

PRAKTISKT PROV



**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

Allmänna instruktioner

- Detta praktiska prov innehåller 28 sidor.
- Innan du påbörjar det praktiska provet, kommer du att få ett **Läs**-kommando. Du får då 15 min på dig att läsa igenom det praktiska provet. Du får endast **läsa** under denna tid; **skriv ingenting och använd ingen miniräknare**.
- Du kan sätta igång direkt när **Start**-kommandot ges. Du kommer att ha **5 timmar** på dig att slutföra provet.
- Du kan arbeta med de olika uppgifterna i vilken ordning du önskar, **men det rekommenderas att du börjar med P1**.
- Alla resultat och svar måste vara tydligt skriva **med bläckpenna i rutorna avsedda för svaren** i provhäftet. Svar skrivna utanför svarrutorna kommer inte att poängsättas.
- Om du behöver kladdpapper kan du använda baksidan av provsidorna. Kom ihåg att **ingenting utanför de avsedda rutorna kommer att poängsättas**.
- Den officiella engelska versionen av provet finns tillgängligt vid förfrågan och syftar endast till eventuella förtydliganden.
- Om du behöver lämna laboratoriet (för att gå på toa eller äta/dricka), räck då upp lämpligt kort. En labbassistent kommer och gör dig sällskap.
- Hyllor ovanför bänkarna får inte användas under provet av rättviseskäl.
- Du måste följa säkerhetsreglerna givna i IChO-föreskrifterna. Om du bryter säkerhetsreglerna, får du endast en varning från labbassistenten. Ytterligare avvikande från säkerhetsreglerna efter den första varningen kommer att resultera i att du måste lämna laboratoriet och får noll poäng på hela det praktiska provet.
- Kemikalier och utrustning, kommer om inget annat anges, bli påfyllda eller utbytta utan straffpoäng vid första tillfället. Varje ytterligare tillfälle kommer att resultera i att 1 poäng av de 40 möjliga dras bort från dina provpoäng.
- Labbhandledaren kommer att meddela när det återstår 30 min till **stopp**-kommandot.
- Du måste avsluta arbetet omedelbart när **stopp**-kommandot ges. Du måste sluta arbeta eller skriva inom en minut efter att **stopp**-kommandot getts, annars får du noll poäng på det praktiska provet.
- Efter att **Stopp**-kommandot har givits kommer labbhandledaren att signera din svarsblankett.
- Efter att både du och handledaren har signerat, placera då provhäftet i kuvertet och lämna in för poängsättning tillsammans med din produkt och dina tunnskiktskromatografi(TLC)-plattor.

Labbregler och säkerhet

- Du måste bära labbrock och ha den knäppt. Skor måste vara heltäckande.
- Använd alltid labbglasögon eller avsedda synförstärkande labbglasögon när du arbetar i labbet. Använd inte kontaktlinser.
- Du får inte äta eller dricka i labbet. Tuggummi är inte tillåtet.
- Arbeta endast på avsedd plats. Håll din arbetsyta samt gemensamma ytor i ordning och reda.
- Inga icke-godkända experiment är tillåtna. Inga modifikationer av experimenten är tillåtna.
- Pipettera inte med munnen. Använd alltid pipettfyllare.
- Torka upp spill och trasigt glas omedelbart från bänken och golvet.
- Allt avfall måste slängas på korrekt vis för att undvika kontaminering eller skador. Vattenlösningar kan slängas i diskhon. Organiskt avfall måste slängas i den uppmärkta och förslutna flaskan avsett för detta.

Konstanter och formler

In these tasks, we assume the activities of all aqueous species to be well approximated by their respective concentration in mol L^{-1} . To further simplify formulae and expressions, the standard concentration $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ is omitted.

Avogadro's konstant:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Allmänna gaskonstanten:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standardtrycket:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmosfärstryck:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Noll på Celsiusskalan:	273.15 K
Faradays konstant:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowatttimme:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Plancks konstant:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Ljushastigheten i vakuum:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementär laddning:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Electrical power:	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency:	$\eta = P_{\text{obtained}}/P_{\text{applied}}$
Planck-Einstein relation:	$E = hc/\lambda$
Allmänna gaslagen:	$pV = nRT$
Gibbs fria energi:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$

Reaktionskvoten Q för en reaktion
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:

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

Henderson–Hasselbalchs ekvation:

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

Nernst–Petersons ekvation:

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

där Q är reaktionskvoten för en reducerande halvcellsreaktion

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

Lambert-Beers lag:

$$A = \epsilon l c$$

Hastighetslagar i integrerad form:

- Nollte ordningen:

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

- Första ordningen:

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

- Andra ordningen:

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

Halveringstid för en första ordningens reaktion:

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

Number average molmassa M_n :

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

Mass average molmassa M_w :

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

Polydispersitetsindex I_p :

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

OBS!

Enheten för koncentrationen uttrycks i provet som "M" eller "mol/l" eller "mol/dm³":

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol/l}$$

$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol/l}$$

$$1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol/l}$$

Periodiska systemet

1																	18				
1 H 1.008		2											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 -



Definition of GHS 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 vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
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.

Kemikalier

Till alla uppgifter

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
Deionized water in: - Wash bottle (bench) - Plastic bottle (bench) - Plastic canister (hood)	Deionized Water	Not hazardous
Ethanol, in a wash bottle	Ethanol	H225, H319
Sample of white wine, 300 mL in amber plastic bottle	Wine sample	H225, H319

Till uppgift P1

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
4-nitrobenzaldehyde, 1,51 g in amber glass vial	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluent A, 20 ml in glass vial	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 ml in glass vial	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (potassium peroxomonosulfate salt), 7,87 g in plastic bottle	Oxone[®]	H314
Sample of 4-nitrobenzaldehyde for TLC	TLC standard	H317, H319

Till uppgift P2

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
1 M potassium thiocyanate solution, 20 ml in plastic bottle	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M potassium thiocyanate solution, 60 ml in plastic bottle	KSCN 0,00200 M	Not hazardous
1 M perchloric acid solution, 10 ml in plastic bottle	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M iron(III) solution, 80 ml in plastic bottle	Fe(III) 0,00200 M	Not hazardous
0,000200 M iron(III) solution, 80 ml in plastic bottle	Fe(III) 0,000200 M	Not hazardous
0,3% hydrogen peroxide solution, 3 ml in brown plastic bottle	H₂O₂	Not hazardous

Till uppgift P3

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
0,01 M iodine solution, 200 ml in amber glass bottle	I₂	H372
0,03 M sodium thiosulfate solution, 200 ml in plastic bottle	Na₂S₂O₃	Not hazardous
1 M NaOH solution, 55 ml in plastic bottle	NaOH	H290, H314
2,5 M sulfuric acid solution, 80 ml in plastic bottle	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M potassium iodide solution, 25 ml in plastic bottle	KI	H372
Potassium iodate, <i>ca</i> 100 mg (exact mass written on the label), in glass vial	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Starch solution, 25 ml in plastic bottle	Starch	Not hazardous

Equipment**For all problems**

Personal equipment	Quantity
Pipette filler bulb	1
Safety goggles	1
1 L plastic bottle for organic waste, labeled “ Organic waste ”	1
Paper towels	15 sheets
Precision wipers	30 sheets
Spatula (large)	1
Spatula (small)	1
Stopwatch	1
Pencil	1
Eraser	1
Black pen	1
Felt-tip pen for glassware	1
Ruler	1

Shared equipment	Quantity
UV lamp for TLC visualization	2 per lab
Colorimeter	5 per lab
Gloves	All sizes (S, M, L, XL) available upon request to a lab assistant
Ice bucket	1 per lab

For problem P1

Personal equipment	Quantity
Laboratory stand with:	1
- Clamp holder with small clamp	2
- Clamp holder with large clamp	1
Erlenmeyer flask with ground joint, 100 mL	1
Erlenmeyer flask with ground joint, 50 mL	1
Reflux condenser	1
Hotplate stirrer	1
Crystallizing dish	1
Magnetic stirring bar	1
Suction flask	1
Büchner funnel with rubber adapter	1
Zipped bag with 3 pieces of filter paper	1
Petri dish	1
TLC elution chamber, labeled “ TLC elution chamber ”	1
Zipped bag with 3 TLC plates (with fluorescence indicator), labeled with Student Code	1
TLC graduated spotters (in the Petri dish)	4
Plastic tweezers	1
Glass rod	1
Graduated cylinder, 25 mL	1
Beaker, 150 mL	2
Plastic powder funnel	1
Disposable plastic pipette	2

Amber glass vial, for TLC sample, 1.5 mL, with stopper, labeled C and R	2
Pre-weighed amber glass vial, 10 mL, with stopper, labeled with Student Code	1
Magnetic stirring bar retriever	1

For problem P2

Personal equipment	Quantity
Volumetric pipette, 10 mL	1
Graduated pipette, 10 mL	3
Graduated pipette, 5 mL	3
Test tube stand	1
Test tube	15
Test tube stopper	7
Colorimeter cuvette, path length 1.0 cm	2
Beaker, 100 mL	2
Disposable plastic pipette	15

For problem P3

Personal equipment	Quantity
Laboratory stand with burette clamp	1
Burette, 25 mL	1
Glass transfer funnel	1
Erlenmeyer flask, 100 mL	3
Erlenmeyer flask, 250 mL	3
Beaker, 150 mL	1
Beaker, 100 mL	2
Volumetric flask, 100 mL, with stopper	1
Volumetric pipette, 50 mL	1
Volumetric pipette, 25 mL	1
Volumetric pipette, 20 mL	1
Graduated cylinder, 25 mL	1
Graduated cylinder, 10 mL	1
Graduated cylinder, 5 mL	1
Disposable plastic pipette	3
Parafilm	20 sheets

Uppgift P1 13% av totalpoängen	Deluppgift	Utbytte	Renhet	TLC	P1.1	P1.2	Totalt
	Maxpoäng	12	12	8	2	3	37
	Din poäng						

Uppgift P1. Miljövänligare oxidation av nitrobensaldehyd

De senaste decennierna har kemister försökt att ersätta hälso- och miljöfarliga oxidationsreagenser för att minska mängden farligt avfall. I den här uppgiften används kaliumperoxomonosulfat som oxidant eftersom det bara bildas ofarligt sulfatsalt, här i form av Oxone[®]. Dessutom görs reaktionen i en blandning av vatten och etanol som klassas som miljövänliga lösningsmedel.

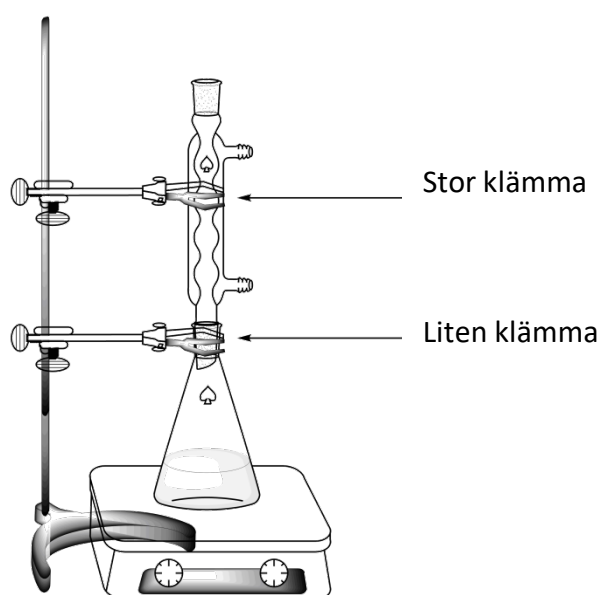
Din uppgift är att utföra en oxidation av 4-nitrobensaldehyd, omkristallisera produkten, jämföra TLC-eluerter (elueringsvätskor) samt att undersöka produktens renhet med TLC.

Notera: Etanolavfall och eluenter måste slängas i flaskan märkt med "Organic waste".

Utförande

I. Oxidation av 4-nitrobensaldehyd

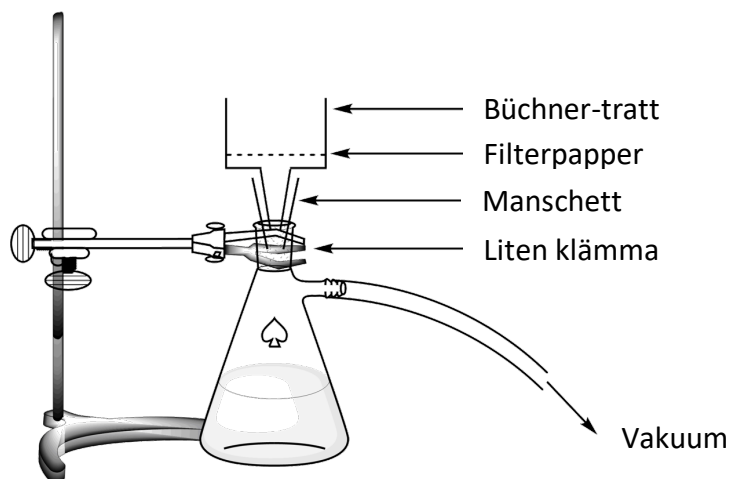
- Blanda** 20 ml vatten och 5 ml etanol.
- Lägg i** magnetloppan i en 100 ml E-kolv med **slipad hals**.
- Överför** (föruppvägt) 1,51 g 4-nitrobensaldehyd till E-kolven. **Tillsätt** all vatten/etanolblandning som nyss förberetts. **Kläm fast** E-kolven i stativet. Påbörja omrörning av blandningen, **tillsätt** sedan (föruppvägt) 7,87 g av Oxone[®].
- Sätt fast** återloppskokaren (kondensorn) genom att först ha den stora klämman lös och justera kopplingen till halsen (se Figur 1). **Räck upp** HELP-kortet. En labbassistent kommer för att sätta på vattnet och kokplattan.
- Värm** reaktionen till försiktig återloppskokning (cirka 1 droppe per sekund) och låt sedan koka i 45 minuter. Markeringen på kokplattan motsvarar den nödvändiga effekten för att erhålla försiktig återloppskokning.



Figur 1. Uppställning för reaktionen med återloppskokning.

6. **Stäng sedan av** värmen på kokplattan. **Ta bort** E-kolven och **låt** reaktionsblandningen svalna i 10 min. **Ställ** E-kolven i kristallisationsskålen fylld med en is- och vattenblandning. **Låt** stå i ytterligare 10 min.

7. **Ställ i ordning** sugfiltreringen (se Figur 2) med Büchner-tratt, filterpapper och en sugkolv som är fastklämd med en liten klämma i stativet. **Räck upp** ditt HELP-kort. En labbassistent kommer och visar hur man kopplar sugkolven till vakuum.



Figur 2. Uppställning för sugfiltrering

8. **Fukta** filterpappret med vatten och **försäkra** dig om att det täcker samtliga hål i Büchnertratten.

9. **Häll** suspensionen av din råprodukt i Büchnertratten och **sätt på** vakuum. **Tvätta** din fasta produkt noggrant med avjonat vatten (minst 4x20 ml)

10. **Låt** luft strömma igenom fällningen i 5 min för att torka produkten. **Stäng av** vakuumkällan. **Använd** en liten spatel för att överföra en spateludd av produkten till en 1,5 ml glasvial **märkt C**. **Förslut** vialen och **spara** den till del III.

11. **Överför** resterande mängd råprodukt till en 50 ml E-kolv med slipad hals.

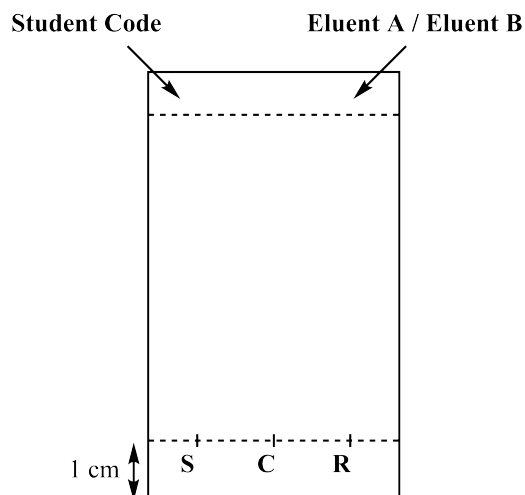
12. Filtratet **slängs** i flaskan märkt med "Organic waste". Sugkolv och Büchnertratt **tvättas** med både etanol och vatten. **Tvättvätskan** med etanol hålls ut i flaskan märkt med "Organic waste".

II. Omkristallisation av produkten

1. **Blanda** 9 ml vatten och 21 ml etanol.
2. **Omkristallisera** råprodukten i en 50 ml E-kolv med slipad hals med en lämplig mängd av vatten/etanol-blandning, genom att använda likadan uppställning som vid återloppskokning (se Figur 1). **Räck upp** ditt HELP-kort. Din labbassistent kommer att sätta på vattnet och ställa in rätt temperatur på kokplattan. **Tillsätt** lösningsmedel via toppen av kondensorn.
3. När produkten har kristalliserats, **används** samma procedur som beskrivs tidigare (I.7 till I.10) för att erhålla fast produkt. **Använd** en liten spatel och överför en spateludd av den omkristalliserade produkten till en 1,5 ml glasvial **märkt R**. **Förslut** vialen och **spara** den till del III.
4. **Överför** den uppenade produkten i en förinvägd vial märkt med din Studentkod. **Förslut** vialen.
5. **Släng** filtratet i flaskan märkt med "Organic waste" och **räck upp** ditt HELP-kort. En labbassistent kommer för att stänga av vattnet till kondensorn.

III. TLC-analys

1. **Förbered elueringskammaren.** **Tillsätt** eluenten A till kammaren till cirka 0,5 cm höjd. Täck över med Petriskålen. Vänta till eluenten har mättat atmosfären i elueringskammaren.
2. **Förbered dina prover.** Du får ett prov med 4-nitrobensaldehyd i en glasvial märkt med **TLC standard** (refereras till som **S** på TLC). Du har också sparat ett prov av din råprodukt (vial **C**) och din omkristalliserade produkt (vial **R**) i två andra glasvialer. **Tillsätt** cirka 1 ml etanol i varje vial för att lösa upp proverna.
3. **Förbered din TLC-platta.** Använd en blyertspenna och **rita** försiktigt startlinjen (1 cm ovanför kanten på plattan) och **markera** positionerna för de 3 proverna. **Märk** dem med **S** (Startmaterial), **C** (Crude, (rå)produkt) och **R** (Recrystallized/omkristalliserad produkt) så som beskrivet i Figur 3. **Skriv** din **studentkod** i översta vänstra hörnet. Överst i högra hörnet, **skriver** du vilka eluenter du har använt (först **Eluent A**, sedan **Eluent B**). **Applicera** de 3 proverna på plattan med hjälp av kapillärrören.



Figur 3. Förberedelse av TLC-plattan

4. **Genomförande av TLC-analysen.** Använd en pincett för att **föra ned** TLC-plattan i elueringskammaren och **täck över** med Petriskålan. **Låt** eluenten **vandra upp till** ca 1 cm nedanför toppen av plattan. Använd en pincett för att **lyfta ur** plattan, markera vätskefronten med en blyertspenna och låt lufttorka.
5. **Framkallning av TLC-plattan.** Placera TLC-plattan under UV-lampan vid den gemensamma bänken. **Rita en cirkel** runt var och en av alla prickar med en blyertspenna.
6. **Släng eluenten (elueringsvätskan) i flaskan märkt med "Organic waste".**
7. **Upprepa** steg 1, 3, 4, 5 och 6 med eluent B.
8. **Lägg** dina TLC-plattor i zippåsen märkt med din studentkod.

Använd nedanstående TLC-scheman för att skissa hur dina resultat ser ut på dina verkliga TLC-plattor. Det kan hjälpa dig att besvara kommande följdfrågor. Dessa TLC-scheman kommer inte poängsättas.

Eluent A	Eluent B
+ + + S C R	+ + + S C R

: Vid slutet av provet kommer labbassistenten att samla in följande:

- Glasvialen märkt med din **studentkod** med din omkristalliserade produkt;
- TLC-plattorna A och B i zippåsen märkt med din **studentkod**.

Inlämnat material		
Omkristalliserad produkt	☐	
TLC-platta A	☐	
TLC-platta B	☐	
Signaturer		
Student	_____	_____
	Student	Lab Supervisor

Uppgifter

1. **Föreslå** en struktur för produkten som bildas i reaktionen mellan 4-nitrobenzaldehyd och Oxone[®].

2. Baserat på dina resultat av TLC-analysen, **besvara** följande frågor.

- Vilken eluent är det bästa alternativet för att följa reaktionsförloppet?

☐ **A** ☐ **B**

- Råprodukten (C) innehåller spår av 4-nitrobenzaldehyd.

☐ **Sant** ☐ **Falskt**

- Den omkristalliserade produkten (R) innehåller spår av 4-nitrobenzaldehyd.

☐ **Sant** ☐ **Falskt**

Uppgift P2 14% av totalpoängen	Deluppgift	Kalibrering	Järn bestämning	P2.1	P2.2	P2.3	Stökiometri- bestämning	P2.4	P2.5	Totalt
	Maxpoäng	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Din Poäng									

Uppgift P2. Vinets ”järnålder”

Järn är ett grundämne som förekommer naturligt i vin. När koncentrationen överstiger 10 till 15 mg per liter, kan oxidation av järn(II) till järn(III) medföra att vinets kvalitet försämras, eftersom det bildas en fällning. Det är därför nödvändigt att bestämma järninnehållet vid vinproduktion.

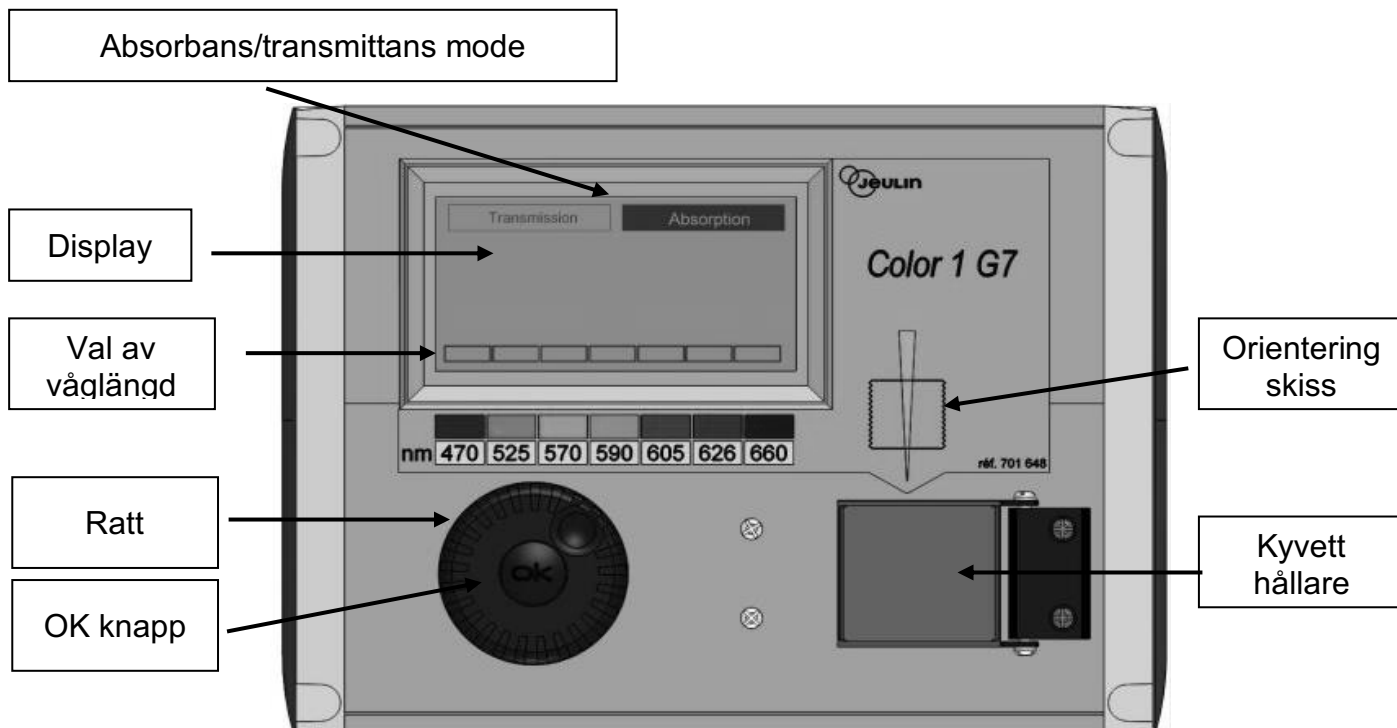
Vid låg koncentration av järnföreningar, kan ett färgat komplex av järn(III) med tiocyanat, SCN^- , som ligand, användas för bestämning av järnhalten genom spektroskopisk mätning.

Din uppgift är att bestämma totalkoncentrationen järn i ett prov med vitt vin med hjälp av spektrofotometri, samt att bestämma stökiometrin för tiocyanat – järn(III) komplexet.

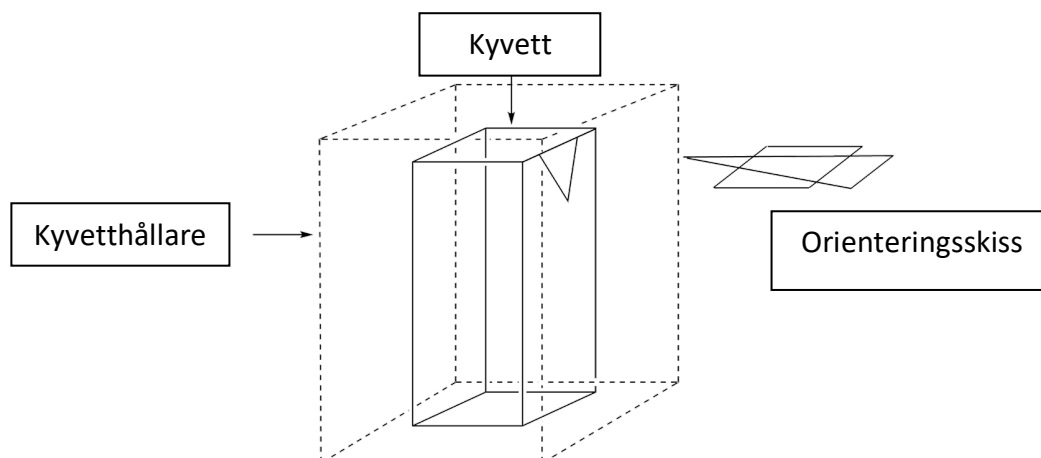
VARNING

- I denna uppgift får du ut två järn(III)-lösningar och två kaliumtiocyanat-lösningar med olika koncentrationer. Se upp så att du inte förväxlar dem.
- När en lösning är färdigberedd för spektroskopisk mätning, ska du inte vänta mer än en timme efter tillsats av tiocyanat innan du mäter absorbansen.
- Håll upp ditt HELP-kort när du behöver använda en kolorimeter. En labbassistent kommer att tilldela dig en uppmärkt kolorimeter. Denna kolorimeter är sedan reserverad för dig upp till 15 minuter. När 15 minuter har gått, eller om du är färdig tidigare, kommer assistenten att be dig lämna instrumentet. Om ingen kolorimeter finns tillgänglig precis när du behöver den, kommer du att sättas upp på en väntelista.
- Instruktioner för hur kolorimetern används finns på nästa sida.
- Du kan bara begära att få använda en kolorimeter vid TRE tillfällen.

Bruksanvisning för kolorimetern



- Koppla in kolorimetern.
- Kontrollera att "Absorbans" är valt i displayen. Om inte, vrid på ratten tills en streckad ram dyker upp kring "Absorbans" och tryck sedan på OK knappen.
- Vrid på ratten till dess att en streckad linje dyker upp kring den önskade våglängden (470 nm). Tryck på OK-knappen.
- Placera kyvetten fylld till *ca* 3 cm höjd med blanklösning i kyvetthållaren. Var noga med att sätta den i rätt riktning (titta på orienteringsskissen på kolorimetern, ljusstrålen är riktad i den gula pilens riktning, se figuren nedan), och att trycka kyvetten hela vägen ned i kyvetthållaren. Stäng locket.
- Vrid på ratten till dess att en streckad linje dyker upp kring "Absorbans" och tryck sedan på OK-knappen. Använd ratten för att välja "Calibration" och tryck sedan på OK-knappen.
- Vänta tills displayen visar 0.00 (eller -0.00).
- Placera kyvetten, fylld till *ca* 3 cm höjd med den lösning du ska mäta på, i kyvetthållaren. Stäng locket.
- Avläs värdet på absorbansen.



I. Bestämning av järninnehållet i vin

I denna del ska du använda 0,000200 M järn(III) lösning och 1 M kaliumtiocyanat lösning.

Utförande

- Gör i ordning** 6 provrör genom att tillsätta de volymer av lösningar som framgår av tabellen nedan. Den totala volymen kan anses vara lika med summan av de tillsatta volymerna.

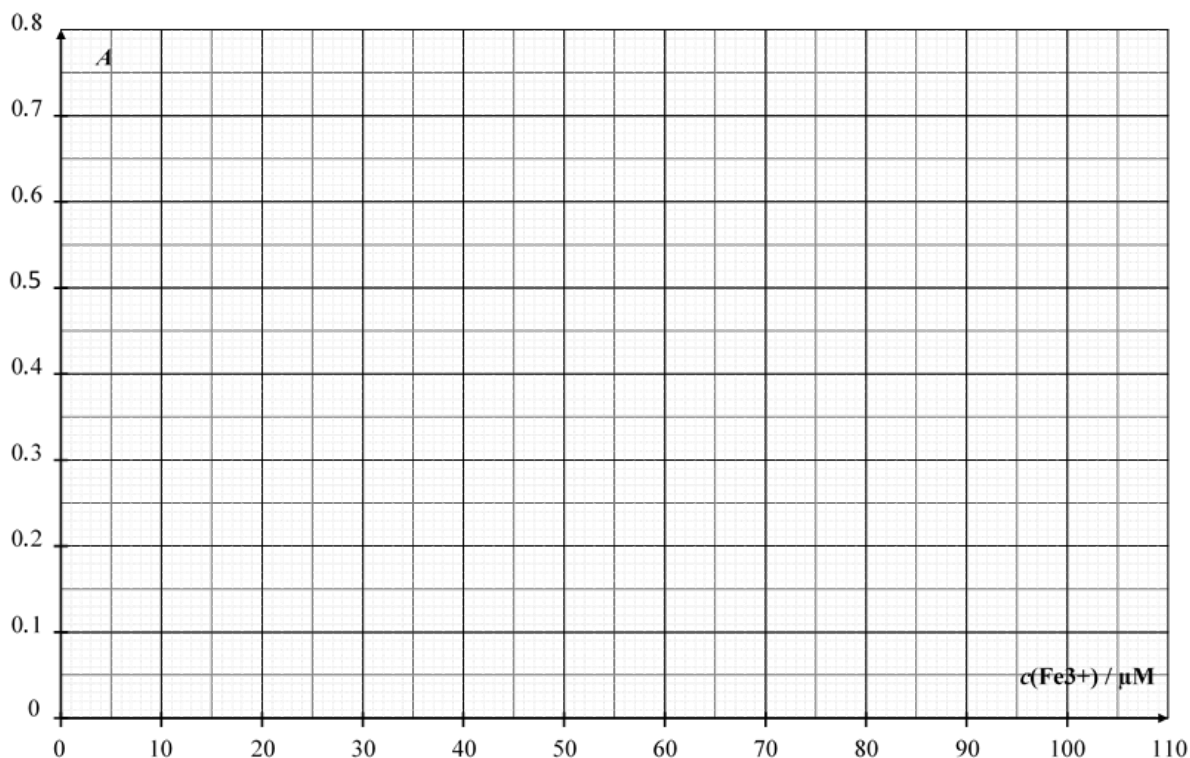
Provrör nummer	1	2	3	4	5	6
0,000200 mol/dm ³ järn(III)-lösning	1,0 ml	2,0 ml	4,0 ml	6,0 ml		
1 mol/dm ³ perklorosyralösning	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml
Vin					10,0 ml	10,0 ml
Väteperoxidlösning					0,5 ml	0,5 ml
Avjonat vatten	9,5 ml	8,5 ml	6,5 ml	4,5 ml		1,0 ml

- Sätt **en kork** i alla provrören och skaka så att blandningarna blir **homogena**.
- Tillsätt** 1,0 ml 1 mol/dm³ kaliumtiocyanatlösning i provrör **1, 2, 3, 4** och **5**. Gör ingen tillsats i provrör **6**. Sätt i **korken** igen och **homogenisera**.
- När alla provrören är färdiga **håller du upp** ditt HELP-kort för att bli tilldelad en kolorimeter av labbassistenten.
- Förbered** kolorimetern så som det är beskrivit tidigare (se sidan 17). **Ställ in** våglängden på 470 nm. **Använd** avjonat vatten för blankprovet.
- Avläs** absorbansen för varje provrör (**1 till 6**) vid denna våglängd. **Skriv ner** resultatet i tabellen nedan. **Håll upp** ditt HELP-kort när du är färdig med dina mätningar.

Provrör nummer	1	2	3	4	5	6
Absorbans (vid 470 nm)						
Analytisk koncentration av Fe ³⁺ i provröret c(Fe ³⁺) (μmol/dm ³)	16	32	64	96		
Kolorimeterkod						

Frågor

1. **Plotta** uppmätta absorptionsvärden, A , för lösningarna i provrören **1** till **4** som funktion av den analytiska koncentrationen av Fe^{3+} i provröret.



- Sätt ett kryss för de absorptionsvärden som du väljer att använda för din kalibreringskurva.

Provrör nummer	1	2	3	4
Absorptionsvärden som du väljer att använda till kalibreringskurvan.				

2. Rita in en linjär kalibreringskurva i diagrammet ovan där du tar hänsyn de mätpunkter du valt att använda. Bestäm sedan den analytiska koncentrationen (i $\mu\text{mol/l}$) av Fe^{3+} i provrör **5**.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{PROVRÖR 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol/dm}^3$$

Om du inte kunde beräkna $c(\text{Fe}^{3+})$, kan du använda värdet $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol/dm}^3$ i resten av uppgiften..

3. **Beräkna** masshalten, i mg per liter, av järn i det vita vin du har analyserat.

$$c_m(\text{järn}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

II. Bestämning av komplexets stökiometri

I denna deluppgift ska du använda 0,00200 mol/dm³ järn(III)-lösning och 0,00200 mol/dm³ kaliumtiocyanatlösning.

Utförande

I deluppgift I, utnyttjade vi färgen på järn(III)-tiocyanatkomplexet för att bestämma koncentrationen järn i vin. I deluppgift II ska du bestämma stökiometrin för komplexet $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (koordinerat vatten anges inte), där a och b är heltal inte större än 3.

Du har fått följande vattenlösningar för denna del:

- 0,00200 mol/dm³ järn(III) lösning (redan surgjord) (80 ml)
- 0,00200 mol/dm³ kaliumtiocyanatlösning (80 ml)

Du har också provrör (med korkar som du kan tvätta och torka), mätpipetter, spektrofotometerkyvetter, en kolorimeter (på förfrågan), och all annan labutrustning på din bänk som du kan använda.

1. **Fyll** i de tre första raderna av nedanstående tabell med lämpliga volymer som tillåter dig att bestämma stökiometrin på komplexet genom spektrofotometriska mätningar. *Du behöver inte fylla i alla kolumner.* **Beräkna** molbråket av järn(III) i varje provrör, genom att använda följande formel.

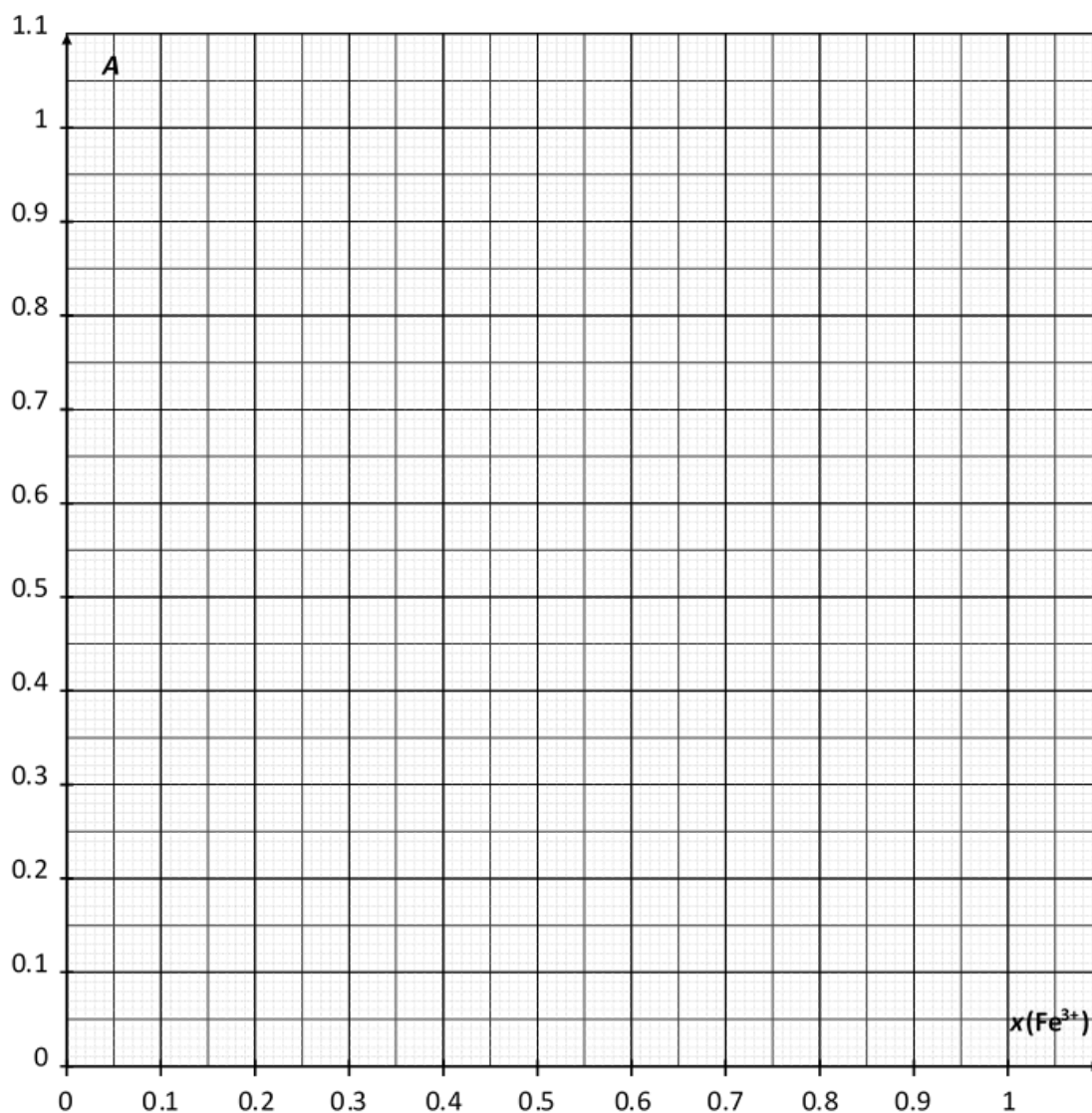
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

Provrör nummer	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volymen 0,00200 mol/dm ³ järn(III)-lösning, $V_{\text{Fe(III)}} \text{ (ml)}$									
Volymen 0,00200 mol/dm ³ kaliumtiocyanatlösning, $V_{\text{SCN}^-} \text{ (ml)}$									
Molbråk av järn(III), $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbans (vid 470 nm)									
Kolorimeterkod									

2. **Gör i ordning alla provrör. Räck upp** ditt HELP-kort när provrören är klara för att bli tilldelad en kolorimeter av en labbassistent.
3. **Förbered** kolorimetern så som det är beskrivit tidigare (se sidan 17). **Ställ in** våglängden på 470 nm. **Använd** avjonat vatten för blankprovet.
4. **Avläs** absorbansen på varje provrör. **Skriv ner** resultatet i tabellen ovan.

Uppgifter

5. **Plotta** absorbansen, A , på provrörlösningarna som funktion av molbråket av järn(III), $x(\text{Fe}^{3+})$.



6. Bestäm stökiometrin på komplexet $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ med utgångspunkt från de experiment du gjort.

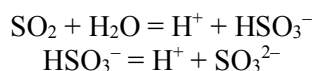
$a =$ _____

$b =$ _____

Uppgift P3	Deluppgift	Titring I	Titring II	Titring III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Totalt
13% av totalpoängen	Maxpoäng	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Din poäng									

Uppgift P3. Lagring av vin

Svaveldioxid, SO_2 , används som konserveringsmedel i vin. När man tillsätter SO_2 till vinet kan det reagera med vatten och då bildas vätesulfitjoner, HSO_3^- och vätejoner, H^+ . Vid protolys av vätesulfit bildas sulfitjoner, SO_3^{2-} , när en andra vätejon avges.



Dessa tre olika former av svaveldioxid i vatten kan reagera med kemikalier i vinet t.ex. acetaldehyd, färgämnen, sockerarter, m.fl. och bilda nya produkter P. Totalhalten av svaveldioxid är summan av koncentrationerna svavelföreningar (SO_2 , HSO_3^- och SO_3^{2-}) och P.

Det finns regler för hur mycket konserveringsmedel som vin får innehålla eftersom en del personer är överkänsliga för svaveldioxid och sulfiter. Inom EU är de maximalt tillåtna halterna svaveldioxid i vin, 100 mg/l för rött vin och 150 mg/l för vitt vin och rosévin.

Din uppgift är att bestämma totalhalten svaveldioxid i ett prov med vitt vin med jodometrisk titrering.

Utförande

I. Standardisering (ställning) av en natriumtiosulfatlösning

- Du har fått ett prov med *ca* 100 mg ren kaliumjodat KIO_3 . Den exakta massan står på vialens etikett. **Skriv in** ditt provs massa i tabellen nedan.
- Bered** 100 ml kaliumjodatlösning i en 100 ml mätkolv. Använd allt fast kaliumjodat du fått och lös det i avjonat vatten. Denna lösning kallas S.
- I en 100 ml E-kolv **tillsätts**:
 - 20 ml av lösning S med vollpipett,
 - 5 ml kaliumjodidlösning ($0,5 \text{ mol/dm}^3$), med en 5 ml graderad mätcylinder,
 - 10 ml svavelsyralösning ($2,5 \text{ mol/dm}^3$) med en 10 ml graderad mätcylinder.
- Snurra** på E-kolven så allt blandas, **täck** mynningen med parafilm och låt E-kolven stå i skåpet i minst 5 minuter.
- Fyll upp** byretten med tiosulfatlösningen du fått. Använd en bägare. **Titra** innehållet i E-kolven under konstant omrörning. När lösningen fått en ljusgul färg **tillsätts** 10 droppar stärkelselösning. **Fortsätt titra** tills lösningen blir färglös. Anteckna förbrukad volym V_1 .
- Upprepa** vid behov proceduren (steg 3-5).

Massa kaliumjodat (läs av värdet på din provburksetikett)	
Analys nr	V_1 (ml)
1	
2	
3	
Ditt valda värde V_1 (ml)	

II. Standardisering (ställning) av jodlösning

1. **Överför** 25 ml jodlösning från flaskan med etiketten **I₂** med hjälp av en 25 ml vollpipett till en 100 ml E-kolv.
2. **Titra** innehållet i E-kolven med natriumtiosulfatlösningen. När lösningen får en ljusgul färgton **tillsätts** 10 droppar stärkelselösning. **Fortsätt titra** tills lösningen blir färglös. **Anteckna** förbrukad titreringsvolym V_2 .
3. **Upprepa** vid behov proceduren (steg 1-2).

Analys nr	V_2 (ml)
1	
2	
3	
Ditt valda värde V_2 (ml)	

III. Bestämning av totalhalten svaveldioxid

1. **Överför** 50 ml vin med en vollpipett till en 250 ml E-kolv.
2. **Tillsätt** 12 ml natriumhydroxidlösning (1 mol/dm^3), med en 25 ml mätcylinder. **Täck** E-kolven med Parafilm, **snurra runt** innehållet och låt den E-kolven stå i minst 20 minuter.
3. **Tillsätt** 5 ml svavelsyralösning ($2,5 \text{ mol/dm}^3$), och *ca* 2 ml stärkelselösning. Använd graderade plastpipetter.
4. **Titrera** innehållet i E-kolven med jodlösning från byretten tills det att en mörk färg visar sig som blir kvar i minst 15 sekunder. **Anteckna** förbrukad titreringsvolym V_3 .
5. **Upprepa** vid behov proceduren (steg 1-4).

Analys nr	V_3 (ml)
1	
2	
3	
Ditt valda värde V_3 (ml)	

Frågor

1. **Skriv** balanserade reaktionsformler för samtliga reaktioner som sker när man standardiserar (ställer) natriumtiosulfatlösningen.

2. **Bestäm** natriumtiosulfatlösningens koncentration. Molmassan för kaliumjodat är $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g/mol}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol/dm}^3$

Om du inte kan bestämma $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, kan du använda värdet $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol/dm}^3$ under de fortsatta beräkningarna i uppgiften.

3. **Bestäm** jodlösningens koncentration.

$$c(\text{I}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol/dm}^3$$

Om du inte kan räkna ut ett värde på $c(\text{I}_2)$, kan du använda $c(\text{I}_2) = 0.00700 \text{ mol/dm}^3$ under resten av beräkningen.

4. **Skriv** reaktionsformeln för reaktionen mellan jod I_2 och svaveldioxid SO_2 . Antag att all svaveldioxid oxideras till sulfatjoner, SO_4^{2-} .

5. **Bestäm** masskoncentrationen svaveldioxid i vinet, i mg per liter. Svaveldioxids molmassa är $M(\text{SO}_2) = 64,1 \text{ g/mol}$.

$$c_m(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

Bestraffningar

Incident #	Studentsignatur	Lab supervisor signature
1 (inga straffpoäng)		
2		
3		
4		
5		