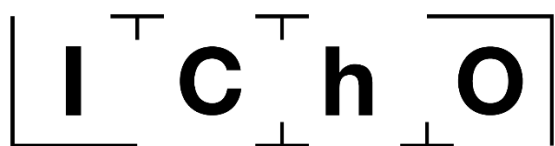


PRAKTISK PRØVE



**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

Almene instruktioner

- Dette opgavehæfte til praktisk prøve indeholder 27 sider.
- Inden selve den praktiske prøve begynder vil du høre ”Read” kommandoen. Du har så 15 minutter til at gennemlæse opgavehæftet. Du må kun læse i den tid; **Altså ikke skrive noget ned eller anvende lommeregneren.**
- Du må starte dit arbejde, så snart ”Start” kommandoen bliver givet. Du har herfra **5 timer** til at løse opgaverne.
- Det anbefales, at man starter med opgave ”P1”, men herefter behøver man ikke løse dem i rækkefølge.
- Alle resultater og svar skal skrives tydeligt med **kuglepen og kun i de dertil beregnede bokse på svararket**. Svar skrevet udenfor boksene bliver **IKKE** bedømt.
- Hvis du har brug for kladdepapir så anvend bagsiderne i opgavehæftet. **HUSK nu at svar skrevet udenfor boksene ikke bliver bedømt.**
- Du kan anmode om at låne den officielle engelske udgave af opgavehæftet, hvis du ikke forstår vores oversættelse.
- Hvis du har behov for at forlade laboratoriet (for at komme på potten eller for at få noget at drikke eller spise), så vis det rigtige kort. En lab-babysitter vil da følge dig ud.
- Du må ikke anvende hylderne oven over selve laboratoriebordet (hvis der er nogen).
- Du **skal følge sikkerhedsreglerne** som er givet i IChO reglerne. Hvis du overtræder sikkerhedsreglerne, vil du få en advarsel af babysitteren. Hvis du overtræder sikkerhedsreglerne for anden gang så bliver du udvist, og du får nul point for den praktiske prøve.
- Kemikalier og glasudstyr vil med mindre andet er sagt blive genopfyldt eller erstattet første gang, uden det koster noget. Hvis du skal bruge mere af noget, vil det koste dig 1 point af de 40 points, der er i den praktiske prøve, for hver ting.
- Som en service vil babysitteren sige, når der er 30 minutter tilbage.
- Du skal standse dit arbejde, så snart du hører ”Stop” kommandoen. Hvis du ikke standser, inden der er gået et minut, så mister du alle 40 points fra den praktiske prøve.
- Efter ”Stop” kommandoen lyder, vil babysitteren komme hen til dig og underskrive dit svarark.
- Når babysitteren og du har skrevet under, skal du komme opgavehæftet i kuerten sammen med dit produkt og dine TLC-plader og give det til bedømmelse.

Laboratorieregler og sikkerhed

- Du skal bære kittel, og den skal være knappet til. Dine sko skal naturligvis være lukkede.
- Du skal have sikkerhedsbriller eller dine egne briller på hele tiden, når du er i laboratoriet.
- Du må ikke bære kontaktlinser.
- Du må ikke spise eller drikke i laboratoriet. Tyggegummi er ikke tilladt.
- Du skal holde dig til dit område. Hold orden på dit område og de fælles områder.
- Du må kun udføre de givne eksperimenter.
- Altså ikke noget med at finde på dine egne eksperimenter.
- Pipetter fyldes ved hjælp af en pipettebold.
- Hvis du spilder eller ødelægger glasudstyr, så tør op /saml op enten fra dit bord eller gulvet.
- Al affald skal bortskaffes på en ordentlig måde for at undgå forurening eller ulykker. Vandige opløsninger kan hældes i vasken. Organisk affald skal kommes i dertil beregnede beholdere med låg.

Fysiske konstanter og ligninger

Avogadros konstant:

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Gaskonstanten:

$$R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Standard tryk:

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Atmosfærisk tryk:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Nulpunkt for Celsius skalaen:

$$273,15 \text{ K}$$

Faradays konstant:

$$F = 9,649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

Watt:

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

Kilowatttimer:

$$1 \text{ kWh} = 3,6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Plancks konstant:

$$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Lysets hastighed i vacuum:

$$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

Elementarladningen:

$$e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Elektrisk effekt:

$$P = \Delta E \times I$$

Nyttevirkning:

$$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$$

Planck-Einstein relation:

$$E = hc/\lambda$$

Idealgas ligningen:

$$pV = nRT$$

Gibbs fri energi:

$$G = H - TS$$

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

$$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$$

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$$

Reaktionsbrøken Q for 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–Hasselbalch ligningen:

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

Nernst–Peterson ligningen:

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

hvor Q er reaktionsbrøken for reduktion-reaktionen

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

Lambert-Beers lov:

$$A = \epsilon l c$$

Integrerede hastighedsudtryk:

- Nulte orden:

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

- Første orden:

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

- Anden orden:

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

Halveringstiden for en første ordens reaktion:

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

Number average molære masse M_n :

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

Mass average molære masse M_w :

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

Polydispersitet indeks I_p :

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

NoteEnheden for molær koncentration er enten “M” eller “mol L⁻¹”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1}$$

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

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

Det periodiske system

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

Fælles for alle opgaver

Kemikalier	Mærket med	GHS hazard statements
Demineraliseret vand i: - Spøjteflaske (bordet) - Plastiskflaske (bordet) - Plastikbeholder (stinkskaab)	Deionized Water	Not hazardous
Ethanol, i en sprøjteflaske	Ethanol	H225, H319
En portion af en hvidvin, 300 mL i en ravfarvet plastikflaske	Wine sample	H225, H319

Til opgave P1

Kemikalier	Mærket med	GHS hazard statements
4-nitrobenzaldehyd, 1,51 g i en ravfarvet glas vial	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Løbevæske A, 20 mL i en glas vial	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Løbevæske B, 20 mL i en glas vial	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (kaliumperoxomonosulfat salt), 7,87 g i plastikflaske	Oxone[®]	H314
Portion af 4-nitrobenzaldehyd til TLC	TLC standard	H317, H319

Til opgave P2

Kemikalier	Mærket med	GHS hazard statements
1 M kaliumthiocyanat-opløsning, 20 mL i plastikflaske	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M kaliumthiocyanat-opløsning, 60 mL i plastikflaske	KSCN 0.00200 M	Not hazardous
1 M perchlorsyre-opløsning, 10 mL i plastikflaske	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M jern(III)-opløsning, 80 mL i plastikflaske	Fe(III) 0.00200 M	Not hazardous
0,000200 M jern(III)-opløsning, 80 mL i plastikflaske	Fe(III) 0.000200 M	Not hazardous
0,3% hydrogenperoxid-opløsning, 3 mL i ravfarvet glasflaske	H₂O₂	Not hazardous

Til opgave P3

Kemikalier	Mærket med	GHS hazard statements
0,01 M iod-opløsning, 200 mL i brun plastikflaske	I_2	H372
0,03 M natriumthiosulfat-opløsning, 200 mL i plastikflaske	$Na_2S_2O_3$	Not hazardous
1 M NaOH-opløsning, 55 mL i plastikflaske	$NaOH$	H290, H314
2,5 M svovlsyre-opløsning, 80 mL i plastikflaske	H_2SO_4	H290, H315, H319
0,5 M kaliumiodid-opløsning, 25 mL i plastikflaske	KI	H372
Kaliumiodat, <i>ca.</i> 100 mg (den præcise masse er anført på glasset), i en glas vial	KIO_3	H272, H315, H319, H335
Stivelses-opløsning, 25 mL i plastikflaske	Starch	Not hazardous

Udstyr**Fælles for alle opgaver**

Eget udstyr	Antal
Pipettepumpe	1
Sikkerhedsbriller	1
1 L plastikflaske til organisk affald, mærket “ Organic waste ”	1
Papirservietter	15 stk.
Præcision servietter	30 stk.
Spatel (stor)	1
Spatel (lille)	1
Stopur	1
Blyant	1
Viskelæder	1
Sort kuglepen	1
Tusch til at skrive på glas	1
Lineal	1

Fælles udstyr	Antal
UV lampe til TLC visualisering	2 per laboratorium
Spektrofotometer	5 per laboratorium
Engangshandsker	Alle størrelser (S, M, L, XL) kan fås ved anmodning til babysitteren
Isspand	1 per laboratorium

Til opgave P1

Eget udstyr	Antal
Laboratoriestativ:	1
- Muffe med lille klo	2
- Muffe med stor klo	1
Konisk kolbe med slib, 100 mL	1
Konisk kolbe med slib, 50 mL	1
Tilbagesvaler	1
Varmeplade med omrøring	1
Krystalliseringsskål	1
Omrøremagnet	1
Sugekolbe	1
Büchnertragt med gummikonus	1
Lynlåspose med 3 stk. filterpapir	1
Petriskål	1
TLC kammer, mærket “ TLC elution chamber ”	1
Lynlåspose med 3 TLC plader (med fluorescence indikator), mærket med ”Student Code”	1
TLC kapillærrør (i Petriskålen)	4
Plastik pincet	1
Glassstang	1
Måleglas, 25 mL	1
Bægerglas, 150 mL	2
Pulver plastiktragt	1
Engangsplastikpipetter	2

Ravfarvet glas vial, til TLC prøve, 1,5 mL, med prop, mærket C og R	2
Præ-vejjet ravfarvet glas vial, 10 mL, med prop, mærket med " Student Code "	1
Magnetfisker	1

Til opgave P2

Eget udstyr	Antal
Fuldpipette, 10 mL	1
Målepipette, 10 mL	3
Målepipette, 5 mL	3
Reagensglasstativ	1
Reagensglas	15
Propper	7
Kuvetter, lysvej 1,0 cm	2
Bægerglas, 100 mL	2
Engangsplastikpipetter	15

Til opgave P3

Eget udstyr	Antal
Laboratoriestativ med buretteholder	1
Burette, 25 mL	1
Glastragt	1
Konisk kolbe, 100 mL	3
Konisk kolbe, 250 mL	3
Bægerglas, 150 mL	1
Bægerglas, 100 mL	2
Målekolbe, 100 mL, med prop	1
Fuldpipette, 50 mL	1
Fuldpipette, 25 mL	1
Fuldpipette, 20 mL	1
Måleglas, 25 mL	1
Måleglas, 10 mL	1
Måleglas, 5 mL	1
Engangsplastikpipetter	3
Parafilm	20 stk.

Opgave P1 13% af totalen	Spg.	Udbytte	Renhed	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Point	12	12	8	2	3	37
	Score						

Opgave P1. En grønnere oxidation af nitrobenzaldehyd

I de sidste årtier har kemikere forsøgt at erstatte skadelige reagenser i oxidationsprocesser for at begrænse mængden af farligt affald. I denne opgave benyttes kaliumperoxomonosulfat som oxidationsmiddel, da det kun producerer harmløse sulfatsalte, der ikke forurener. Det udleveres her som Oxone[®].

Desuden udføres reaktionen i en blanding af vand og ethanol, der er klassificeret som grønne solventer.

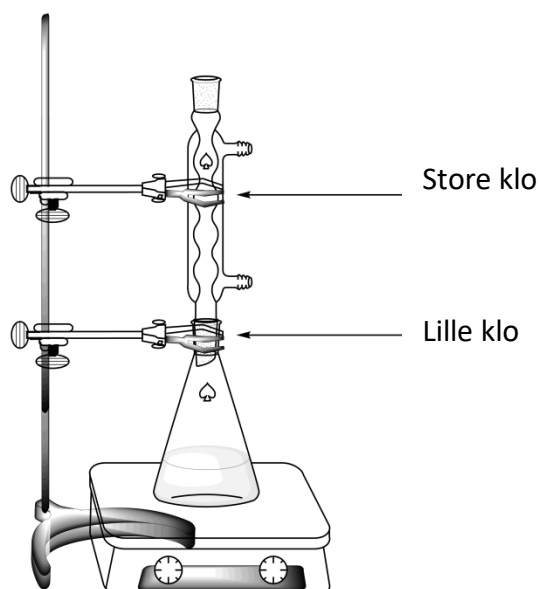
Din opgave er at udføre oxidationen af 4-nitrobenzaldehyd, omkrystallisere produktet, sammenligne eluenter og tjekke renheden vha. TLC.

OBS: Ethanol og eluent affald skal i "Organic waste" flasken.

Fremgangsmåde

I. Oxidation af 4-nitrobenzaldehyd

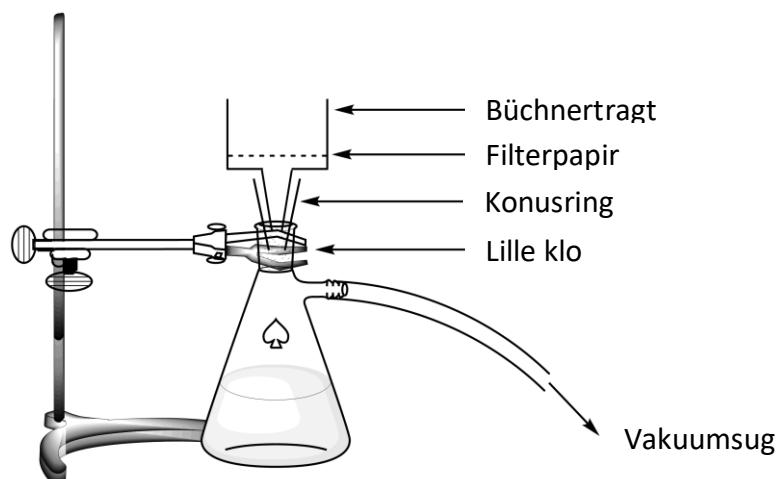
- Bland** 20 mL vand og 5 mL ethanol.
- Put** magneten i den 100 mL koniske kolbe **med slib**.
- Overfør** de udleverede 1.51 g 4-nitrobenzaldehyd til den koniske kolbe. **Tilsæt** hele vand/ethanol blandingen. **Fastgør** den koniske kolbe i en klo. **Start omrøring** af blandingen. **Tilsæt** de udleverede 7.87 g Oxone[®].
- Tilslut** tilbagesvaler ('reflux condenser') ved at løsne den store klo (se Figur 1). **Ræk** dit HELP kort i vejret og få en lab-babysitter til at komme og tænde for vandet og varmepladen.
- Opvarm** reaktionsblandingen til mild reflux (ca. 1 dråbe i sekundet) i 45 minutter. Mærket på varmepladen burde svare til mild reflux.



Figur 1. Opstilling til at varme reaktionsblandingen til reflux

6. **Sluk** for varmen. **Fjern** varmepladen og lad reaktionsblandingen **afkøle** i 10 minutter. **Anbring** den efterfølgende i krystallisationsskålen fyldt med en is-vand blanding. **Lad den stå** i yderligere 10 minutter.

7. **Gør klar** til sugefiltrering (se Figur 2) med en Büchnertragt, filtreringspapir og en sugeflaske, der er fæstnet til stativet med en lille klo. **Ræk** dit HELP kort i vejret. En babysitter skal komme og vise dig hvordan du forbinder sugeflasken til vakuumsuget.



Figur 2. Opstilling til sugefiltrering

8. **Gør** filterpapiret vådt, og **sørg for**, at det dækker alle huller i Büchnertragten.

9. **Hæld** suspensionen af råproduktet over i Büchnertragten, og **start** vakuumsuget. **Vask** det faste stof grundigt med demineraliseret vand (mindst 4×20 mL).

10. **Lad** bundfaldet stå på suget i 5 minutter for at for-tørre produktet. **Frakobl** vakuumsuget. **Brug** den lille spatel til at overføre en spatelspids af produktet til den mørke 1.5 mL glasvial, **kaldet C** på etiketten. **Luk** vialen, og **gem** den til del III.

11. **Overfør** resten af det faste stof til den 50 mL koniske kolbe med slib.

12. **Kasser** filtratet i "Organic waste" flasken og **vask** både sugekolben og Büchnertragten med ethanol og vand. **Brug** "Organic waste" flasken til at kassere ethanol affald.

II. Omkrystallisering af produktet

1. **Bland** 9 mL vand og 21 mL ethanol.

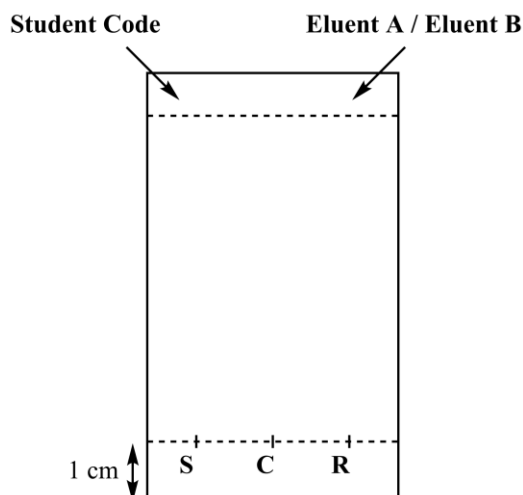
2. **Udfør** omkrystallisering af råproduktet. Brug den 50 mL koniske kolbe med slib og en passende mængde vand/ethanol blanding. Brug samme opstilling som til reflux opvarmningen (se Figur 1). **Ræk** dit HELP kort i vejret. En babysitter skal komme og tænde vandet (hvis det ikke allerede er tændt) og varmepladen **Tilsæt** solvent i toppen af tilbagesvaleren, hvis der er behov for det.

3. Når produktet er omkrystalliseret, **brug** samme fremgangsmåde som beskrevet tidligere (afsnit I.7 til I.10) til at opsamle det faste stof. **Brug** den lille spatel til at overføre en spatelspids af det omkrystalliserede produkt til den mørke 1,5 mL glasvial, **kaldet R** på etiketten. **Luk** vialen og **gem** den til del III.

4. **Overfør** det oprensede faste stof til den for-afvejede vial med din 'Student Code' på etiketten. **Luk** vialen.
5. **Kasser** filtratet i "Organic waste" flasken og **ræk** dit HELP kort i vejret. En babysitter skal komme og slukke for vandet i tilbagesvaler.

III. TLC-analyse

1. **Klargør** elueringskammeret. **Fyld** kammeret ca. 0,5 cm op med eluent A. Dæk det til med en petriskål. **Vent**, indtil eluenten har mættet luften inde i elueringskammeret.
2. **Klargør** dine prøver. Du har fået udleveret en lille smule 4-nitrobenzaldehyd i en mørk glasvial markeret med 'TLC standard' (kaldet **S** på TLC-pladen). Du har også gemt en smule af dit råprodukt (vial **C**) og dit omkrystalliserede produkt (vial **R**) i to andre mørke glasvials. **Tilsæt** ca. 1 mL ethanol til hver glasvial, og opløs prøverne.
3. **Klargør** din TLC-plade. Brug en blyant til forsigtigt at **tegne** startlinjen (1 cm fra bunden af pladen), og **marker** tre steder på linjen, hvor du vil spotte de tre prøver. **Navngiv** dem **S** (startmateriale/'Starting material'), **C** (råprodukt/'Crude product') og **R** (omkrystalliseret produkt/'Recrystallized product'), som vist i Figur 3. **Skriv** din 'Student Code' i øverste venstre hjørne. **Skriv**, hvilken eluent du bruger (først **Eluent A**, derefter **Eluent B**) i øverste højre hjørne. **Spot** de tre prøver på pladen vha. kapillarrør.



Figur 3. TLC-plade

4. **Udfør** TLC-analysen. Brug pincetten til at **anbringe** TLC-pladen i elueringskammeret, og **dæk** kammeret med petriskålen. **Vent**, indtil eluenten er ca. 1 cm fra toppen af pladen. Brug pincetten til at **fjerne** pladen, brug en blyant til at markere, hvor eluenten nåede til, og lad pladen lufttørre.
5. **Visualiser** TLC-pladen. **Placer** TLC-pladen under én af de fælles UV-lamper. Brug en blyant til at **tegne** en cirkel rundt om alle pletterne på pladen.
6. **Hæld** eluenten fra kammeret ned i 'Organic waste' flasken.
7. **Gentag** trin 1, 3, 4, 5 og 6 med eluent B.
8. **Placer** dine plader i posen med din 'Student Code', og luk posen.

Nedenfor kan du tegne en skitse af resultaterne fra din TLC-analyse, hvilket måske kan hjælpe dig med at besvare spørgsmålene på næste side. Skitserne bliver ikke rettet og giver ikke point.

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

Når prøven er færdig, henter din lab-babysitter følgende ting:

- Glasvial markeret med din **Student Code**, som forhåbentligt indeholder dit omkrystalliserede produkt.
- TLC-plade A og B i en lukket pose markeret med din '**Student Code**'.

Submitted items		
Recrystallized product	☐	
TLC plate A	☐	
TLC plate B	☐	
Signatures Student Lab Supervisor		

Spørgsmål

1. **Tegn** strukturen af det endelige organiske produkt fra reaktionen mellem 4-nitrobenzaldehyd and Oxone[®].

2. Baseret på dine egne resultater fra TLC-analysen, **besvar** følgende spørgsmål.

- Hvilken eluent er bedst, hvis man vil holde øje med reaktionen?

☐ **A** ☐ **B**

- Råproduktet (C) indeholder spor af 4-nitrobenzaldehyd.

☐ **Ja** ☐ **Nej**

- Det omkrystalliserede produkt (R) indeholder spor af 4-nitrobenzaldehyd.

☐ **Ja** ☐ **Nej**

Opgave P2 14% af totalen	Spg.	Kalibrering	Bestemmelse af jern	P2.1	P2.2	P2.3	Bestemmelse af støkiometri	P2.4	P2.5	Total
	Point	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Score									

Opgave P2. Vinens jernalder

Jern kan naturligt være tilstede i vin. Når koncentrationen af jern overstiger 10-15 mg/L, kan oxidation af jern(II) til jern(III) føre til kvalitetstab i form af bundfald. Det er derfor nødvendigt at have styr på indholdet af jern i vinen under produktionen.

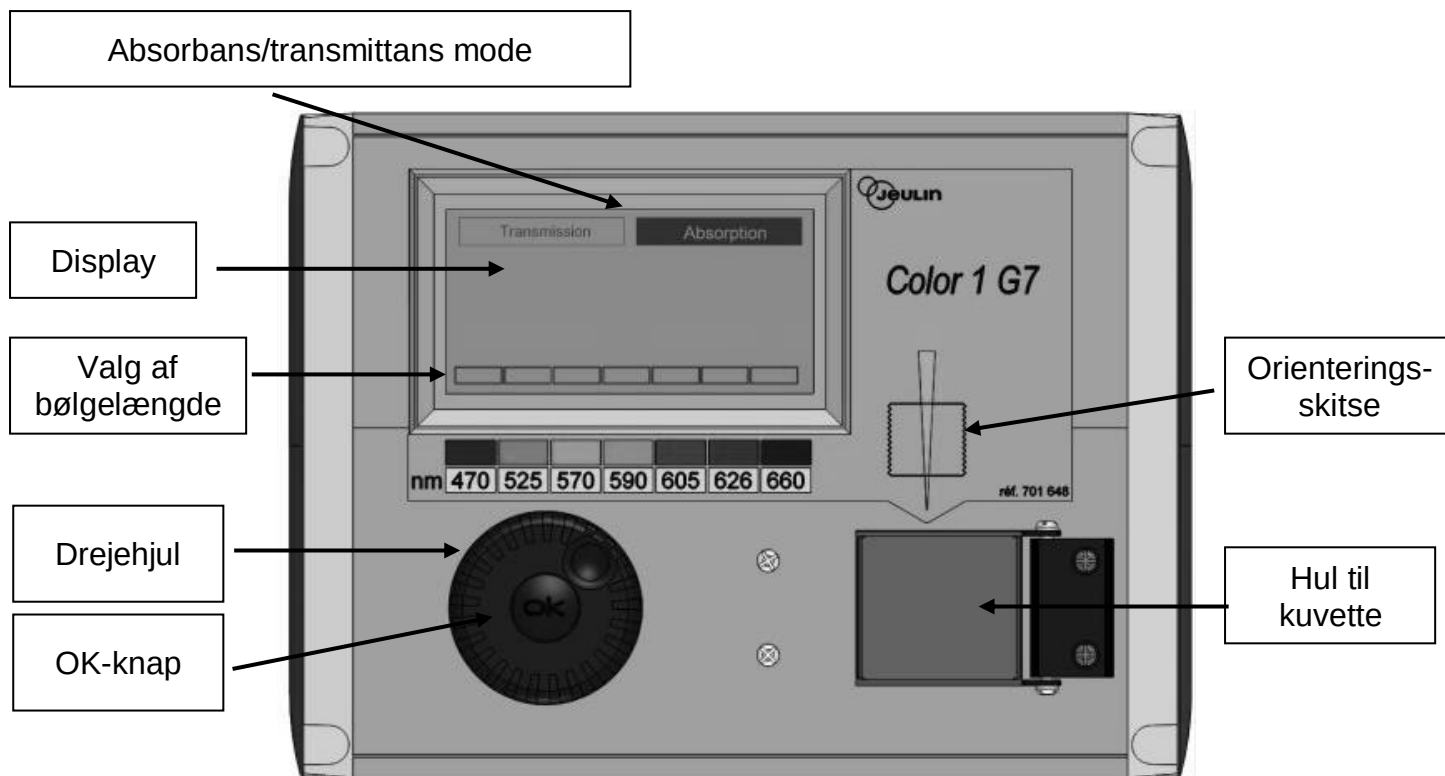
Grundet den meget lave koncentration af jern benyttes et farvet kompleks bestående af jern(III) med thiocyanat SCN^- som ligand. Mængden af jern kan derved bestemmes vha. spektrofotometriske målinger.

Din opgave er at bestemme den totale koncentration af jern i den udleverede hvidvin vha. spektrofotometri. Du skal også bestemme støkiometrien af det dannede thiocyanat-jern(III) kompleks.

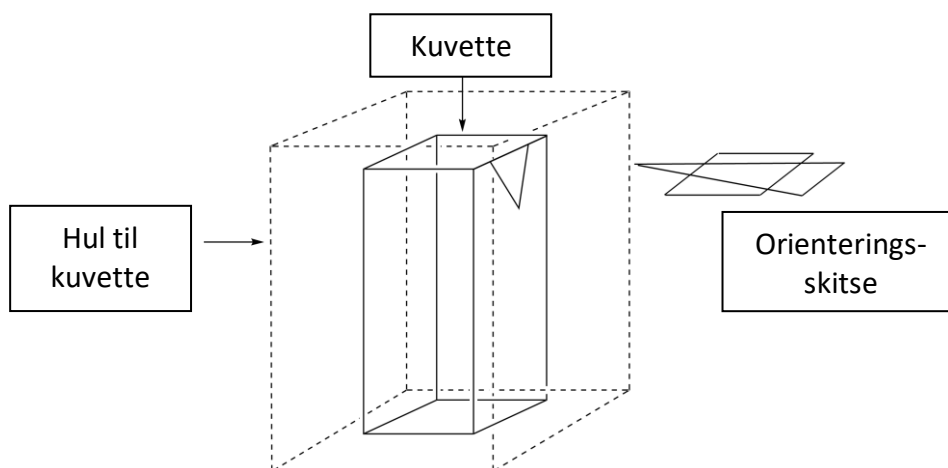
ADVARSEL

- I denne opgave får du udleveret to jern(III)-opløsninger og to kaliumthiocyanat-opløsninger, der har forskellige koncentrationer. Lad venligst være med at bytte om på dem, tak.
- Når opløsningerne er klar til de spektrofotometriske målinger, skal absorbansen måles maks en time efter tilsætning af thiocyanat.
- Når du skal bruge et spektrofotometer, skal du række dit 'HELP'-kort i vejret. En lab-babysitter vil give dig et spektrofotometer med en kode på. Du har lov til at bruge apparatet i op til 15 minutter. Babysitteren tager det fra dig, når du er færdig, eller når der er gået 15 minutter. Hvis alle andre er i gang med den samme opgave som dig, og der ikke er nogen ledige spektrofotometre, bliver du skrevet på en venteliste.
- Brugsanvisningen for spektrofotometeret er vist på den følgende side.
- Du har kun lov til at bruge spektrofotometeret tre gange i løbet af denne opgave, én gang i del I, én gang i del II og én gang som backup.

Brugsanvisning for spektrofotometeret



- Sæt strøm til spektrofotometeret.
- Tjek, at 'Absorbance' er valgt. Hvis ikke, drej på drejhjulet, indtil en stiplede linje dukker op omkring 'Absorbance', og tryk derefter på OK-knappen.
- Drej på drejhjulet, indtil en stiplede linje dukker op omkring den ønskede bølgelængde (470 nm). Tryk på OK-knappen.
- Fyld kuvetten ca. 3 cm op med referenceopløsningen, og placer den i hullet. Du skal vende kuvetten således, at lyset kan skinne igennem (se tegningen nedenfor). Når kuvetten er kommet helt ned i hullet, skal du lukke låget.
- Drej på drejhjulet, indtil en stiplede linje dukker op omkring 'Absorbance', og tryk derefter på OK-knappen. Bagefter skal du bruge drejhjulet til at vælge 'Calibration' og trykke på OK-knappen.
- Vent, indtil displayet viser 0.00 (eller -0.00).
- Fyld kuvetten ca. 3 cm op med den opløsning, du vil måle på, og placer den i hullet. Luk låget.
- Aflæs den målte absorbans.



I. Bestemmelse af jernindholdet i vinen.

I denne del skal du bruge en 0,000200 M jern(III)-opløsning og en 1 M kaliumthiocyanat-opløsning.

Fremgangsmåde

1. **Fyld** 6 reagensglas med de præcise volumener af de forskellige opløsninger, som vist i tabellen nedenfor. Du kan antage, at det totale volumen er ens for alle seks reagensglas.

Reagensglas #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M jern(III)-opløsning	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M perchlorsyre-opløsning	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
Hydrogenperoxid-opløsning					0,5 mL	0,5 mL
Deioniseret vand	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

2. **Sæt** en prop i reagensglassene, og **homogeniser**.

3. **Tilsæt** 1,0 mL af 1 M kaliumthiocyanat-opløsningen i reagensglas 1, 2 3, 4 og 5. Du skal **ikke** komme noget i reagensglas 6. **Sæt** en prop i, og **homogeniser**.

4. Når alle reagensglassene er klar, **ræk** dit 'HELP'-kort i vejret for at få fat i et spektrofotometer fra en lab-babysitter.

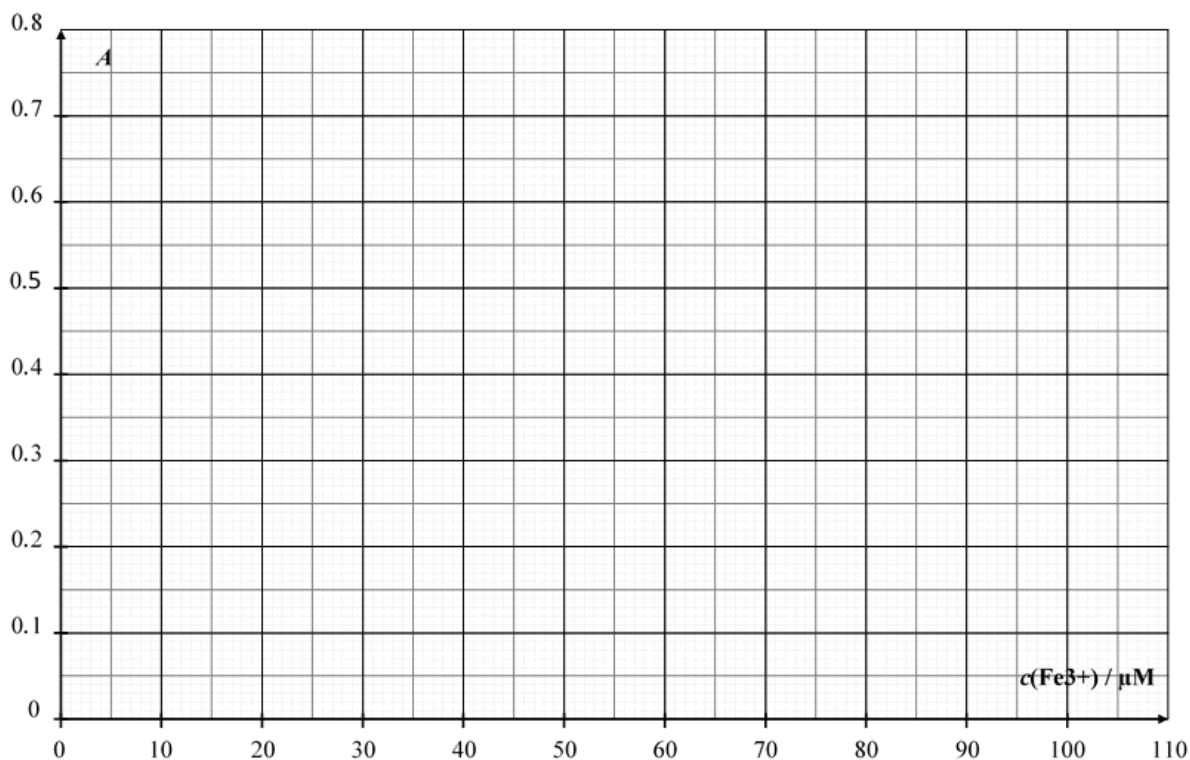
5. **Klargør** spektrofotometeret ved at følge brugsanvisningen (se side 16). **Sæt** bølgelængden til 470 nm. **Brug** demineraliseret vand som din referenceopløsning.

6. **Aflæs** absorbansen for hvert reagensglas (1 til 6) ved denne bølgelængde. **Skriv** resultaterne i tabellen nedenfor. **Ræk** dit 'HELP'-kort i vejret for at aflevere spektrofotometeret, når du er færdig.

Reagensglas #	1	2	3	4	5	6
Absorbans (ved 470 nm)						
Analytisk koncentration af Fe^{3+} i reagensglasset $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Spektrofotometer-kode						

Spørgsmål

1. **Plot** absorbansen A for reagensglas **1** til **4** som funktion af den analytiske koncentration af Fe^{3+} i reagensglasset.



- I den følgende tabel, sæt krydser for at angive hvilke datapunkter, du vil bruge til din kalibreringskurve.

Reagensglas #	1	2	3	4
Benyttet til kalibreringskurven				

2. Brug dit plot samt de datapunkter, du har valgt, til at **tegne** en ret kalibreringskurve på plottet. **Bestem** den analytiske koncentration (i $\mu\text{mol L}^{-1}$, dvs. μM) af Fe^{3+} i reagensglas 5.

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

Hvis du ikke kunne regne $c(\text{Fe}^{3+})$, kan du sætte koncentrationen til $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ i resten af opgaven.

3. **Beregn** massekoncentrationen, i mg per liter, af jern i den udleverede hvidvin.

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

II. Bestemmelse af kompleksets støkiometri

I denne del skal du bruge opløsningerne med 0,00200 M jern(III) og 0,00200 M kaliumthiocyanat.

Fremgangsmåde

I del I af denne opgave bruger vi farven af jern(III)-thiocyanat komplekset til at bestemme koncentrationen af jern i vinprøven. Del II af denne opgave går ud på at undersøge støkiometrien af $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ komplekset (koordineret vand er ikke vist), hvor a og b er heltal, der ikke er større end 3.

Du har følgende vandige opløsninger til denne del:

- 0,00200 M jern(III)-opløsning (allerede gjort sur) (80 mL)
- 0,00200 M kaliumthiocyanat-opløsning (80 mL)

Du har også reagensglas (med propper som du kan vaske og tørre), graduerede målepipetter, en kuvette, et spektrofotometer (efter forespørgsel), samt ethvert andet stykke udstyr på din plads som du synes er brugbart.

4. **Udfyld** de første tre linjer af den følgende tabel med værdier for volumener der kan gøre dig i stand til at bestemme støkiometrien af komplekset vha. spektrofotometriske målinger. *Du behøver ikke udfylde alle søjlerne.* **Beregn** molbrøken af jern(III) i hvert reagensglas vha. følgende formel:

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

Reagensglas nummer	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volumen 0,00200 M jern(III)-opløsning $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen 0,00200 M kaliumthiocyanat-opløsning $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Molbrøk af jern(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbans (ved 470 nm)									
Spektrofotometer-kode									

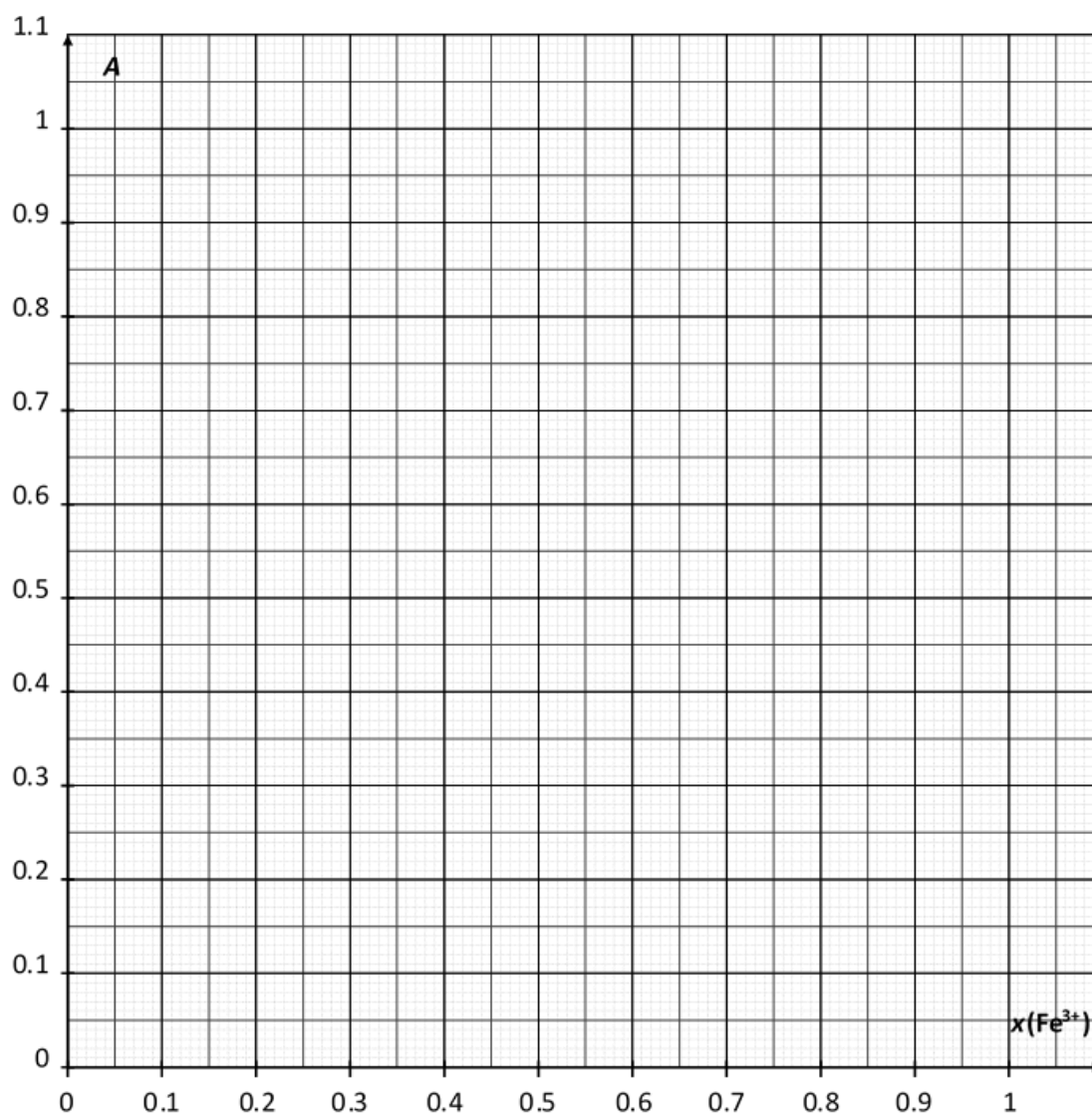
5. **Forbered** reagensglassene. Når alle glassene er klar, **skal du hæve** dit 'HELP'-kort for at få et spektrofotometer udleveret fra en babysitter.

6. **Klargør** spektrofotometeret ved at bruge samme fremgangsmåde som beskrevet tidligere (se side 16). **Sæt** bølgelængden til 470 nm. **Brug** demineraliseret vand til referencen.

7. **Mål** absorbansen af hvert glas ved denne bølgelængde. **Skriv** resultaterne i tabellen ovenfor.

Spørgsmål

4. **Plot** absorbansen A som funktion af molbrøken af jern(III), $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. **Bestem** støkiometrien af komplekset $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$, baseret på resultaterne fra dine eksperimenter.

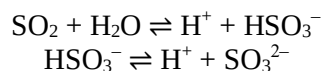
$a =$ _____

$b =$ _____

Opgave P3 13% af totalen	Spg.	Titring I	Titring II	Titring III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Total
	Point	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Score									

Opgave P3. Når Kurt gemmer vin i sin vinkælder

Svovldioxid, SO_2 , bliver brugt som konserveringsmiddel i vin. Når SO_2 tilsættes til vinen, kan den reagere med vand og danne hydrogensulfit-ioner, HSO_3^- , og protoner, H^+ . Hydrogensulfit kan også danne sulfit, SO_3^{2-} , ved at miste den anden proton.



Disse tre forskellige former af svovldioxid i vand kan reagere med kemikalier i vinen såsom acetaldehyd, farvestoffer, sukker etc. og derved danne produkter P. Den totale koncentration af svovldioxid er summen af koncentrationen af de "frie" former (SO_2 , HSO_3^- og SO_3^{2-}) og P.

Koncentrationen af konserveringsmiddel er reguleret, fordi nogle mennesker er besværlige og har allergier... I EU må det totale indhold af svovldioxid maksimalt være 100 mg L^{-1} i rødvin og 150 mg L^{-1} i hvidvin og rosé.

Din opgave er at bestemme den totale svovldioxid koncentration af den udleverede hvidvin vha. iodometrisk titrering.

Fremgangsmåde

I. Indstilling af natriumthiosulfat-opløsningen

6. Du har fået udleveret en prøve med ca. 100 mg rent kaliumiodat KIO_3 . Den præcise masse er skrevet på etiketten på glasset. **Angiv** denne i tabellen nedenfor.

7. **Fremstil** 100 mL kaliumiodat opløsning i en 100 mL målekolbe ved at bruge hele prøven af fast kaliumiodat og demineraliseret vand. Denne opløsning kaldes S.

8. I en 100 mL konisk kolbe, **tilsæt**:

- 20 mL af opløsning S med en fuld pipette;
- 5 mL kaliumiodid opløsning (0,5 M), med et 5 mL måleglas;
- 10 mL svovlsyre opløsning (2,5 M) med et 10 mL måleglas.

9. **Hvirvl** den koniske kolbe rundt, **dæk** den med Parafilm og **gem** den nede i skabet i mindst fem minutter.

10. **Fyld** buretten med den udleverede thiosulfat opløsning vha. et bægerglas. **Titre** indholdet af den koniske kolbe med konstant omrystning. Når væsken bliver svagt gul, **tilsæt** da ti dråber af stivelseopløsningen og **fortsæt titreringen** indtil opløsningen bliver farveløs. **Registrer** titreringsvolumenet V_1 .

11. **Gentag** fremgangsmåden (trin 3-5) efter behov.

Masse af kaliumiodat (angiv værdien på etiketten)	
Analyse nummer	V_1 / mL
1	
2	
3	
Endeligt volumen V_1 / mL	

II. Indstilling af iodopløsningen

12. Med en fuldpipette, **overfør** 25 mL af iodopløsningen I_2 til en 100 mL konisk kolbe.
13. **Titrer** indholdet af den koniske kolbe med natriumthiosulfat-opløsningen. Når opløsningen bliver svagt gul, **tilsæt** da ti dråber af stivelsesopløsningen og **fortsæt titreringen**, indtil opløsningen bliver farveløs. **Angiv** titreringsvolumenet V_2 .
14. **Gentag** fremgangsmåden (trin 1-2) efter behov.

Analyse nummer	V_2 / mL
1	
2	
3	
Endeligt volumen V_2 / mL	

III. Bestemmelse af totalt svovldioxid

15. **Overfør** 50 mL vin med fuldpipette til en 250 mL konisk kolbe.
16. **Tilsæt** 12 mL natriumhydroxid opløsning (1 M) med et 25 mL måleglas. **Dæk** kolben med Parafilm, **hvirvl** indholdet rundt og lad den stå i mindst 20 minutter.
17. **Tilsæt** 5 mL svovlsyreopløsning (2,5 M). Tilsæt ca. 2 mL stivelseopløsning med en gradueret engangsplasticpipette.
18. **Titre** indholdet af den koniske kolbe med iodopløsningen i buretten, indtil en mørk farve dukker op og forbliver i mindst 15 sekunder. **Angiv** titreringsvolumenet V_3 .
19. **Gentag** fremgangsmåden (trin 1-4) efter behov.

Analyse nummer	V_3 / mL
1	
2	
3	
Endeligt volumen V_3 / mL	

Spørgsmål

20. **Opskriv** afstemte reaktionsskemaer for alle reaktioner, der sker under indstillingen af natriumthiosulfat-opløsningen.

21. **Beregn** den molære koncentration af natriumthiosulfat-opløsningen. Molarmassen af kaliumiodat er $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

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

Hvis du ikke kunne udregne $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, kan værdien $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol L}^{-1}$ benyttes i resten af opgaven.

22. **Beregn** den molære koncentration af iodopløsningen.

$$c(I_2) = \text{_____} \text{ mol L}^{-1}$$

Hvis du ikke kunne udregne $c(I_2)$, kan værdien $c(I_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$ benyttes i resten af opgaven.

23. **Opskriv** reaktionsskemaet for reaktionen mellem iod I_2 og svovldioxid SO_2 , under antagelse af at svovldioxid oxideres til sulfationer, SO_4^{2-} .

24. **Beregn** massekoncentrationen, i mg per liter, af totalt svovldioxid i vinen. Molarmassen af svovldioxid er $M(SO_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(SO_2) = \text{_____} \text{ mg L}^{-1}$$

PENALTIES

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