

# 40:e Internationella Kemiolympiaden

## Praktiskt prov

15 Juli 2008  
Budapest, Ungern

# Anvisningar

- Provet består av **10** sidor uppgifter, samt ett svarshäfte på **5** sidor. (8+4 för uppgift 1-2, 2+1 för uppgift 3).
- Du har **3 timmar** på dig att fullgöra de experimentella **uppgifterna 1-2**. Efter detta måste du lämna laboratoriesalen för en kort **paus**. Under pausen kommer labbpersonalen att byta ut ditt materiel och dina kemikalier. Du kommer därefter få ytterligare **2 timmar till uppgift 3**.
- Du får inte påbörja arbetet förrän du får ett **START**-kommando. Du måste avsluta ditt arbete genast då du får ett **STOPP**-kommando. Blir du mer än 3 minuter sen kommer du få noll poäng på uppgiften.
- Följ de **säkerhetsregler** som är givna enligt IChO's föreskrifter. Du måste hela tiden bära **skyddsglasögon** eller dina egna glasögon om de blivit godkända, samt använda den erhållna **Peléusbollen**. Använd **skyddshandskar** då du arbetar med organiska vätskor.
- Du får endast **EN VARNING** av labbpersonalen om du bryter mot säkerhetsföreskrifterna. Vid en andra tillsägelse blir du diskvalificerad och får noll poäng.
- Tveka inte att fråga labbpersonalen om du har några säkerhetsfrågor om du måste lämna rummet.
- Använd endast de pennor, linjal samt miniräknare som du erhållit.
- Skriv ditt **namn och din personliga kod på varje sida i svarshäftet**. Du får inte dela på svarshäftet.
- Alla svar skall skrivas i svarsrutorna på svarsblanketten. Allt utanför kommer inte att bedömas. Använd baksidan på svarsblanketten som kladdpapper.
- Du kommer att behöva återanvända en del glasmateriel under de olika momenten. Tvätta dessa noga vid närmaste diskho.
- Använd de märkta **avfallsbehållarna** som finns vid vissa dragskåp, avsedda för organiska vätskor i uppgift 1, samt alla vätskor från uppgift 3.
- Antalet **värdesiffror** i dina beräknade svar måste överensstämma med dina experimentella data.
- Om du behöver mer kemikalier eller glasvaror kommer du **förlora 1 poäng** av totalt 40 poäng.
- När du är klar med uppgifterna skall samtliga papper läggas i ett kuvert som du får. Du får inte försegla kuvertet.
- En officiell engelskspråkig version kan erhållas om du ber om det.

# Apparatur

<b>Gemensam utrustning på labbet:</b>
"Värmeställ" inställd på 70 °C i dragskåpet
Destillerat vatten (H <sub>2</sub> O) i dunkar för påfyllning
Latexhandskar (Om du är allergisk mot latex, be om andra.)
Märkta avfallsbehållare; Task 1 (organic liquids) och Task 3 (all liquids)
Behållare för glaskross
<b>På varje bord:</b>
Skyddsglasögon
Värmepistol
Märkpena
Blyertspenna och linjal
Stoppur, be om hjälp om du inte vet hur den fungerar. (Får behållas)
Pincett
Spatel
Glasstav
Keramikplatta
Pappersservetter
Sprutflaska med destillerat vatten
9 Eppendorfrör i ett skumplastställ
TLC-platta i uppmärkt ziplockpåse
Plastspruta (100 cm <sup>3</sup> ) med polypropenfilterskiva
Peléusboll
14 graderade plastpipetter
Petriskål med din deltagarkod ingraverad
Byrett
Stativ och klämman
Vollpipett (10 cm <sup>3</sup> )
2 bägare (400 cm <sup>3</sup> )
Bägare och urglas med filterpapper för TLC
10 kapillärrör i glas
2 mätglas (25 cm <sup>3</sup> )
3 E-kolvar (200 cm <sup>3</sup> )
Bägare (250 cm <sup>3</sup> )
2 Bägare (100 cm <sup>3</sup> )
Tratt
Mätkolv (100 cm <sup>3</sup> )
30 provrör i provrörsställ*
Indikatorpapper och pH-skala i ziplockpåse*
Provrörshållare (i trä)*
2 korkar till provrör*

\* Delas endast ut till uppgift 3

# Kemikalier

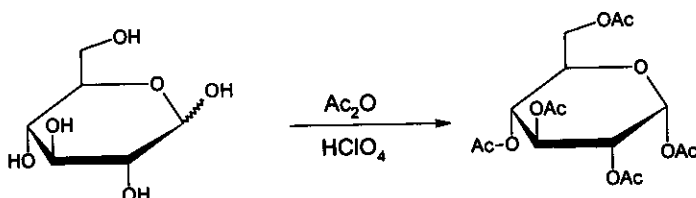
Uppsättningar för 4-6 personer	R phrases	S phrases
0.025 mol/dm <sup>3</sup> ferroin solution	52/53	
0.2 % diphenylamine, (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH solution in conc. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	23/24/25-33-35-50/53	26-30-36/37-45-60-61
0.1 mol/dm <sup>3</sup> K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] solution	32	
Pumice stone (koksten)		
<b>På varje labbplats:</b>		
50 mg anhydrous ZnCl <sub>2</sub> in a small test tube (in the foam stand, labeled with code)	22-34-50/53	36/37/39-26-45-60-61
100 mg β-D-glucopyranose pentaacetate (labelled as BPAG)		
3.00 g anhydrous glucose, C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> , preweighed in vial (i plastburk)		
(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O in Erlenmeyer flask (12 cm <sup>3</sup> )	10-20/22-34	26-36/37/39-45
(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O in vial(10 cm <sup>3</sup> ) (i plastburk)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
CH <sub>3</sub> COOH in vial (15 cm <sup>3</sup> ) (i plastburk)	10-35	23-26-45
CH <sub>3</sub> OH in vial (10 cm <sup>3</sup> ) (i plastburk)	11-23/24/25-39	7-16-36/37-45
30 % HClO <sub>4</sub> in CH <sub>3</sub> COOH in vial (1 cm <sup>3</sup> ) (i plastburk)	10-35	26-36/37/39-45
1:1 isobutyl acetate – isoamyl acetate in vial (20 cm <sup>3</sup> ), labeled as ELUENT (i plastburk)	11-66	16-23-25-33
solid K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ].3H <sub>2</sub> O sample with code in small flask	32	22-24/25
ZnSO <sub>4</sub> solution labeled with code and concentration (200 cm <sup>3</sup> )	52/53	61
0.05136 mol/dm <sup>3</sup> Ce <sup>4+</sup> solution (80 cm <sup>3</sup> )	36/38	26-36
1.0 mol/dm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> solution (200 cm <sup>3</sup> )	35	26-30-45
Sample solutions for Task 3 (to be handed out at the start of Task 3)	1-26/27/28-32-35-50/53	24/25-36/39-61

# Risk- och säkerhetsfraser

<b>Indication of Particular Risks</b>			
1	Explosive when dry	33	Danger of cumulative effects
10	Flammable	34	Causes burns
11	Highly Flammable	35	Causes severe burns
22	Harmful if swallowed	39	Danger of very serious irreversible effects
32	Contact with concentrated acids liberates very toxic gas		
<b>Combination of Particular Risks</b>			
20/22	Harmful by inhalation and if swallowed	36/38	Irritating to eyes and skin
23/24/25	Toxic by inhalation, in contact with skin and if swallowed	50/53	Very toxic to aquatic organisms, may cause long-term adverse effects in the aquatic environment
26/27/28	Very Toxic by inhalation, in contact with skin and if swallowed	52/53	Harmful to aquatic organisms, may cause long-term adverse effects in the aquatic environment
<b>Indication of Safety Precautions</b>			
7	Keep container tightly closed	30	Never add water to this product
16	Keep away from sources of ignition - No smoking	33	Take precautionary measures against static discharges
22	Do not breathe dust	36	Wear suitable protective clothing
23	Do not breathe fumes/vapour	45	In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show label where possible)
25	Avoid contact with eyes	60	This material and/or its container must be disposed of as hazardous waste
26	In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice	61	Avoid release to the environment.
<b>Combination of Safety Precautions</b>			
24/25	Avoid contact with skin and eyes	36/37/39	Wear suitable protective clothing, gloves and eye/face protection
36/37	Wear suitable protective clothing and gloves		

# Uppgift 1

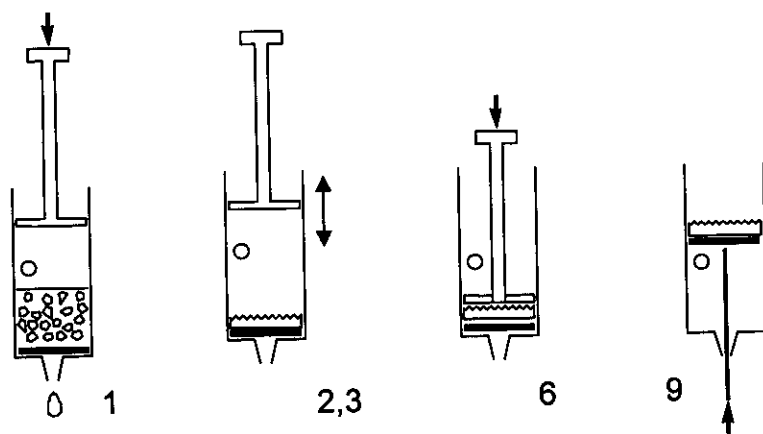
## Syntes av $\alpha$ -D-glukopyranospentaacetat



Varning: Använd skyddshandskar då du använder ättiksyra och ättiksyraanhydrid. Säg till labbpersonal om du råkar spilla.

Blanda 12 cm<sup>3</sup> ren ättiksyra med 12 cm<sup>3</sup> ättiksyraanhydrid (som erhållits i en E-kolv) och sätt till 3,00 g glukos. (Ättiksyraanhydrid finns i överskott). Tillsätt med plastpipett 5 droppar 30 % HClO<sub>4</sub> löst i ättiksyra. Efter tillsatsen av katalysatorn kan blandningen bli betydligt varmare. Låt blandningen stå övertäckt i 10 minuter. Snurra försiktigt runt innehållet några gånger under denna tid. Håll ner reaktionsblandningen i en bägare som du fyllt med 100 cm<sup>3</sup> vatten. Skrapa lätt med en glasstav mot bägarens insida så att du startar en utfällning, låt utfällningen pågå i 10 minuter. Filtrera och tvätta produkten två gånger med 10 cm<sup>3</sup> vatten med hjälp av plastsprutan och polypropenfilterskivan. Se nedan.

### Filtrering med plastspruta

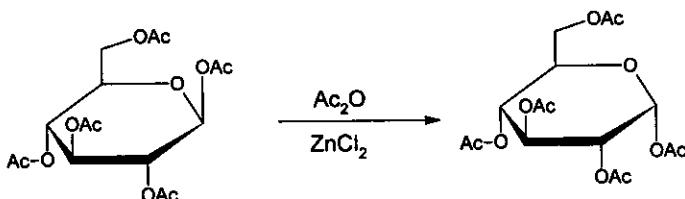


1. Dra ut pistongen helt. Fyll sprutan ovanifrån genom att hälla ner blandningen som ska filtreras. Sprutan kan fyllas upp i nivå med hålet. Sätt tillbaks pistongen.
2. Håll för hålet med ett finger och pressa ner pistongen ner till hålet.
3. Ta bort fingret från hålet och dra upp pistongen igen. Luft får inte komma in genom sprutmyningen.
4. Upprepa steg 2-3 några gånger för att pressa ut all vätska.
5. Upprepa steg 1-4 så all fast substans finns på polypropenfilterskivan.
6. Tryck pistongen mot filterkakan och pressa ut all vätska.
7. Tvätta produkten två gånger med 10 cm<sup>3</sup> vatten. Gör som i steg 1-4.
8. Tryck pistongen mot filterkakan och pressa ut allt vatten.
9. Dra ut pistongen och håll för hålet så lyfts filterkakan upp. (Du kan hjälpa till med spateländen. Se figur 9)

- a) Lägg filterkakan i den öppna Petriskålen som har din ingraverade kod. Lämna skålen på bänken. Personal kommer att torka, väga och undersöka renheten hos din produkt.
- b) Beräkna det teoretiska utbytet (massan) av produkten i g. ( $M(C) = 12$  g/mol,  $M(O) = 16$  g/mol,  $M(H) = 1,0$  g/mol)

### Syntes av $\alpha$ -D-glukopyranospentaacetat från $\beta$ -D-glukopyranospentaacetat

En alternativ syntes av  $\alpha$ -D-glukopyranospentaacetat utgår från  $\beta$ -D-glukopyranospentaacetat. I det här försöket studeras reaktionshastigheten med TLC (thin layer chromatography).



Blanda  $1,5 \text{ cm}^3$  ättikssyraanhydrid (acetic anhydride) med 50 mg vattenfri  $\text{ZnCl}_2$  (invägd i ett provrör). Tillsätt 100 mg ren  $\beta$ -D-glukopyranospentaacetat (BPAG) och snurra runt provröret tills allt är upplöst. Ta tre droppar av blandningen och för över till ett Eppendorfrör, tillsätt  $0,5 \text{ cm}^3$  metanol och spara det som en referenslösning. Ställ provröret i värmestället, förinställt på  $70^\circ\text{C}$ , som finns i dragskåpet närmast din plats. Skaka om provröret då och då.

Efter 2, 5, 10, respektive 30 minuter görs följande procedur. Ta ut tre droppar av provblandningen med en plastpipett. Överför till ett Eppendorfrör och tillsätt omedelbart  $0,5 \text{ cm}^3$  metanol för att stoppa reaktionen.

Preparera TLC-plattan med dina uppsamlade prov för att undersöka reaktionshastigheten. Applicera även referenslösningen för att underlätta identifieringen av dina prov. Märk de applicerade proven med blyertspenna, ställ ner TLC-plattan i elueringsvätskan innehållande isobutyl acetat/ isoamyl acetate (1:1). Efter eluering framkallar du provfläckarna med en värmepistol i dragskåpet (färgen är stabil). Du kan be om en andra TLC-platta om du behöver, utan att få poängavdrag.

- c) Rita av din TLC-platta i svarshäftet och lägg in den i plastpåsen med ziplock.
- d) Utvärdera experimentet och svara på frågorna i svarshäftet

## Uppgift 2

När kaliumhexacyanoferrat(II),  $K_4[Fe(CN)_6]$ , sätts till en zinkjonlösning bildas omedelbart en svårlöslig fällning. Din uppgift är att ta reda på sammansättningen av den stökiometriskt bildade fällningen, vilken inte innehåller kristallvatten. Utfällningsreaktionen är kvantitativ och snabb så den kan följas med titrering. Slutpunkten kan bestämmas med en redoxindikator, men först måste koncentrationen hos kaliumhexacyanoferrat(II)-lösningen bestämmas.

### Beredning av $K_4[Fe(CN)_6]$ -lösningen och bestämning av dess exakta koncentration

Lös upp det fasta provet av  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$  ( $M = 422,41$  g/mol) i den lilla E-kolven och överför det kvantitativt till  $100,00$  cm<sup>3</sup> mätkolven. Ta  $10,00$  cm<sup>3</sup> av hexacyanoferrat(II)-lösningen. Tillsätt  $20$  cm<sup>3</sup>  $1$  mol/dm<sup>3</sup> svavelsyra och två droppar av ferroinindikatorlösningen till provlösningen före titrering. Titrera med  $0,05136$  mol/dm<sup>3</sup>  $Ce^{4+}$ -lösningen. Upprepa titreringen om du anser det nödvändigt.  $Ce(IV)$  är ett starkt oxiderande ämne och bildar  $Ce(III)$  i sur miljö.

- Ange volym förbrukad  $Ce^{4+}$ -lösning.
- Ange titrerreaktionen. Beräkna massan  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$  i provet?

### Reaktionen mellan zinkjoner och hexacyanoferrat(II)

Ta  $10,0$  cm<sup>3</sup> av hexacyanoferrat(II)-lösningen och tillsätt  $20$  cm<sup>3</sup>  $1$  mol/dm<sup>3</sup> svavelsyra. Tillsätt tre droppar indikatorlösning (difenylamin) och två droppar  $K_3[Fe(CN)_6]$ -lösning. Indikatorn fungerar bara om provet innehåller hexacyanoferrat(III)-joner,  $[Fe(CN)_6]^{3-}$ . Titrera långsamt med zinkjonlösningen. Fortsätt tills en blå-violett färg bildas. Upprepa titreringen om du anser det nödvändigt.

- Ange volym förbrukad zinkjonlösning.
- Utvärdera titreringarna och svara på frågorna i svarshäftet.
- Bestäm den kemiska formeln för den bildade fällningen.



## Uppgift 3

**Varning:** Hantera alla okända lösningar som om de är gifter och korrosiva. Häll endast ut dem i därför avsedda kärl.

Värmepistolen värmer upp den omgivande luften till 500 °C. Rikta inte den mot brännbara material eller mot kroppen. Var försiktig med det varma munstycket.

Lägg alltid i en koksten i vätskorna före uppvärmning för att undvika stötkokning. Rikta aldrig provrörsöppningen mot en annan person.

Du har åtta okända vattenlösningar. Varje lösning innehåller endast en kemisk förening. Samma jonslag kan förekomma i fler än ett prov. Varje förening ska formellt innehålla en typ av katjon och anjon från följande lista:

Kationer:  $\text{H}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{4+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$

Anjoner:  $\text{OH}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{HSO}_4^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{HS}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$

Du har provrör och tillgång till uppvärmning men inga ytterligare reagenser, förutom destillerat vatten och pH-papper.

Identifiera föreningarna i lösningarna 1-8. Du kan använda löslighetstabellen, som finns på nästa sida. Om du inte exakt kan identifiera en jon ska du ange den som du tror är mest sannolik.

### Kommentarer:

De okända lösningarna kan innehålla mindre mängd föroreningar på grund av exponeringen av luft. Lösningarnas koncentration är cirka 5 mass%, så du kan förvänta dig entydiga observerbara utfällningar från huvudämnena. I några fall sker inte utfällningen omedelbart. Några ämnen kan förekomma en stund i en övermättad lösning. Dra inte för snabba slutsatser, vänta 1-2 minuter om det är nödvändigt. Se alltid noggrant efter tecken på reaktion.

Kom ihåg att uppvärmning accelererar alla kemiska reaktioner och ökar lösligheten hos de flesta ämnen samt att reaktioner kan starta som inte sker vid rumstemperatur.

### Löslighetstabell vid 25 °C

	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Li <sup>+</sup>	Na <sup>+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Al <sup>3+</sup>	K <sup>+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	Fe <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Ni <sup>2+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	Sn <sup>2+</sup>	Sn <sup>4+</sup>	Sb <sup>3+</sup>	Ba <sup>2+</sup>	Pb <sup>2+</sup>	Bi <sup>3+</sup>	
CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup>														HR		↓	↓	↓				↓
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>			3.6	↓			↓		↓	(Y)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	HR				HR			HR		↓	↓			HR	↓	↓	↓	↓				↓
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>																						
F <sup>-</sup>		0.13		↓	0.5		↓	4.0	1.0	↓	↓	1.4	2.6	↓	1.6		↓		0.16	↓	↓	↓
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>							0.21												↓	↓	↓	
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	HR	↓		↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>		↓		↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>					HR		1.0	HR	HR		↓	HR	HR	↓	↓	↓	↓	↓	HR	HR	↓	↓
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>						2.1																
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	HR							HR	↓	R	HR	HR				R				↓	R	
Br <sup>-</sup>																						0.98
I <sup>-</sup>											R			↓		↓	1.0					↓

Tomma rutor: Lösliga föreningar

↓: Olösliga föreningar

R: Redoxreaktioner vid rumstemperatur

HR: Löslig vid rumstemperatur. I uppvärmd lösning sker en synlig reaktion (inte nödvändigt en utfällningsreaktion).

Löslighet i gram (ämne) / 100 gram vatten. Endast väldokumenterade värden mellan 0, 1 och 4 visas. Fällningar vars färg betydligt skiljer sig från de hydratiserade jonerna: (B) = svart (black), (P) = lila (purple), (W) = vit, (white), ((Y)) = blekgul (pale yellow), (Y) = gul (yellow).

**Uppgift 1****10% av totalpoängen**

1a	1b	1c	1d	Uppgift 1
30	2	12	4	48

a) Utbytet i g, uppvägt av labbpersonalen:

b) Beräkna det teoretiska utbytet av din produkt i g.

Teoretiskt utbyte:

c) Rita av resultatet från din TLC-platta, och lämna sedan plattan på bordet för kontroll av ditt resultat.

d) **Utvärdera ditt experiment** och välj ett korrekt svarsalternativ.

Acetyleringsreaktionen av glukos är exoterm.

- a) Ja
- b) Nej
- c) Kan inte avgöras från dessa experiment

Isomerisationsreaktionen av  $\beta$ -D-glukopyranospentaacetat kan användas vid framställning av ren  $\alpha$ -D-glukopyranospentaacetat.

- a) Ja
- b) Nej
- c) Kan inte avgöras från dessa experiment

## Uppgift 2      15 % av totalpoängen

2a	2b	2c	2d	2e	Uppgift 2
25	4	25	6	5	65

a)  $\text{Ce}^{4+}$  som går åt:

Förbrukad medelvolym ( $V_1$ ):

b) Titreringsreaktionen:

Beräkning av provets massa:

$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  massa ( $m$ ):

c) Zinkförbrukning:

Förbrukad medelvolym ( $V_2$ ):

d) Markera korrekt svarsalternativ.

Difenylaminindikatorn ändrar färg vid omslagspunkten

- a) för att koncentrationen av  $\text{Zn}^{2+}$ -joner ökar.
- b) för att koncentrationen av  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ -joner minskar.
- c) för att koncentrationen av  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ -joner ökar.
- d) för att indikatorn frigörs från sitt komplex.

Namn:

Kod: Swe-

I vilken form förekommer indikatorn innan omslagspunkten?

- a) Oxiderad  
 b) Reduced  
 c) I komplex med en metalljon

I början av titreringen är redoxpotentialen för hexacyanoferrat(II) -hexacyanoferrat(III) systemet lägre än redoxpotentialen för difenylaminindikatorn.

- a) Sant  
 b) Falskt

e) Bestäm fällningens kemiska formel. Redovisa dina beräkningar.

Fällningens kemiska formel:

Ersatt eller utbytt material:

Studentsignatur:

Supervisor signatur:

Namn:

Kod: Swe-

## Uppgift 3

15 % av totalpoängen

Uppgift 3
108

Fyll i tabellen först när du har genomfört alla dina försök.

	1	2	3	4	5	6	7	8
Katjon								
Anjon								