in Plastikflasche	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M Kaliumiodidlösung, 25 mL in Plastikflasche	KI	H372
Kaliumiodat, ca. 100 mg (exakte Masse am Etikett), in Glasgefäß	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Stärkelösung, 25 mL in Plastikflasche	Starch	Nicht gefährlich

Materialien und Laborgeräte

Für alle Aufgaben

Persönliche Utensilien	Menge
Peleusball	1
Schutzbrille	1
1 L Plastikbehälter für organischen Abfall „Organic waste“	1
Papiertücher	15 Stück
Präzisionswischtücher	30 Blatt
Spatel (groß)	1
Spatel (klein)	1
Stoppuhr	1
Bleistift	1
Radiergummi	1
Schwarzer Kugelschreiber	1
Filzschreiber für Glasgefäße	1
Lineal	1

Gemeinsam verwendet	Menge
UV-Lampe für DC	2 pro Labor
Spektrophotometer (Colorimeter)	5 pro Labor
Laborhandschuhe	Alle Größen (S, M, L, XL) auf Anfrage erhältlich
Kübel mit Eis	1 pro Labor

Für Aufgabe P1

Persönliche Utensilien	Menge
Stativ mit:	1
- Muffe und Klammer klein	2
- Muffe und Klammer groß	1
Erlenmeyerkolben mit Schliff, 100 mL	1
Erlenmeyerkolben mit Schliff, 50 mL	1
Rückflusskühler	1
Magnetrührer heizbar	1
Kristallisierschale	1
Magnetrührstäbchen (Rührfischli)	1
Saugflasche	1
Büchnertrichter mit Gummikonus	1
Plastikbeutel mit 3 Stück Filterpapier	1
Petrischale	1
DC-Kammer beschriftet „TLC elution chamber“	1
Plastikbeutel mit 3 DC-Platten (mit Fluoreszenz- indikator), beschriftet mit dem Student Code	1
DC-Kapillaren (in der Petrischale)	4
Plastikpinzette	1
Glasstab	1
Messzylinder, 25 mL	1
Becherglas, 150 mL	2
Pulvertrichter, Kunststoff	1

Plastikpipette	2
Braunglasgefäß für DC-Probe, 1,5 mL, mit Verschluss, beschriftet C und R	2
vorgewogenes Braunglasgefäß, 10 mL, mit Verschluss, beschriftet mit dem Student Code	1
Rührfischangel (Magnetstab)	1

Für Aufgabe P2

Persönliche Utensilien	Menge
Vollpipette, 10 mL	1
Messpipette, 10 mL	3
Messpipette, 5 mL	3
Reagenzglasständer	1
Reagenzglas	15
Gummistopfen für Reagenzglas	7
Photometerküvette, opt. Wegelänge 1,0 cm	2
Becherglas, 100 mL	2
Plastikpipette	15

Für Aufgabe P3

Persönliche Utensilien	Menge
Stativ mit Bürettenklammer	1
Bürette, 25 mL	1
Glastrichter	1
Erlenmeyerkolben, 100 mL	3
Erlenmeyerkolben, 250 mL	3
Becherglas, 150 mL	1
Becherglas, 100 mL	2
Messkolben, 100 mL, mit Stopfen	1
Vollpipette, 50 mL	1
Vollpipette, 25 mL	1
Vollpipette, 20 mL	1
Messzylinder, 25 mL	1
Messzylinder, 10 mL	1
Messzylinder, 5 mL	1
Plastikpipette	3
Parafilm	20 Blatt

Aufgabe P1 13% der Gesamtpunkte	Frage	Ausbeute	Reinheit	DC	P1.1	P1.2	Gesamt
	max. Pkt.	12	12	8	2	3	37
	Punkte						

Aufgabe P1. Umweltschonende Oxidation von Nitrobenzaldehyd

In den letzten Jahrzehnten haben Chemiker/-innen versucht, problematische Reagenzien in Oxidationsreaktionen zu ersetzen, um die Entsorgung zu erleichtern. Für diese Aufgabe wurde Kaliumperoxomonosulfat als Oxidationsmittel ausgewählt, da es ausschließlich ungiftige, umweltverträgliche Sulfate bildet. Es wird hier als Oxone[®] eingesetzt. Darüber hinaus wird die Reaktion selbst in den umweltverträglichen Lösungsmitteln Wasser und Ethanol durchgeführt, weshalb diese Aufgabe der „green-chemistry“ zuzuordnen ist.

Ihre Aufgabe besteht aus der Durchführung der Oxidation von 4-Nitrobenzaldehyd, dem Umkristallisieren des Rohproduktes, dem Vergleich verschiedener DC-Laufmittel und der Reinheitskontrolle des Produktes mittels DC.

Hinweis: Ethanol- und Laufmittel-Abfälle müssen im Gefäß „Organic waste“ gesammelt werden.

Arbeitsvorschrift

I. Oxidation von 4-Nitrobenzaldehyd

1. **Mischen** Sie 20 mL Wasser und 5 mL Ethanol.
2. **Geben** Sie das Magnetrührstäbchen in den 100 mL Erlenmeyerkolben mit **Schliff**.
3. **Transferieren** Sie die voreingewogenen 1,51 g des 4-Nitrobenzaldehyds in den Erlenmeyerkolben. **Geben** Sie die gesamte davor zubereitete Wasser/Ethanol-Mischung hinzu. **Befestigen** Sie den Erlenmeyerkolben mit der Klammer am Stativ. **Beginnen** Sie mit dem Rühren der Mischung und **fügen** Sie dann die voreingewogenen 7,87 g Oxone[®] hinzu.
4. **Schließen** Sie den Rückflusskühler an, indem Sie die große Klammer lockern und eine Schliffverbindung herstellen (siehe Abb. 1). **Halten** Sie Ihre HELP-Karte hoch. Die Laboraufsicht wird Ihnen dann die Wasserkühlung und die Heizplatte einschalten.
5. **Erhitzen** Sie die Reaktionsmischung unter leichtem Rückfluss (ca. 1 Tropfen Rückfluss pro Sekunde) für 45 Minuten. Die Markierung am Heizgerät entspricht etwa der notwendigen Leistung für den diesen Rückfluss.

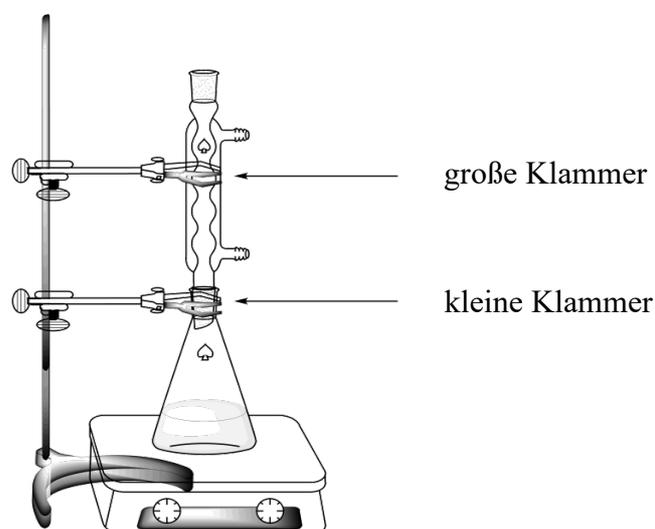


Abb. 1. Apparatur zum Erhitzen der Reaktionsmischung unter Rückflusskühlung

6. **Schalten** Sie dann die Heizplatte aus. **Entfernen** Sie die Heizplatte und **lassen** Sie die Reaktionsmischung für 10 Minuten abkühlen. **Platzieren** Sie den Kolben anschließend in der Kristallisierschale, welche mit einer Eis-Wasser-Mischung gefüllt ist. **Lassen** Sie ihn für weitere 10 Minuten darin stehen.

7. **Bauen** Sie eine Vakuumfiltrations-Apparatur (siehe Abb. 2) mit Büchner-Trichter, Filterpapier und Saugflasche auf. Die Saugflasche wird mit einer kleinen Klammer am Stativ befestigt. **Halten** Sie Ihre HELP-Karte hoch. Die Laboraufsicht wird Ihnen zeigen, wie man die Saugflasche mit dem Vakuumschlauch verbindet.

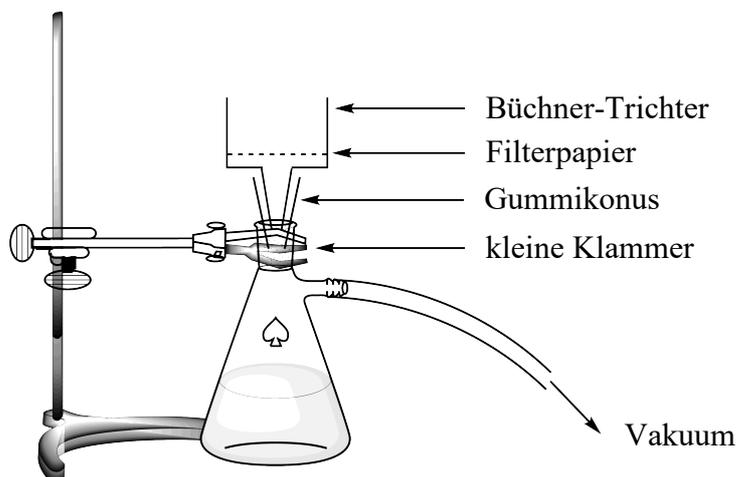


Abb. 2. Apparatur für Vakuumfiltration

8. **Befeuchten** Sie das Filterpapier mit Wasser und **stellen** Sie sicher, dass es alle Löcher des Büchner-Trichters bedeckt.

9. **Schütten** Sie die Suspension des Rohproduktes in den Büchner-Trichter und **schalten** Sie das Vakuum an. **Waschen** Sie den Feststoff gründlich mit Deionat (zumindest mit 4 x 20 mL).

10. **Saugen** Sie 5 Minuten Luft durch den Feststoff, um ihn vorzutrocknen. **Unterbrechen** Sie die Vakuum-Verbindung. **Überführen** Sie mit dem kleinen Spatel eine Spatelspitze des Rohproduktes in das 1,5 mL Braunglasgefäß, **beschriftet mit C**. **Verschließen** Sie das Gefäß und **bewahren** Sie es für Teil III auf.

11. **Transferieren** Sie den restlichen Feststoff in den 50 mL Erlenmeyerkolben mit **Schliff**.

12. **Entsorgen** Sie das Filtrat im Gefäß „Organic waste“ und **waschen** Sie Saugflasche und Büchner-Trichter mit Ethanol und Wasser. **Verwenden** das Gefäß „Organic waste“ zur Ethanol-Entsorgung.

II. Umkristallisation des Rohproduktes

13. **Mischen** Sie 9 mL Wasser und 21 mL Ethanol.
14. **Führen** Sie die Umkristallisation des Rohproduktes im 50 mL Erlenmeyerkolben mit **Schliff** mit der notwendigen Menge dieser Wasser/Ethanol-Mischung durch. Verwenden Sie den gleichen apparativen Aufbau wie für das Rückflusskochen (siehe Abb. 1). **Halten** Sie Ihre HELP-Karte hoch. Die Laboraufsicht wird Ihnen dann die Wasserkühlung und die Heizplatte einschalten. Geben Sie bei Bedarf weiteres Lösungsmittel über die obere Kühleröffnung zu.
15. Verwenden Sie nach der Kristallisation des Produktes die gleiche Arbeitsvorschrift wie zuvor (I.7 bis I.10), um den Feststoff zu isolieren. **Überführen** Sie mit dem kleinen Spatel eine Spatelspitze des Rohproduktes in das 1,5 mL Braunglasgefäß, **beschriftet mit R**. **Verschließen** Sie das Gefäß und **bewahren** Sie es für Teil III auf.
16. **Transferieren** Sie den gereinigten Feststoff in das vorgewogene Glasgefäß, beschriftet mit Ihrem Student Code. **Verschließen** Sie das Gefäß.
17. **Entsorgen** Sie das Filtrat im Gefäß „Organic waste“ und **halten** Sie Ihre HELP-Karte hoch. Die Laboraufsicht wird Ihnen dann die Wasserkühlung abdrehen.

III. DC-Analyse

1. **Bereiten Sie DC-Kammer vor. Befüllen** Sie die Kammer ca. 0,5 cm hoch mit Laufmittel A. Bedecken Sie die Kammer mit einer Petrischale. **Warten** Sie, bis sich die Atmosphäre der DC-Kammer mit Laufmittel gesättigt hat.
2. **Bereiten Sie Ihre DC-Proben vor.** Sie haben eine Probe von 4-Nitrobenzaldehyd in einem Braunglasgefäß beschriftet mit **TLC standard** (für die DC-Platte **S** genannt) erhalten. Zusätzlich haben Sie eine kleine Menge des Rohproduktes (Gefäß **C**) und des Reinproduktes (Gefäß **R**) in zwei anderen Braunglasflaschen aufbewahrt. **Geben** Sie jeweils ca. 1 mL Ethanol in die Gefäße, um die Proben zu lösen.
3. **Bereiten Sie Ihre DC-Platte vor. Zeichnen** Sie mit Ihrem Bleistift eine Startlinie (1 cm oberhalb des unteren Plattenrandes) und **markieren** Sie die 3 Positionen für den Probenauftrag. **Beschriften** Sie diese mit **S** (Startmaterial), **C** (Rohprodukt, *crude*) und **R** (umkristallisiertes Produkt, *recrystallized*), wie in Abb. 3 dargestellt. **Schreiben** Sie Ihren **Student Code** auf das linke obere Ende der Platte. **Schreiben** Sie das verwendete Laufmittel (zuerst **Laufmittel A**, dann **Laufmittel B**) auf das rechte obere Ende der Platte. **Tragen** Sie die Proben mit den Kapillaren auf die Platten auf.

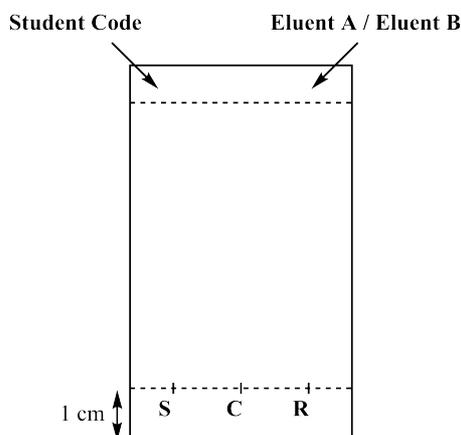


Abb. 3. DC-Plattenvorbereitung

Fragen

1. **Zeichnen** Sie die Strukturformel des Oxidationsproduktes von 4-Nitrobenzaldehyd mit Oxone®.

2. **Beantworten** Sie basierend auf Ihren DC-Resultaten folgende Fragen.

- Mit welchem Laufmittel lässt sich der Reaktionsfortschritt besser verfolgen?

A **B**

- Das Rohprodukt (C) enthält Spuren von 4-Nitrobenzaldehyd.

True **False**

- Das umkristallisierte Reinprodukt (R) enthält Spuren von 4-Nitrobenzaldehyd.

True **False**

Aufgabe P2 14% der Gesamtpunkte	Frage	Kalibration	Eisenbestimmung	P2.1	P2.2	P2.3	Bestimmung der Stöchiometrie	P2.4	P2.5	Gesamt
	max. Pkt	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Punkte									

Aufgabe P2. Eisen(zeit)alter des Weins

Eisen ist ein Element, welches im Wein natürlich vorkommt. Wenn die Eisenkonzentration höher als 10 bis 15 mg pro Liter ist, kann die Oxidation von Fe(II) zu Fe(III) durch die Bildung von Niederschlägen zu einem Qualitätsverlust führen. Es ist deshalb wichtig, dass der Eisengehalt des Weines während der Produktion bestimmt wird.

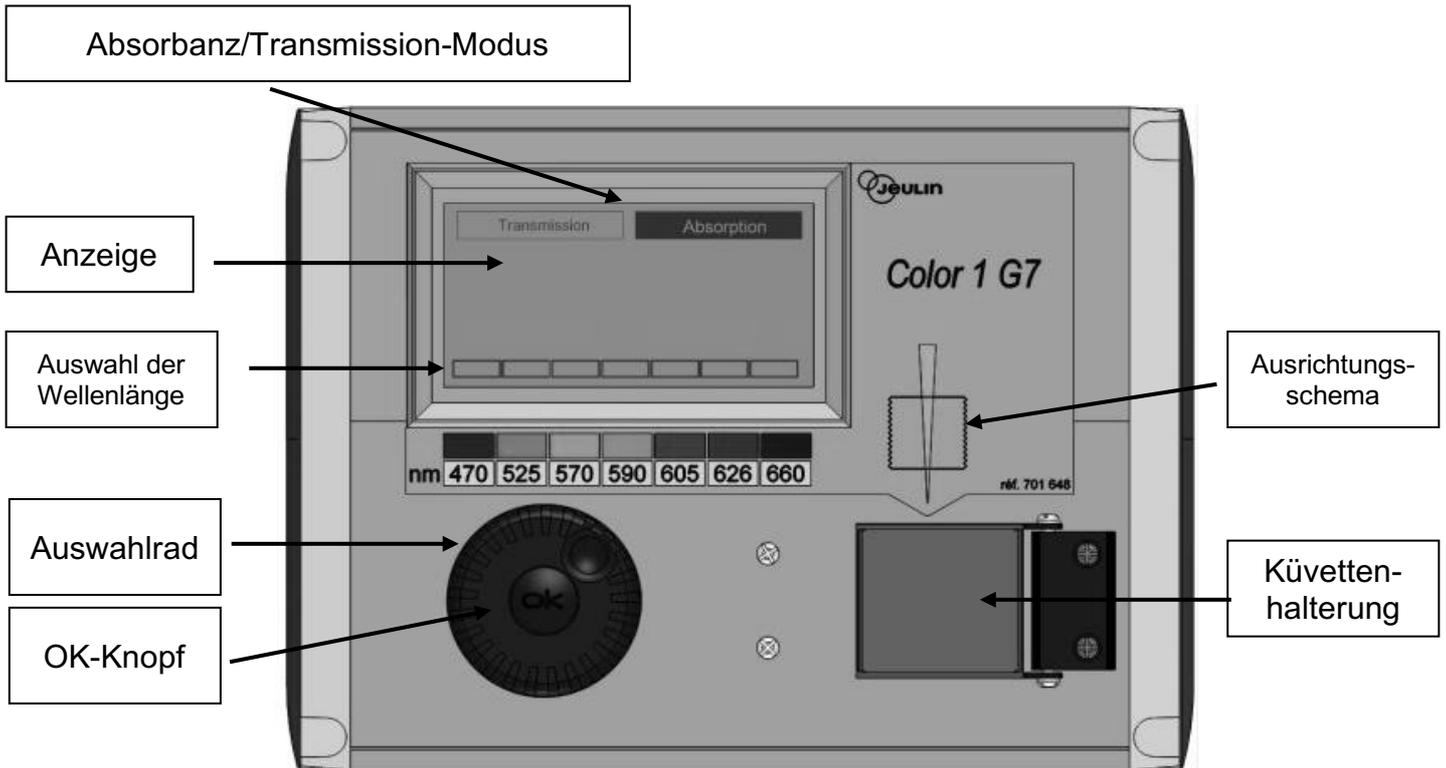
Da die Eisen-Spezies nur in sehr niedrigen Konzentrationen vorliegen, wird ein farbiger Komplex von Eisen(III) mit Thiocyanat SCN^- als Ligand benutzt, um den Eisengehalt spektrophotometrisch zu bestimmen.

Ihre Aufgabe ist es, die Gesamteisenkonzentration der bereitgestellten Weißweinprobe mittels Spektrophotometrie zu bestimmen sowie die Stöchiometrie des Eisen(III)-Thiocyanat-Komplexes zu ermitteln.

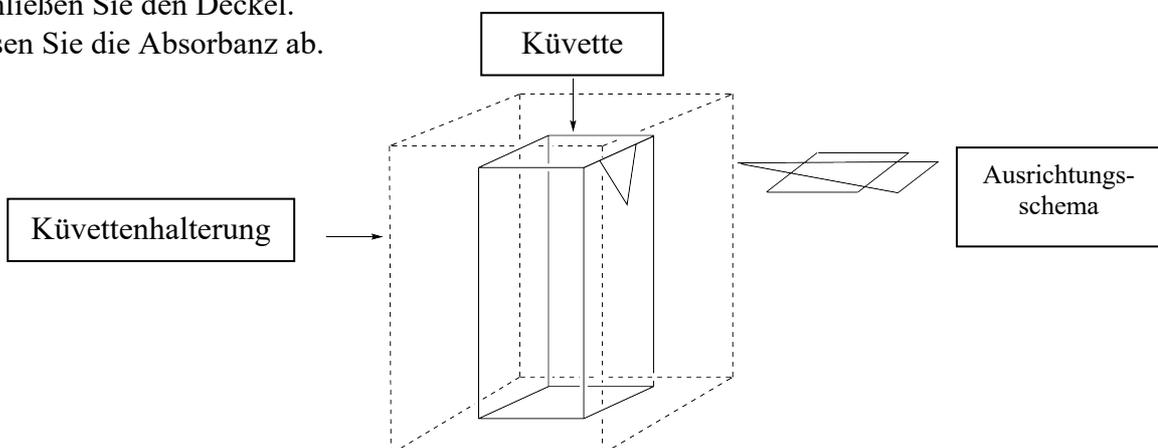
ACHTUNG

- In dieser Aufgabe, werden Ihnen zwei Eisen(III)-Lösungen sowie zwei Kaliumthiocyanatlösungen mit jeweils unterschiedlichen Konzentrationen zur Verfügung gestellt. Seien Sie vorsichtig, dass Sie die Lösungen nicht verwechseln.
- Sobald Sie die Lösungen für die spektrophotometrischen Messungen zubereitet haben, sollten Sie innerhalb einer Stunde nach Zugabe von Thiocyanat deren Absorption messen.
- Sobald Sie ein Spektrophotometer (Colorimeter) benötigen, halten Sie ihre HELP-Karte hoch. Eine Laboraufsicht wird Ihnen ein nummeriertes Spektrophotometer bringen. Sie können dieses bis zu 15 Minuten ungestört benutzen. Sobald Sie fertig oder 15 Minuten vorbei sind, wird die Laboraufsicht das Spektrophotometer zurücknehmen. Falls zu einem konkreten Zeitpunkt kein Spektrophotometer verfügbar ist, werden Sie auf einer Warteliste registriert.
- Eine Gebrauchsanweisung für das Spektrophotometer ist auf der nächsten Seite zu finden.
- Sie können für dieses Problem bis zu drei Mal nach einem Spektrophotometer fragen.

Gebrauchsanweisung des Spektrophotometers



- Schalten Sie das Spektrophotometer ein.
- Stellen Sie sicher, dass der Absorptionsmodus („Absorbance“) ausgewählt ist. Falls nicht, drehen Sie das Auswahlrad, bis eine gestrichelte Linie um das Feld „Absorbance“ erscheint, und bestätigen Sie mit dem OK-Knopf.
- Drehen Sie das Auswahlrad, bis eine gestrichelte Linie um die gewünschte Wellenlänge (470 nm) erscheint. Bestätigen Sie mit dem OK-Knopf.
- Stellen Sie für die Leerwertmessung („Blank“) die ca. 3 cm hoch gefüllte Küvette in die Küvettenhalterung. Achten Sie auf die richtige Ausrichtung der Küvette (siehe Zeichnung unten) und darauf, dass sich die Küvette ganz in der Halterung befindet. Schließen Sie den Deckel.
- Drehen Sie das Auswahlrad bis eine gestrichelte Linie um den Absorptionsmodus („Absorbance“) erscheint, bestätigen mit OK und wählen Sie dann mit dem Steuerungsrad den Kalibriermodus („Calibration“). Bestätigen Sie erneut durch das Drücken des OK-Knopfs.
- Warten Sie bis 0,00 (oder – 0,00) angezeigt wird.
- Stellen Sie die ca. 3 cm hoch gefüllte Küvette mit Ihrer Probe in die Küvettenhalterung. Schließen Sie den Deckel.
- Lesen Sie die Absorbanz ab.



I. Bestimmung des Eisengehalts in Wein

In dieser Teilaufgabe benötigen Sie die 0,000200 M Eisen(III)-Lösung sowie die 1 M Kaliumthiocyanatlösung.

Arbeitsvorschrift

1. **Bereiten** Sie 6 Reagenzgläser vor, indem Sie die benötigten Volumina der bereitgestellten Lösungen anhand der folgenden Tabelle mischen.

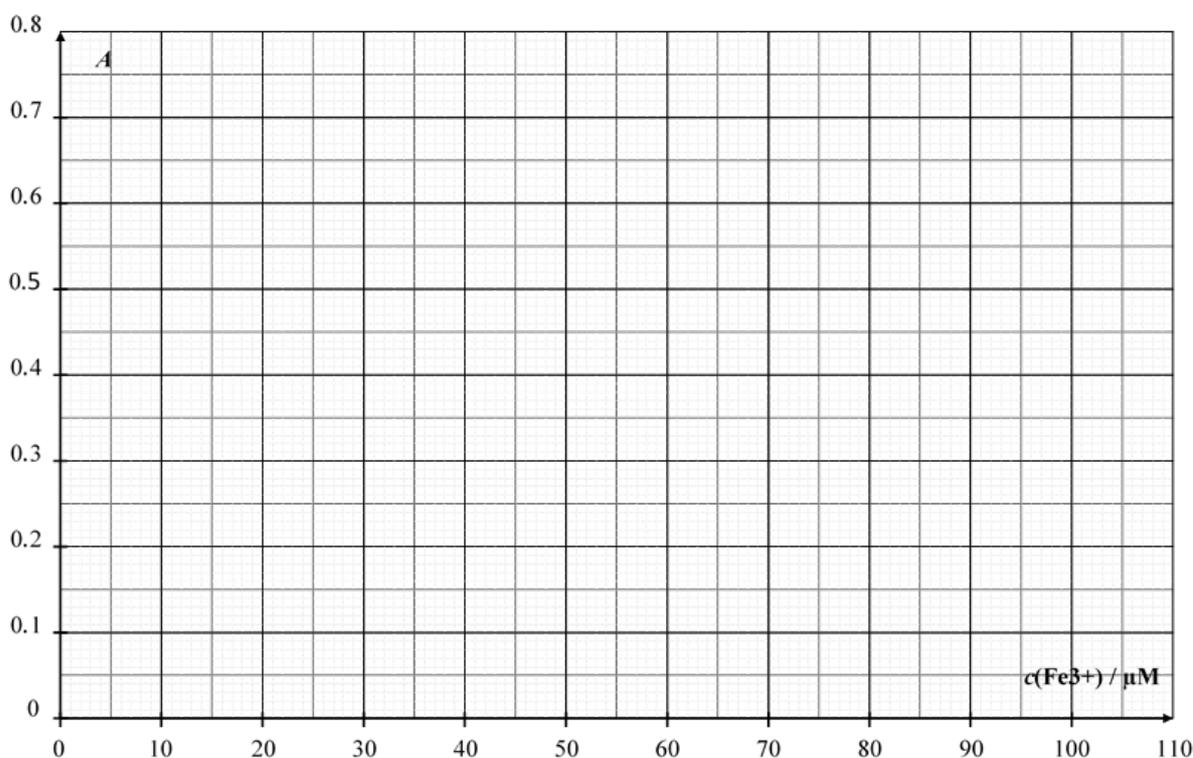
Reagenzglas #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M Eisen(III)-Lösung	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M Perchlorsäurelösung	1,0 mL	1,0 mL				
Weinprobe					10,0 mL	10,0 mL
Wasserstoffperoxidlösung					0,5 mL	0,5 mL
deionisiertes Wasser	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

2. **Verschließen** Sie die Reagenzgläser mit einem Stopfen und **homogenisieren** Sie die Proben.
3. **Fügen** Sie 1,0 mL der 1 M Kaliumthiocyanatlösungen den Reagenzgläsern **1, 2, 3, 4** und **5** hinzu. Geben Sie **kein** Thiocyanat zu Reagenzglas **6**. **Verschließen** Sie die Reagenzgläser mit einem Stopfen und **homogenisieren** Sie die Proben erneut.
4. Sobald Sie alle Proben vorbereitet haben, **halten** Sie Ihre HELP-Karte hoch, um ein Spektrophotometer von einer Laboraufsicht entgegenzunehmen.
5. **Nehmen** Sie das Spektrophotometer gemäß der Gebrauchsanweisung in Betrieb (s. S. 16). **Stellen** Sie die Wellenlänge auf 470 nm ein. **Verwenden** Sie deionisiertes Wasser als Leerwert („Blank“).
6. **Messen** Sie die Absorbanz von jeder Lösung (**1 bis 6**) bei der eingestellten Wellenlänge. **Tragen** Sie Ihre Ergebnisse in der folgenden Tabelle ein. **Halten** Sie Ihre HELP-Karte hoch, um das Spektrophotometer zurückzugeben.

Reagenzglas #	1	2	3	4	5	6
Absorbanz (bei 470 nm)						
Analytkonzentration von Fe ³⁺ im Reagenzglas $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Spektrophotometernummer („Colorimeter Code“)						

Fragen

1. **Tragen** Sie die Absorbanz A der Lösungen **1** bis **4** als Funktion der Analytkonzentration von Fe^{3+} in den Reagenzgläsern auf.



- **Kreuzen** Sie in der folgenden Tabelle an, welche gemessenen Werte Sie für Ihre Kalibrationskurve heranziehen.

Reagenzglas #	1	2	3	4
Absorbanz wird für Kalibration verwendet				

2. **Zeichnen** Sie anhand ausgewählter Datenpunkte die Kalibrationsgerade in das vorherige Diagramm. **Bestimmen** Sie die Analytkonzentration von Fe^{3+} (in $\mu\text{mol L}^{-1}$) in Reagenzglas **5**.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{Reagenzglas 5}} = \underline{\hspace{4cm}} \mu\text{mol L}^{-1}$$

Falls Sie den Wert von $c(\text{Fe}^{3+})$ nicht berechnen können, verwenden Sie für nachfolgende Aufgaben $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$.

3. **Berechnen** Sie die Massenkonzentration an Eisen in der untersuchten Weinprobe in mg pro Liter.

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

II. Bestimmung der Stöchiometrie des Komplexes

In dieser Teilaufgabe benötigen Sie die 0,00200 M Eisen(III)-Lösung sowie die 0,00200 M Kaliumthiocyanatlösung.

Arbeitsvorschrift

In Teilaufgabe I verwendeten Sie die Färbung des Eisen(III)-Thiocyanat-Komplexes, um die Eisenkonzentration in der Weinprobe zu bestimmen. Ziel der Teilaufgabe II ist es, die Stöchiometrie des $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ -Komplexes zu bestimmen. Die Koordination von Wasser wird hier nicht berücksichtigt. a und b sind ganze Zahlen und nicht größer als 3.

Ihnen stehen die folgenden wässrigen Lösungen für diese Teilaufgabe zur Verfügung:

- 0,00200 M Eisen(III)-Lösung (bereits angesäuert) (80 mL)
- 0,00200 M Kaliumthiocyanatlösung (80 mL)

Verwenden Sie nach Ihrem Ermessen Reagenzgläser (mit Stopfen, welche Sie reinigen und trocknen können), Messpipetten, Küvetten, Spektrophotometer (auf Nachfrage) sowie jegliche weitere Glasgefäße an Ihrem Arbeitsplatz.

1. **Füllen** Sie die ersten drei Zeilen der folgenden Tabelle mit Volumina, welche Ihnen erlauben, die Stöchiometrie des Komplexes mittels Spektrophotometrie zu bestimmen. *Sie müssen nicht alle Spalten ausfüllen.* **Berechnen** Sie den Stoffmengenanteil von Eisen(III) in jedem Reagenzglas mit der folgenden Formel:

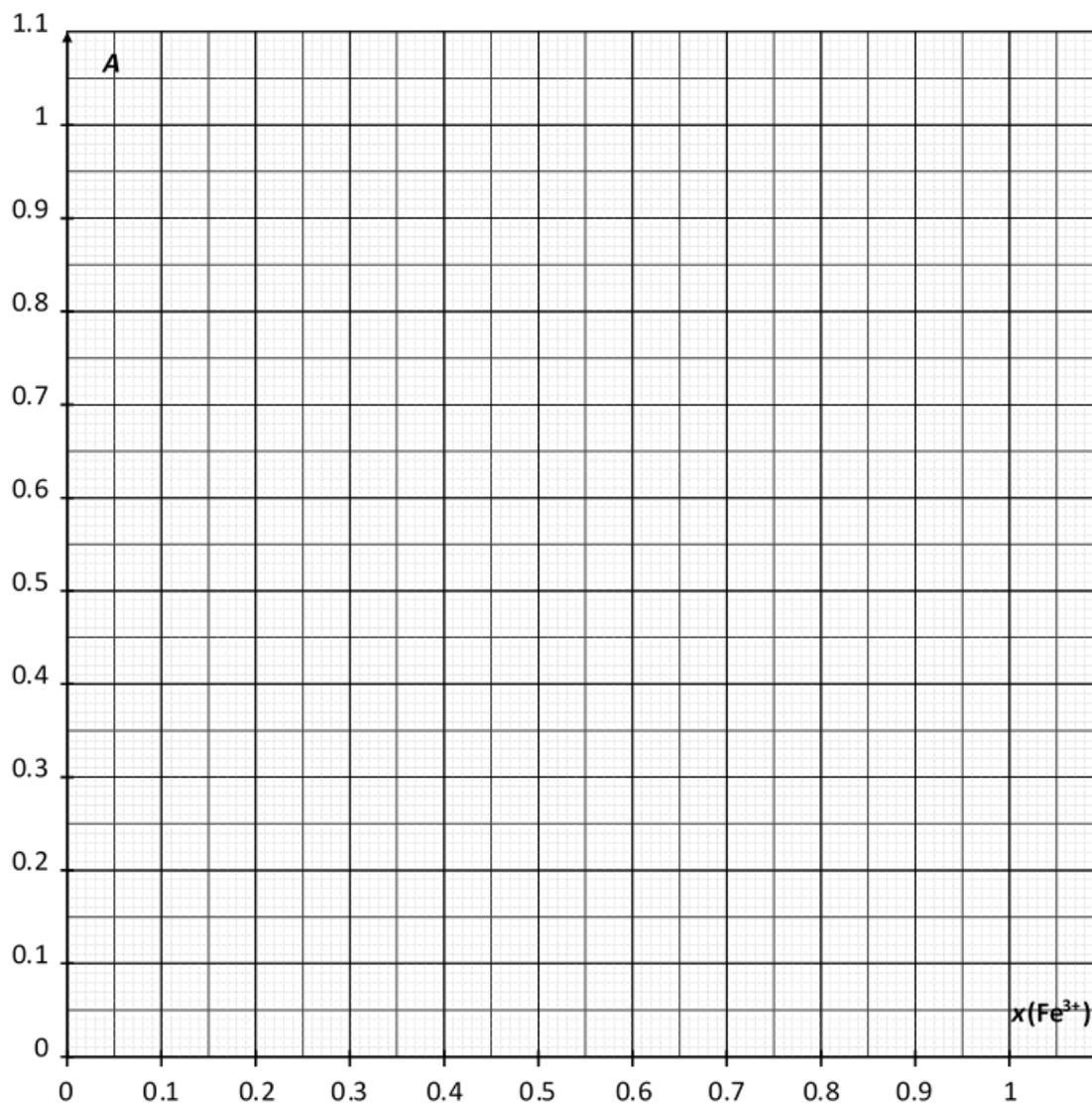
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

Reagenzglas #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volumen der 0,00200 M Eisen(III)-Lösung $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen der 0,00200 M Kaliumthiocyanatlösung $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Stoffmengenanteil von Eisen(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbanz (bei 470 nm)									
Spektrophotometernummer („Colorimeter Code“)									

2. **Bereiten** Sie die Proben in den Reagenzgläsern vor. Sobald Sie alle Proben vorbereitet haben, **halten** Sie Ihre HELP-Karte hoch, um ein Spektrophotometer von einer Laboraufsicht entgegenzunehmen.
3. **Nehmen** Sie das Spektrophotometer gemäß der Gebrauchsanweisung in Betrieb (s. S. 16). **Stellen** Sie die Wellenlänge auf 470 nm ein. **Verwenden** Sie deionisiertes Wasser für den Leerwert („Blank“).
4. **Messen** Sie die Absorbanz von jeder Lösung bei dieser Wellenlänge. **Tragen** Sie Ihre Ergebnisse in der vorherigen Tabelle ein.

Fragen

1. **Tragen** Sie die Absorbanz A der Lösungen als Funktion des Eisen(III)-Anteils $x(\text{Fe}^{3+})$ auf.



2. **Bestimmen** Sie ausgehend von den Resultaten der Versuche, welche Sie durchgeführt haben, die Stöchiometrie des Komplexes $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

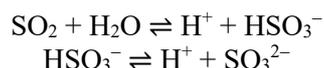
$a =$ _____

$b =$ _____

Aufgabe P3	Frage	Titration I	Titration II	Titration III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Gesamt
13% der Gesamtpunkte	max.Pkt	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Punkte									

Aufgabe 3. Wein für die Ewigkeit

Schwefeldioxid (SO₂) wird zur Konservierung von Wein eingesetzt. Wird Schwefeldioxid dem Wein zugesetzt, kann es mit Wasser zu Hydrogensulfit (HSO₃⁻), reagieren. Durch eine zweite Deprotonierung kann Hydrogensulfit zum Sulfiton (SO₃²⁻) weiterreagieren.



Diese drei unterschiedlichen Formen von Schwefeldioxid in Wasser können im Wein mit anderen Weinbestandteilen wie beispielsweise Acetaldehyd, Pigmenten, Zuckern zu Produkten P reagieren. Die Gesamtkonzentration von Schwefeldioxid ist die Summe der Konzentrationen der freien Spezies (SO₂, HSO₃⁻, SO₃²⁻) und P.

Die Konservierungsmittelkonzentration wird reguliert, da Schwefeldioxid und Sulfite möglicherweise gesundheitsschädlich sind. In der EU ist eine Maximalkonzentration von Schwefeldioxid von 100 mg · L⁻¹ für Rotwein und 150 mg · L⁻¹ für Weißwein oder Rosé festgesetzt.

Ihre Aufgabe ist die Bestimmung der Gesamtkonzentration an Schwefeldioxid in der gegebenen Weißweinprobe mittels iodometrischer Titration.

Arbeitsvorschrift

I. Titerbestimmung der Natriumthiosulfatlösung

1. Sie haben eine Probe von etwa 100 mg reinen Kaliumiodats (KIO₃) erhalten. Die tatsächlich eingewogene Masse steht auf dem Etikett. **Tragen** Sie diese in untenstehende Tabelle ein.
2. **Stellen** Sie 100 mL einer Kaliumiodatlösung in Deionat im 100 mL Messkolben her. Benutzen Sie dazu das gesamte Kaliumiodat. Diese Lösung wird als **S** bezeichnet.
3. **Überführen** Sie in einen 100 mL Erlenmeyerkolben:
 - 20mL der Lösung **S** mit einer Vollpipette;
 - 5 mL der Kaliumiodidlösung (0,5M) mit einem 5 mL Messzylinder;
 - 10 mL der Schwefelsäurelösung (2,5M) mit einem 10 mL Messzylinder.
4. **Schwenken** Sie den Erlenmeyerkolben, **verschließen** Sie ihn mit Parafilm und **stellen** Sie ihn für mindestens fünf Minuten in den Schrank.
5. **Füllen** Sie die Bürette mit der zur Verfügung gestellten Thiosulfatlösung unter Verwendung eines Becherglases. **Titrieren** Sie den Inhalt des Erlenmeyerkolbens unter konstantem Schwenken. Sobald die Lösung hellgelb ist, **fügen** Sie zehn Tropfen der Stärkelösung hinzu und **titrieren** Sie bis zur Entfärbung. Notieren Sie das Titrationsvolumen **V₁**.
6. **Wiederholen** Sie die Schritte 3. bis 5. so oft wie nötig.

Masse des Kaliumiodats (Tragen Sie den Wert vom Etikett ein)	
Versuchsnummer	V_1 / mL
1	
2	
3	
gewähltes Volumen V_1 / mL	

II. Titerbestimmung der Iodlösung

- Überführen** Sie mit einer Vollpipette 25 mL der Iodlösung mit der Beschriftung I_2 in einen 100 mL Erlenmeyerkolben.
- Titrieren** Sie den Inhalt des Erlenmeyerkolbens mit der Natriumthiosulfatlösung. Sobald die Lösung hellgelb ist, **fügen** Sie zehn Tropfen der Stärkelösung hinzu und **titrieren** Sie bis zur Entfärbung. Notieren Sie das verbrauchte Volumen V_2 .
- Wiederholen** Sie die Schritte 1 und 2 so oft wie nötig.

Versuchsnummer	V_2 / mL
1	
2	
3	
gewähltes Volumen V_2 / mL	

III. Bestimmung der Gesamtkonzentration an Schwefeldioxid

1. **Überführen** Sie 50 mL Wein mit einer Vollpipette in einen 250 mL Erlenmeyerkolben.
2. **Fügen** Sie 12 mL NaOH-Lösung (1M) mittels eines 25 mL Messzylinders hinzu. **Verschließen** Sie den Erlenmeyerkolben mit Parafilm, **schwenken** Sie ihn und lassen Sie ihn mindestens 20 Minuten stehen.
3. **Fügen** Sie mit Plastikpipetten 5 mL der Schwefelsäurelösung (2,5M) und *etwa* 2 mL Stärkelösung hinzu.
4. **Titrieren** Sie den Inhalt des Erlenmeyerkolbens mit der Iodlösung aus der Bürette, bis eine dunkle Färbung auftritt, die mindestens 15 Sekunden bestehen bleibt. **Notieren** Sie das verbrauchte Volumen V_3 .
5. **Wiederholen** Sie die Schritte 1 bis 4 so oft wie nötig.

Versuchsnummer	V_3 / mL
1	
2	
3	
gewähltes Volumen V_3 / mL	

Fragen

1. **Notieren** Sie abgestimmte Reaktionsgleichungen aller auftretenden Reaktionen bei der Titerbestimmung der Natriumthiosulfatlösung.

2. **Berechnen** Sie die molare Konzentration der Natriumthiosulfatlösung. Die Molmasse von Kaliumiodat beträgt $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.

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

Falls Sie $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ nicht bestimmt haben, nehmen Sie für die weiteren Aufgabenteile $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ an.

3. **Berechnen** Sie die molare Konzentration der Iodlösung.

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

Falls Sie $c(\text{I}_2)$ nicht bestimmt haben, nehmen Sie für die weiteren Aufgabenteile $c(\text{I}_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$ an.

4. **Notieren** Sie die Reaktionsgleichung der Reaktion von Iod (I_2) mit Schwefeldioxid (SO_2) unter der Annahme, dass Schwefeldioxid zu Sulfat (SO_4^{2-}) oxidiert wird.

5. **Berechnen** Sie die Massenkonzentration des Gesamtgehalts an Schwefeldioxid im Wein in $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$. Die Molmasse von Schwefeldioxid beträgt $M(\text{SO}_2) = 64,1 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.

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

PENALTIES

Incident #	Student signature	Lab supervisor signature
1 (no penalty)		
2		
3		
4		
5		