

PRAKTISK PRØVE



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

Making science together!

24. juli 2019



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

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

Generelle instruksjer

- Den praktiske prøven er på 27 sider.
- Før prøven starter får du beskjeden: **Read**. Du har da 15 minutter til å lese dette heftet. Du får bare lov til å **lese**; det er ikke lov å **skrive** eller **bruke kalkulatoren**.
- Du kan begynne å jobbe når du får beskjeden: **Start**. Du har da **5 timer** til å fullføre hele prøven.
- Du kan gjøre oppgavene i den rekkefølgen du vil, men det **anbefales å begynne med oppgave P1**.
- Alle resultater og svar må skrives tydelig med **penn i den riktige ruten**. Svar som står utenfor ruten vil ikke bedømmes.
- Hvis du trenger kladdepapir, kan du bruke baksiden av arkene. Men husk at **ingenting utenfor boksene blir bedømt**.
- Du kan få se den offisielle engelske teksten av prøven hvis du ber om det, men det er bare for å oppklare eventuelle uklarheter.
- Hvis du vil forlate laboratoriet for å gå på do, spise eller drikke, holder du opp det riktige kortet. En labassistent vil følge deg ut.
- Hyllene over benken skal ikke brukes under prøven for at alle skal ha like forhold.
- Du må følge sikkerhetsreglene for IChO. Hvis du bryter reglene vil du bare få én advarsel fra en labassistent. Hvis du bryter reglene igjen, må du forlate laboratoriet, og du får null poeng på den praktiske delen.
- Du kan bare få erstattet kjemikaler eller labutstyr én gang uten å miste poeng. For hver følgende gang vil du bli trukket 1 poeng av de 40 mulige på den praktiske prøven.
- Labinspektøren vil gi beskjed når det er 30 minutter igjen til beskjeden: **Stop**.
- Når du får beskjeden: **Stop**, må du stanse arbeidet umiddelbart. Hvis du ikke stopper å arbeide eller å skrive innen et minutt fra beskjeden, vil besvarelsen din bli annullert.
- Etter beskjeden: **Stop**, vil labinspektøren komme for å signere på svararket ditt.
- Når både labinspektøren og du har signert, legger besvarelsen i konvolutten og leverer den inn sammen med produktet og TLC-platene.

Labregler og sikkerhet

- Du må ha på labfrakk og ha knappene lukket. Skoene må dekke hele foten og hælen.
- Du må ha på vernebriller hele tiden på lab. Det er ikke lov med kontaktlinser.
- Ikke spis eller drikk på lab. Tyggegummi er ikke tillatt.
- Jobb bare på din egen plass. Hold plassen din og fellesområdene ryddige.
- Det er ikke lov å gjøre andre eksperimenter enn de som er i oppgaven.
- Bruk pipetteballongen (pelleus-ballongen) når du fyller pipetten.
- Hvis du søler eller knuser glassutstyr, må du rydde opp med en gang.
- Alt avfall må helles på riktig sted for å unngå forurensning og skade. Vandige løsninger kan helles i vasken. Organisk avfall må helles i beholderen du har på benken.

Fysiske konstanter og ligninger

I alle oppgavene kan du anta at aktiviteten til vandige spesier er tilnærmet den samme som konsentrasjonen i mol L⁻¹. I formlene og uttrykkene er standardkonsentrasjonen $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ utelatt.

Avogadro's constant:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Universal gas constant:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standard pressure:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmospheric pressure:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Zero of the Celsius scale:	273.15 K
Faraday constant:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowatt hour:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Planck constant:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Speed of light in vacuum:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementary charge:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Electrical power:	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency:	$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$
Planck-Einstein relation:	$E = hc / \lambda$
Ideal gas equation:	$pV = nRT$
Gibbs free energy:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$

Reaction quotient Q for a reaction
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$

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

Henderson–Hasselbalch equation:

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

Nernst–Peterson equation:

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

where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction

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

Beer–Lambert law:

$$A = \epsilon lc$$

Rate laws in integrated form:

- Zero order:

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

- First order:

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

- Second order:

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

Half-life for a first order process:

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

Number average molar mass M_n :

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

Mass average molar mass M_w :

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

Polydispersity index I_p :

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

Merknad

Enheten for molar konsentrasjon er enten “M” eller “mol L⁻¹”:

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

Det periodiske system

1																	18
1 H 1.008	2																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 -



Fare- og sikkerhetssetninger

Dei kjemiske sambindingane som vært nytta i oppgåvene har faresetninger knytta til seg. Ein lyt forstå faresetningene på følgjande sett:

Fysiske farer

H225 Meget brannfarlig væske og damp.
H226 Brannfarlig væske og damp.
H228 Brannfarlig fast stoff.
H271 Kan forårsake brann eller eksplosjon; sterkt oksiderende.
H272 Kan forsterke brann; oksiderende.
H290 Kan være etsende for metaller.

Helsefarer

H301 Giftig ved svelging.
H302 Farlig ved svelging.
H304 Kan være dødelig ved svelging om det kommer ned i luftveiene.
H311 Giftig ved hudkontakt.
H312 Farlig ved hudkontakt.
H314 Gir alvorlige etseskader på hud og øyne.
H315 Irriterer huden.
H317 Kan utløse en allergisk hudreaksjon.
H318 Gir alvorlig øyeskade.
H319 Gir alvorlig øyeirritasjon.
H331 Giftig ved innånding.
H332 Farlig ved innånding.
H333 Kan være farlig ved innånding.
H334 Kan gi allergi eller astmasymptomer eller pustevansker ved innånding.
H335 Kan forårsake irritasjon av luftveiene.
H336 Kan forårsake døsighet eller svimmelhet.
H351 Mistenkes for å kunne forårsake kreft.
H361 Mistenkes for å kunne skade forplantningsevnen eller gi fosterskader.
H371 Kan forårsake organskader.
H372 Forårsaker organskader ved langvarig eller gjentatt eksponering.
H373 Kan forårsake organskader ved langvarig eller gjentatt eksponering.

Miljøfare

H400 Meget giftig for liv i vann.
H402 Skadelig for liv i vann.
H410 Meget giftig, med langtidsvirkning, for liv i vann.
H411 Giftig, med langtidsvirkning, for liv i vann.
H412 Skadelig, med langtidsvirkning, for liv i vann.

Kjemikalier

Til alle oppgavene

Kjemikalium	Merket med	Faresetning
Deionisert vann i: - Spruteflaske (benk) - Plastflaske (benk) - Plastbeholder (avtrekksskap)	Deionized Water	Ikke farlig
Etanol, i spruteflaske	Ethanol	H225, H319
Hvitvin, 300 mL i farget plastflaske	Wine sample	H225, H319

Til oppgave P1

Kjemikalium	Merket med	Faresetning
4-nitrobenzaldehyd, 1,51 g i farget prøveglass	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluent A, 20 mL i prøveglass	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 mL i prøveglass	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (kaliumperoksoomonosulfat), 7,87 g i plastflaske	Oxone[®]	H314
Prøve med 4-nitrobenzaldehyd til TLC-analyse	TLC standard	H317, H319

Til oppgave P2

Kjemikalium	Merket med	Faresetning
1 M kaliumtiocyanat-løsning, 20 mL i plastflaske	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M kaliumtiocyanat-løsning, 60 mL i plastflaske	KSCN 0.00200 M	Ikke farlig
1 M perklorosyre, 10 mL i plastflaske	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M jern(III)-løsning, 80 mL i plastflaske	Fe(III) 0.00200 M	Ikke farlig
0,000200 M jern(III)-løsning, 80 mL i plastflaske	Fe(III) 0.000200 M	Ikke farlig
0,3% hydrogenperoksid, 3 mL i farget glassflaske	H₂O₂	Ikke farlig

Til oppgave P3

Kjemikalium	Merket med	Faresetning
0,01 M jod-løsning, 200 mL i brun plastflaske	I₂	H372
0,03 M natriumtiosulfat-løsning, 200 mL i plastflaske	Na₂S₂O₃	Ikke farlig
1 M NaOH-løsning, 55 mL i plastflaske	NaOH	H290, H314
2,5 M svovelsyre, 80 mL i plastflaske	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M kaliumjodid-løsning, 25 mL i plastflaske	KI	H372
Kaliumjodat, omtrent 100 mg (den eksakte massen står på etiketten), i prøveglass	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Stivelsesløsning, 25 mL i plastflaske	Starch	Ikke farlig

Labutstyr**Til alle oppgavene**

Personlig utstyr	Antall
Pipetteballong (Pelleus-ballong)	1
Vernebriller	1
1 L plastflaske for organisk avfall merket “ Organic waste ”	1
Tørkepapir	15 tørk
Ekstra fint tørkepapir	30 tørk
Spatel (stor)	1
Spatel (liten)	1
Stoppeklokke	1
Blyant	1
Viskelær	1
Sort kulepenn	1
Sprittusj til å merke glassutstyr	1
Linjal	1

Fellesutstyr	Antall
UV-lampe for å se på TLC-platene	2 per lab
Kolorimeter	5 per lab
Hansker	Alle størrelser (S, M, L, XL) tilgjengelig hvis du spør labassistenten
Bøtte med is	1 per lab

Til oppgave P1

Personlig utstyr	Antall
Labstativ med:	1
- Muffe med liten klemme	2
- Muffe med stor klemme	1
Erlenmeyerkolbe med slip, 100 mL	1
Erlenmeyerkolbe med slip, 50 mL	1
Kjøler til refluks	1
Varmeplate med røring	1
Krystalliseringsskål (stor glasskål)	1
Røremagnet	1
Sugekolbe	1
Büchnertrakt med gummimansjett	1
Lynlåspose med 3 filtrerpapir	1
Petriskål	1
Elueringskammer til TLC “ TLC elution chamber ”	1
Lynlåspose med 3 TLC-plater (med fluorescerende indikator), merket med studentkoden	1
Kapillærrør til TLC (i petriskålen)	4
Plastpinsett	1
Glasstav	1
Målesylinder, 25 mL	1
Begerglass, 150 mL	2
Pulvertrakt i plast	1

Engangspipette i plast	2
Farget prøveglass, til TLC-prøvene, 1,5 mL, med kork, merket C og R	2
Innveid farget prøveglass, 10 mL, med kork, merket med Studentkode	1
Hvit stav til å fiske opp magnet	1

Til oppgave P2

Personlig utstyr	Antall
Volumetrisk glasspipette, 10 mL	1
Gradert glasspipette, 10 mL	3
Gradert glasspipette, 5 mL	3
Stativ til reagensrør	1
Reagensrør	15
Kork til reagensrør	7
Kyvette til kolorimeter, veilengde 1,0 cm	2
Begerglass, 100 mL	2
Engangspipetter i plast	15

Til oppgave P3

Personlig utstyr	Antall
Laboratoriestativ med byretteklemme	1
Byrette, 25 mL	1
Glasstrakt	1
Erlenmeyerkolbe, 100 mL	3
Erlenmeyerkolbe, 250 mL	3
Begerglass, 150 mL	1
Begerglass, 100 mL	2
Målekolbe, 100 mL, med kork	1
Volumetrisk glasspipette, 50 mL	1
Volumetrisk glasspipette, 25 mL	1
Volumetrisk glasspipette, 20 mL	1
Målesylinder, 25 mL	1
Målesylinder, 10 mL	1
Målesylinder, 5 mL	1
Engangspipette i plast	3
Parafilm	20 ark

Oppgave P1 13% av totalen	Spørsmål	Utbytte	Renhet	TLC	P1.1	P1.2	Totalt
	Poeng	12	12	8	2	3	37
	Resultat						

Oppgave P1. Mer miljøvennlig oksidasjon av nitrobenzaldehyd

Kjemikere har gjennom de siste tiår forsøkt å erstatte skadelige reagenser brukt i oksidasjonsprosesser for å redusere mengden farlig avfall. I denne oppgaven har kaliumperoksomonosulfat blitt valgt som oksidasjonsmiddel fordi det danner kun ugiftige og miljøkompatible sulfatsalter. Det brukes her i form av Oxone®.

Selve reaksjonen utføres i en blanding av vann og etanol, to «grønne» løsemidler.

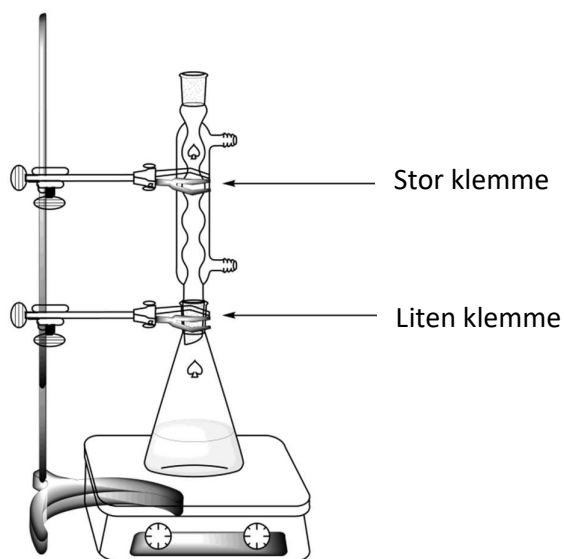
Din oppgave er å utføre oksidasjonen av 4-nitrobenzaldehyd, omkrystallisere produktet, sammenligne eluenter for TLC og sjekke renheten av produktet ved hjelp av TLC.

Merknad: Etanolavfall og eluent må kastes i beholderen merket “Organic waste”.

Fremgangsmåte

I. Oksidasjon av 4-nitrobenzaldehyd

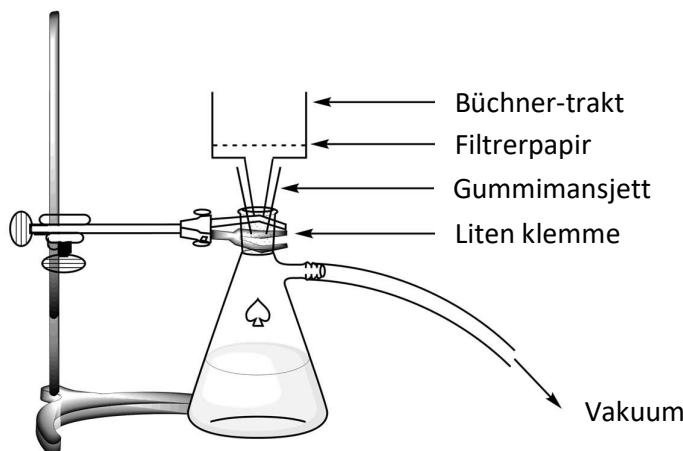
1. **Bland** 20 mL vann og 5 mL etanol.
2. **Legg** røremagneten i 100 mL erlenmeyerkolben med **slip**.
3. **Overfør** 1,51 g (veid ut på forhånd) av 4-nitrobenzaldehyd til erlenmeyerkolben. **Tilsett** alt av blandingen av vann og etanol som du har laget tidligere. **Fest** erlenmeyerkolben til stativet med klemmen. **Start røringen** av blandingen og **tilsett** 7,87 g av Oxone® (veid ut på forhånd).
4. **Fest** kjøleren ved å løsne på den store klemmen og justere slipene (se Figur 1). **Hold opp** HELP-kortet. En labassistent vil komme og sette på vannet og skru på varmeplaten for deg.
5. **Varm opp** reaksjonsblanding til forsiktig reflux (omtrent 1 dråpe tilbaketiløp per sekund) i 45 minutter. Markeringen på varmeplaten tilsvarer nivået som gir forsiktig reflux.



Figur 1. Oppsett for oppvarming av reaksjonsblanding under reflux

6. **Skru av** varmen på røreplaten. **Fjern** røreplaten og **la** reaksjonsblandingen kjøle seg ned i 10 minutter. **Plasser** den deretter i krystalliseringsskålen fylt med en blanding av is og vann. **La** den stå der i ytterligere 10 minutter.

7. **Sett opp** utstyr for vakuumfiltrering (se Figur 2) ved å bruke en büchnertrakt, et filterpapir og en sugokolbe som er festet til stativet med en liten klemme. **Hold opp** HELP-kortet. En labassistent vil komme og vise hvordan sugokolben festes til vakuumuttaket.



Figur 2. Oppsett for vakuumfiltrering

8. **Fukt** filterpapiret med vann og **påse** at den dekker alle hullene i büchnertrakten.

9. **Hell** suspensjonen av råprodukt i büchnertrakten og **koble** til vakuumet. **Vask** det faste stoffet nøye med deionisert vann (minst 4×20 mL).

10. **La** luft suge igjennom bunnfallet i 5 minutter for å fortørke produktet. **Ta av** vakuumkilden. **Bruk** en liten spatel til å overføre en liten spatelspiss av produktet til 1,5 mL ravfarget prøveglass **merket C**. **Lukk** prøveglasset og **legg det til side** for del III.

11. **Overfør** alt gjenværende fast stoff til 50 mL erlenmeyerkolben med slip.

12. **Kast** filtratet i beholderen merket “Organic waste” og **vask** både sugokolben og büchnertrakten med etanol og vann. **Bruk** beholder merket “Organic waste” for etanolavfall.

II. Omkrystallisering av produkt

1. **Bland** 9 mL vann og 21 mL etanol.

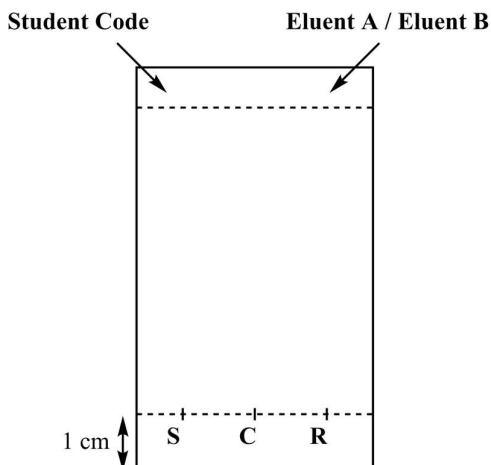
2. **Omkrystalliser** råproduktet i 50 mL erlenmeyerkolben med slip ved hjelp av en passende mengde med etanol/vannblanding. Bruk samme oppsett som for oppvarming under reflux (se Figur 1). **Hold opp** HELP-kortet. En labassistent vil komme og skru på vannet og varmeplaten. **Tilsett** løsemiddelet gjennom toppen av kjøleren hvis det er behov for det.

3. Når produktet har krystallisert skal du **bruke** den samme prosedyren som beskrevet tidligere (I.7 til I.10) til å sample opp faststoffet. **Bruk** en liten spatel til å overføre en liten spatelspiss av det omkrystalliserte produktet til 1,5 mL ravfarget prøveglass **merket R**. **Lukk** prøveglasset og **legg det til side** for del III.

4. **Overfør** det rensede faststoffet til prøveglasset (som er veid inn på forhånd) som er merket med din studentkode. **Lukk** prøveglasset.
5. **Kast** filtratet i beholderen merket “Organic waste” og **hold opp** HELP-kortet. En labassistent vil komme og skru av vannet til kjøleren.

III. TLC-analyse

1. **Klargjør elueringskammeret.** Fyll elueringskammeret med ca 0,5 cm med eluent A. Dekk til med petriskålen. **Vent** til eluenten har mettet atmosfæren i elueringskammeret.
2. **Klargjør dine prøver.** Du har fått utdelt en prøve av 4-nitrobenzaldehyd i et ravfarget prøveglass merket **TLC standard** (referert til som **S** på TLC-platen). Du har fra tidligere beholdt en liten prøve av ditt råprodukt (prøveglass **C**) og ditt omkrystalliserte produkt (prøveglass **R**) i to andre ravfargede prøveglass. **Tilsett** ca 1 mL etanol til hver av prøveglassene for å løse opp prøvene.
3. **Klargjør din TLC-plate.** Bruk en blyant og **tegn** forsiktig startlinjen (1 cm over bunnen av platen) og **marker** posisjonene der hvor de 3 prøvene skal avsettes. **Merk** dem **S** (“Starting material”), **C** (“Crude product”) og **R** (“Recrystallized product”), slik som vist i Figur 3. På venstre side av toppen av platen **skriver** du din **Studentkode**. På høyre side av toppen av platen **skriver** du eluenten du brukte (først **Eluent A**, og deretter **Eluent B**). **Avsett (“spot”)** de tre prøvene på platen ved hjelp av kapillærrørerne.



Figur 3. Klargjøring av TLC-plate

4. **Utfør TLC-analysen.** Sett TLC-platen i elueringskammeret ved hjelp av pinsetten og **dekk til** med petriskålen. **La** eluenten **nå** omtrent 1 cm nedenfor toppen av platen. **Ta ut** platen ved hjelp av pinsetten og marker eluentfronten ved hjelp av en blyant. La platen lufttørke.
5. **Visualiser TLC-platen.** Sett TLC-platen under en av UV-lampene som er plassert på fellesbenken. **Sett en ring rundt** alle synlige flekker ved hjelp av en blyant.
6. **Kast eluenten i beholderen merket “Organic waste”.**
7. **Repetér** stegene 1, 3, 4, 5 og 6 med eluent B.
8. **Legg** dine plater i lynlåsposen merket med din studentkode.

Resultatene fra din TLC-analyse (**fullfør** figurene med dine resultater). Du kan bruke disse figurene til å lage en skisse av dine TLC-plater. Denne skissen kan hjelpe deg med å svare på de påfølgende spørsmål. Skissen vil ikke bli vurdert.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

På slutten av den praktiske prøven vil labveilederen hente følgende:

- Prøveglasset merket med din **Studentkode** som inneholder det omkrystalliserte produktet.
- TLC-platene A og B i lynlåspose merket med din **Studentkode**.

Innleverte ting

Omkristallisert produkt ☐

TLC-plate A ☐

TLC-plate B ☐

Signaturer

Student

Labveileder

Spørsmål

1. **Forslå** en kjemisk struktur for produktet fra reaksjonen mellom 4-nitrobenzaldehyd og Oxone®.

2. **Besvar** spørsmålene nedenfor basert på resultatene fra din TLC-analyse.

- Hvilken eluent er den beste til å følge reaksjonsforløpet?

☐ **A** ☐ **B**

- Råproduktet (“crude product” = C) inneholder spor av 4-nitrobenzaldehyd.

☐ **Sant** ☐ **Usant**

- Det omkrystalliserte produktet (“recrystallized product” = R) inneholder spor av 4-nitrobenzaldehyd.

☐ **Sant** ☐ **Usant**

Oppgave P2	Spørsmål	Kalibrering	Bestemmelse av jern	P2.1	P2.2	P2.3	Bestemmelse av støkiometri	P2.4	P2.5	Totalt
14% av totalen	Poeng	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Resultat									

Oppgave P2. Jern i vin

Grunnstoffet jern finnes naturlig i vin. Når konsentrasjonen blir større enn omtrent 10 til 15 mg per liter, oksideres jern(II) til jern(III) og kvaliteten på vinen kan reduseres fordi det dannes bunnfall. Det er derfor nødvendig å finne jerninnholdet underveis i vinproduksjonen.

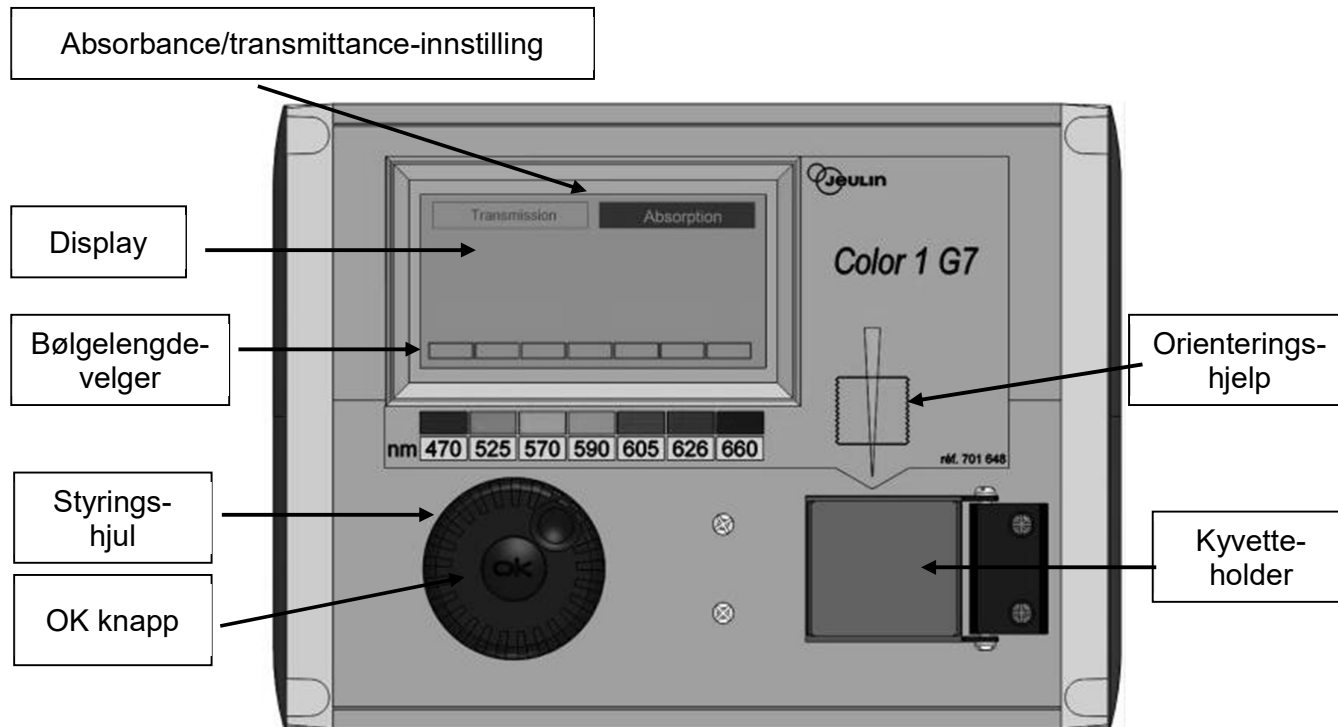
På grunn av den veldig lave konsentrasjonen av jern, danner man først et sterkt farget kompleks av jern(III) med tiocyanat, SCN^- , som ligand, for kvantitativt å bestemme jerninnholdet med spektrofotometriske målinger.

I denne oppgaven skal du bestemme det totale jerninnholdet i den utdelte hvitvinen ved hjelp av spektrofotometri. Du skal også bestemme støkiometrien til komplekset mellom jern(III) og tiocyanat.

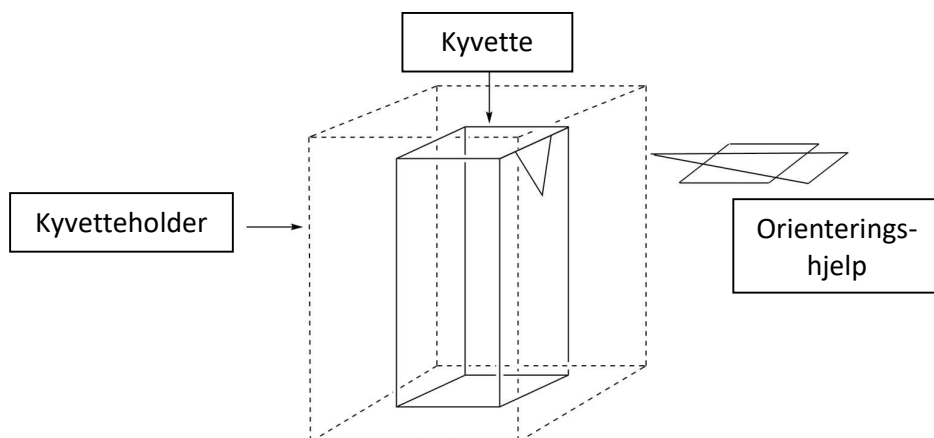
ADVARSEL

- I denne oppgaven får du utdelt to jern(III)-løsninger og to tiocyanatløsninger med ulik konsentrasjon. Pass på at du ikke tar feil løsning.
- Når løsningene er klare for den spektrofotometriske målingen, må det ikke gå mer enn en time fra du tilsetter tiocyanat til du gjennomfører målingen.
- Når du er klar til å bruke kolorimeteret, holder du opp HELP-kortet. En labassistent gir deg et av kolorimetrene. Du får da ha kolorimeteret i opptil 15 minutter. Labassistenten tar tilbake apparatet så snart du er ferdig med det, eller etter 15 minutter. Hvis det ikke er noen ledige kolorimetre når du ber om det, vil du bli satt på en venteliste.
- Instruksjoner for kolorimeteret står på neste side.
- Du kan maksimalt be om et kolorimeter tre ganger i løpet av dagen.

Instruksjoner for kolorimeteret



- Sett inn stikkkontakten til kolorimeteret.
- Kontrollér at "Absorbance" er valgt. Hvis ikke, bruker du styringshjulet til en stiplet linje kommer rundt "Absorbance", og deretter trykker du OK knappen.
- Bruk styringshjulet til en stiplet linje kommer rundt den ønskede bølgelengden (470 nm). Trykk deretter på OK knappen.
- Kyvetten fylles omtrent 3 cm opp med nullprøve (*blank solution*) og settes i kyvetteholderen. Pass på at kyvetten står riktig vei (se på orienteringshjelpen på kolorimeteret; lysstrålen går i den retningen den gule pilen viser, se figuren nedenfor) og at den er dyttet helt ned. Lukk lokket.
- Bruk styringshjulet til en stiplet linje kommer rundt "Absorbance" og trykk på OK knappen. Bruk styringshjulet, velg "Calibration" og trykk på OK knappen.
- Vent til displayet viser 0.00 (eller -0.00).
- Fyll kyvetten omtrent 3 cm opp med prøveløsning, sett kyvetten i holderen og lukk lokket.
- Les av absorbans-verdien.



I. Bestemmelse av jerninnholdet i vin

I denne delen, trenger du 0,000200 M jern(III)-løsning og 1 M kaliumtiocyanat-løsning.

Fremgangsmåte

1. **Gjør klar** 6 reagensrør ved å tilsette til de riktige mengdene av løsningene slik tabellen under viser.

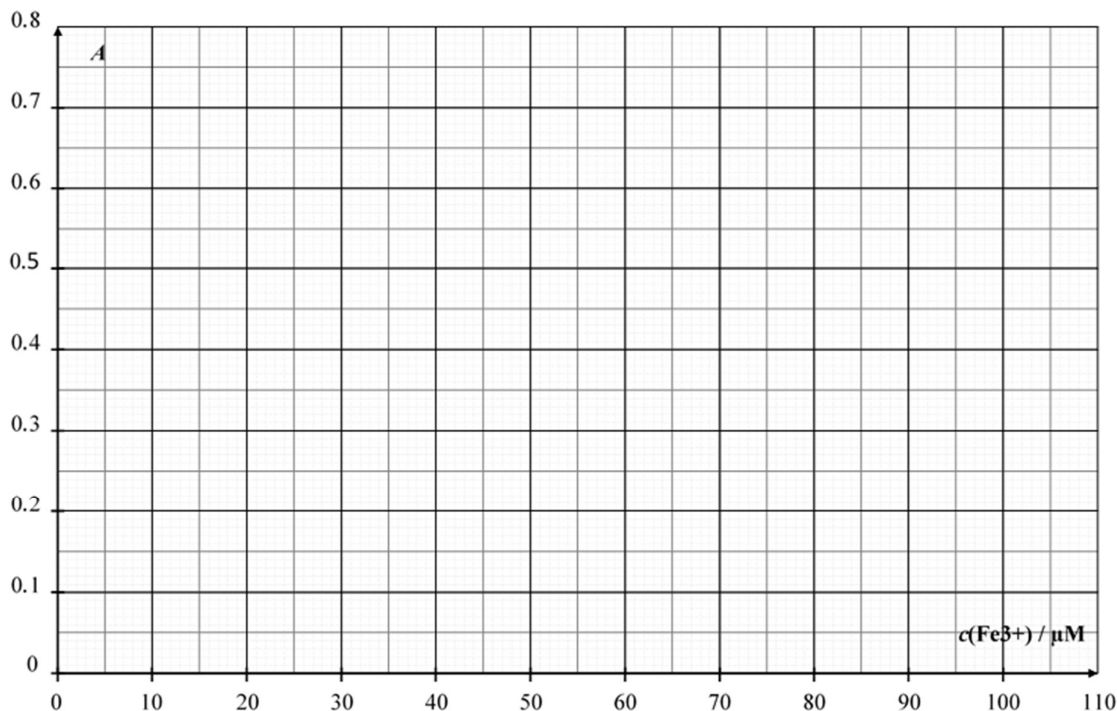
Reagensrør nr	1	2	3	4	5	6
0,000200 M jern(III)-løsning	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M perklorisyre (perchloric acid)	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Vin					10,0 mL	10,0 mL
Hydrogenperoksid-løsning					0,5 mL	0,5 mL
Deionisert vann	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

2. **Sett kork** i rørene og **bland godt**.
3. **Tilsett** 1,0 mL 1 M kaliumtiocyanat-løsning til rørene **1, 2 3, 4** og **5**. **Ikke** tilsett noe til rør **6**. **Sett kork** i rørene og **bland godt**.
4. Når alle rørene er klare, **holder opp** HELP-kortet for å få et kolorimeter fra labassistenten.
5. **Gjør klar** kolorimeteret slik det står i instruksjonene på forrige side. **Velg** bølgelengden 470 nm. **Bruk** deionisert vann som nullprøve (*blank solution*).
6. **Notér** absorbansen til hver prøve (**1** til **6**) ved denne bølgelengden. **Oppgi** resultatene i tabellen under. **Hold opp** HELP-kortet for å levere tilbake kolorimeteret.

Reagensrør nr	1	2	3	4	5	6
Absorbans (ved 470 nm)						
Analytisk konsentrasjon av Fe^{3+} i reagensrøret $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Koden på kolorimeteret						

Spørsmål

1. **Plott** absorbanse, A , for rørene **1** til **4** som en funksjon av den analytiske konsentrasjonen av Fe^{3+} i reagensrøret.



- I tabellen under krysser du av for hvilke datapunkter du bruker for å lage kalibreringskurven.

Reagensrør nr	1	2	3	4
Absorbansverdien ble brukt i kalibreringskurven				

2. Bruk diagrammet ovenfor og de datapunktene du har valgt, **tegn** den lineære kalibreringskurven i det samme diagrammet og **bestem** den analytiske konsentrasjonen av Fe^{3+} (i $\mu\text{mol L}^{-1}$) i reagensrør **5**.

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

Hvis du ikke har beregnet $c(\text{Fe}^{3+})$, kan du bruke verdien $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ i resten av oppgaven.

3. **Beregn** konsentrasjonen av jern i mg per liter for vinen du har analysert.

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

II. Bestemmelse av støkiometrien til komplekset

I denne delen trenger du 0,00200 M jern(III)-løsning og 0,00200 M kaliumtiocyanat-løsning.

Fremgangsmåte

I del I av denne oppgaven, bruker vi fargen til komplekset mellom jern(III) og tiocyanat til å bestemme konsentrasjonen av jern i vinprøven. Del II av denne oppgaven dreier som om å bestemme støkiometrien til komplekset $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ hvor a og b er heltall ikke større enn 3.

Du har fått utdelt følgende vannløsninger til denne delen:

- 0,00200 M jern(III)-løsning (allerede surgjort) (80 mL)
- 0,00200 M kaliumtiocyanat-løsning (80 mL)

Du har også reagensrør (med korker du kan vaske og tørke), graderte glasspipetter, kyvetter til spektrofotometeret, et kolorimeter (når du ber om det) og annet labutstyr på benken som du kan få bruk for.

1. **Fyll ut** de tre første kolonnene i tabellen under med passende volum slik at du kan få bestemt støkiometrien til komplekset ved hjelp av spektrofotometriske målinger. *Du trenger ikke å fylle ut hele tabellen.* **Beregn** molbrøken av jern(III) i hvert reagensrør ved hjelp av formelen:

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

Reagensrør nr	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volum 0,00200 M jern(III)-løsning $V_{\text{Fe(III)}}$ / mL									
Volum 0,00200 M kaliumtiocyanat-løsning V_{SCN^-} / mL									
Molbrøk jern(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbans (ved 470 nm)									
Koden på kolorimeteret									

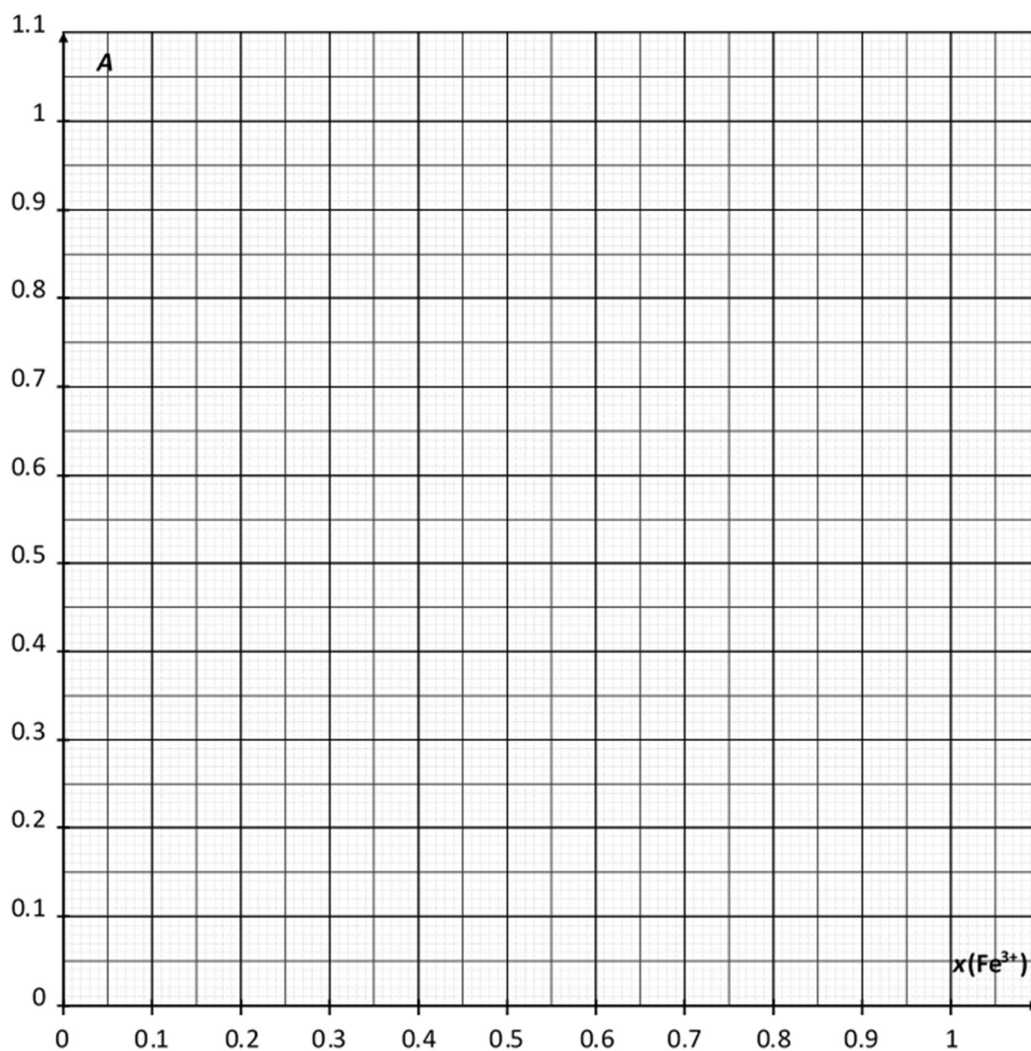
2. **Bland ferdig** i reagensrørene. Når alle rørene er klare, **holder** du opp HELP-kortet for å få et kolorimeter fra en labassistent.

3. **Gjør klar** kolorimeteret slik det står i instruksjonene på side 16. **Velg** bølgelengden 470 nm. **Bruk** deionisert vann som nullprøve (*blank solution*).

4. **Mål** absorbansen for hvert reagensrør ved denne bølgelengden. **Notér** resultatene i tabellen ovenfor.

Spørsmål

4. **Plott** absorbansen, A , for rørene som en funksjon av molbrøken jern(III), $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Basert på resultatet fra forsøkene du har gjort, **bestem** støkiometrien til komplekset $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

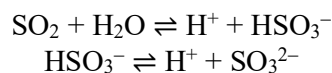
$a =$ _____

$b =$ _____

Oppgave P3	Spørsmål	Titring I	Titring II	Titring III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Totalt
13% av totalen	Poeng	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Resultat									

Oppgave P3. Lagring av vin

Svoveldioksid, SO_2 , brukes som antioksidant i vin. Når SO_2 tilsettes til vin, kan stoffet reagere med vann og danne hydrogensulfittioner, HSO_3^- , og protoner, H^+ . Hydrogensulfitt kan også omdannes til sulfittioner, SO_3^{2-} , ved å gi fra seg enda et proton.



Alle disse tre formene av svoveldioksid i vann kan reagere med andre kjemikalier i vinen, som acetaldehyd, pigmenter, sukkerarter osv. Da dannes ulike produkter, P. Den totale konsentrasjonen av svoveldioksid er summen av de «frie» formene (SO_2 , HSO_3^- and SO_3^{2-}) og P.

Fordi sulfitt og svoveldioksid er skadelig for noen mennesker, er det begrensninger på hvor mye man kan tilsette. I EU er den maksimale grensen 100 mg L^{-1} for rødvin og 150 mg L^{-1} for hvitvin og rosévin.

I denne oppgaven skal du bestemme den totale konsentrasjonen av svoveldioksid i den utdelte hvitvinen ved hjelp av jodometrisk titrering.

Fremgangsmåte

I. Innstilling av standardløsningen med natriumtiosulfat

- Du har fått utdelt omtrent 100 mg ren kaliumjodat, KIO_3 . Den eksakte massen står på etiketten på beholderen. **Notér** massen i tabellen nedenfor.
- Lag** 100 mL kaliumjodat-løsning i målekolben på 100 mL ved å bruke all den faste kaliumjodaten og deionisert vann. Denne løsningen kalles S.
- I en 100 mL erlenmeyerkolbe, **tilsetter** du:
 - 20 mL av løsning S med en glasspipette,
 - 5 mL av kaliumjodidløsningen ($0,5 \text{ M}$), ved hjelp av en 5 mL målesylinder,
 - 10 mL svovelsyre ($2,5 \text{ M}$) ved hjelp av en 10 mL målesylinder.
- Bland forsiktig** («swirl») innholdet i erlenmeyerkolben, **dekk** kolben med parafilm og **la den stå** i minst fem minutter.
- Fyll** byretten med den utdelte tiosulfatløsningen ved hjelp av et begerglass. **Titreér** innholdet i erlenmeyerkolben mens du passer på at alt hele tiden blandes. Når løsningen blir svakt gul, **tilsetter** du ti dråper stivelsesløsning og **fortsetter å titrere** til løsningen blir fargeløs. **Notér** titrervolumet V_1 .
- Gjenta** fremgangsmåten (trinn 3-5) så mange ganger som nødvendig.

Massen kaliumjodat (notér verdien fra etiketten)	
Analyse nummer	V_1 / mL
1	
2	
3	
Verdien du oppgir som svar V_1 / mL	

II. Innstilling av standardløsningen med jod

- Ved hjelp av en glasspipette **overfører** du 25 mL av jodløsningen som er merket **I₂** til en erlenmeyerkolbe på 100 mL.
- Titrér** innholdet i erlenmeyerkolben med natriumtiosulfatløsningen. Når løsningen blir svakt gul, **tilsetter** du ti dråper stivelsesløsning og **fortsetter å titrere** til løsningen blir fargeløs. **Notér** titrervolumet V_2 .
- Gjenta** prosedyren (trinn 1-2) så mange ganger som nødvendig.

Analyse nummer	V_2 / mL
1	
2	
3	
Verdien du oppgir som svar V_2 / mL	

III. Bestemmelse av totalt innhold av svoveldioksid

1. Bruk en glasspipette til å **overføre** 50 mL vin til en 250 mL erlenmeyerkolbe.
2. **Tilsett** 12 mL natriumhydroksidløsning (1 M), ved hjelp av en 25 mL målesylinder. **Dekk** kolben med parafilm, **bland forsiktig** («swirl») og la blandingen stå i minst 20 minutter.
3. **Tilsett** 5 mL svovelsyre (2,5 M), og omtrent 2 mL stivelsesløsning ved hjelp av plastpipetter.
4. **Titreér** innholdet i erlenmeyerkolben med jodløsning i byretten til det oppstår en mørk farge som varer i minst 15 sekunder. **Notér** titrervolumet V_3 .
5. **Gjenta** fremgangsmåten (trinn 1-4) så mange ganger som nødvendig.

Analyse nummer	V_3 / mL
1	
2	
3	
Verdien du oppgir som svar V_3 / mL	

Spørsmål

1. **Skriv opp** balansert reaksjonsligning for alle reaksjonene som skjer når du innstiller natriumtiosulfatløsningen.

2. **Beregn** den molare konsentrasjonen av natriumtiosulfatløsningen. Den molare massen til kaliumjodat er $M_m(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Hvis du ikke har beregnet $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, kan du bruke verdien $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol L}^{-1}$ i resten av oppgaven.

3. **Beregn** den molare konsentrasjonen av jodløsningen.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$$

Hvis du ikke har beregnet $c(I_2)$, kan du bruke verdien $c(I_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$ i resten av oppgaven.

4. **Skriv opp** ligningen for reaksjonen mellom jod, I_2 , og svoveldioksid, SO_2 , når vi antar at svoveldioksid blir oksidert til sulfationer, SO_4^{2-} .

5. **Beregn** konsentrasjonen i mg per liter for den totale mengden svoveldioksid i vinen. Den molare massen til svoveldioksid er $M_m(SO_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(SO_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

PENALTIES

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