

19. – 29. Juli 2018
Bratislava, SLOVAKIA
Praha, TSJEKKIA

www.50icho.eu

PRAKTISK PRØVE

Land:	
Navn (som i passet):	
Studentkode:	
Språk:	



50. IChO 2018

Den internasjonale kjemiolympiaden
SLOVAKIA & TSJEKKIA

BACK TO WHERE IT ALL BEGAN



Generelle retningslinjer

- Dette oppgaveheftet inneholder 26 sider.
- Før starten på prøven får du i tillegg 15 minutter til å lese oppgaveheftet.
Ikke skriv, jobb eller gjør utregninger under lesetiden, da vil du bli diskvalifisert.
- Du kan starte når **START**-signalet gis.
- Du har **5 timer** på å fullføre oppgavene.
- Du kan jobbe i hvilken rekkefølge du vil, men du oppfordres til å starte med P1.
- Alle resultater og svar må skrives tydelig **med penn innenfor rutene** i oppgaven. Alt som står utenfor boksene vil ikke bli rettet eller tatt til betraktning.
- Ikke bruk blyant til å skrive ned svar. Bruk kun pennen og kalkulatoren du har fått utdelt.
- Du har fått utdelt 3 kladdeark. Hvis du trenger mer plass, kan du bruke baksidene av sidene i heftet. Husk at **ingenting utenfor de angitte rutene kan gi poeng**.
- Du kan få tittle i **den offisielle engelske utgaven**, hvis det er noe som er uklart i den norske. Denne er kun tilgjengelig for oppklaring.
- Hvis du må ut fra laboratoriet (for å gå på do eller ta litt mat og/eller drikke), må du si fra til lab-assistenten, så vil han eller hun følge deg.
- **Følg sikkerhetsreglene** som er gitt i IChO-reglementet. Hvis du bryter disse vil du kun få 1 advarsel fra lab-assistenten. Hvis du bryter reglementet igjen etter denne første advarselen, må du forlate laboratoriet. Du vil da automatisk få 0 poeng på den praktiske prøven.
- Hvis noe blir ødelagt eller du mister noe, kan du få nye kjemikalier og nytt laboratoriestyr én gang uten å miste poeng (hvis ikke noe annet er spesifikt oppgitt i oppgaven). Hvis du trenger å erstatte noe utover denne første gangen, vil du bli trukket 1 av de totalt 40 poengene per erstatning.
- Lab-assistenten vil si fra når det er 30 minutter til **Stopp**-signalet gis.
- Du må stoppe arbeidet med en gang **Stopp**-signalet gis. Eksamenen din blir annullert om du fortsetter å jobbe eller skrive etter signalet er gitt.
- Etter **Stopp**-signalet er gitt, vil en lab-assistent komme for å signere på svararkene dine. Etter at dere begge har signert, skal du legge oppgaven tilbake i konvolutten og levere den inn sammen med produktene dine og TLC-platene.



Lab-regler og sikkerhet

- Du må ha på labfrakk og ha den kneppet igjen. Fottøy må dekke hele foten og hælen (og det må være på).
- Du skal alltid ha på labbriller eller egne briller med styrke når du jobber på labben. Ikke bruk kontaktlinser.
- Ikke spis eller drikk på labben, tyggegummi er heller ikke lov.
- Bare jobb på det tildelte området ditt. Hold arbeidsområdet ditt og fellesområdene ryddige.
- Du har ikke lov til å gjøre noen andre eksperimenter enn de som står i heftet. Du har heller ikke lov til å modifisere eksperimentene.
- Ikke pipetter med munnen, bruk alltid pelesballong.
- Rydd opp i søl og knust glass på benken eller gulvet med en gang.
- Alt søppel og avfall må kastes på riktig plass for å unngå kontamineringer og skader. Vannløsninger som ikke er farlige kan helles i vasken. Alt annet laboratorieavfall skal kastes i egne merkede beholdere med lokk.



Definisjon av H-setninger

H-setningene som hører til de ulike materialene er skrevet inn i listen over kjemikalier. Under finner du betydningen av de ulike setningene.

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.

Miljøfarer

- H400 Veldig giftig for liv i vann.
- H402 Skadelig for liv i vann.
- H410 Veldig giftig for liv i vann, med langvarige effekter.
- H411 Giftig for liv i vann, med langvarige effekter.
- H412 Skadelig for liv i vann, med langvarige effekter.



Kjemikalier

Felles for alle oppgavene

Kjemikalium	Merket med	Faremerking ¹
Destillert vann i: Spruteflaske (på benken) Plastflaske (på benken) Plastkanna (i avtreksskapet)	Water	Ikke merkepliktig

Til oppgave P1 (i den hvite kurven hvis det ikke står noe annet)

Kjemikalium	Merket med	Faremerking
Etanol , 100 mL i spruteflaske (på benken)	Ethanol	H225, H319
(2-naftyl)etanon : ca. 0,002 g i dramsglass, standard til TLC 0,500 g i dramsglass	Standard A	H302, H315, H319, H335, H411
	Reactant A	
2,4-Dinitrofenylhydrazin , med 33 % (w/w) vann, 0,300 g i dramsglass	DNPH	H228, H302
Blekemiddel, 4,7 % NaClO , 13,5 mL i brun glassflaske	Bleach	H290, H314, H400
Etylacetat , 15 mL i brun glassflaske	EtOAc	H225, H319, H336
Eluent til TLC, heksan/etylacetat (4:1) v/v, 5 mL i brun glassflaske	TLC eluent	H225, H304, H315, H336, H411 ²
5 % Na₂CO₃ , løst i vann, 20 mL i plastflaske	5% Na ₂ CO ₃	H319
20 % HCl , løst i vann, 15 mL i plastflaske	20% HCl	H290, H314, H319, H335 og flere

Til oppgave P2 (i den grønne kurven)

Kjemikalium	Merket med	Faremerking
8 mmol/L luminol i 0,4 mol/L NaOH vandig løsning, 50 mL i plastflaske	Luminol in NaOH	H290, H315, H319
2,00 mmol/L CuSO₄ løst i vann, 25 mL i plastflaske	Cu	Ikke merkepliktig
2,00 mol/L H₂O₂ løst i vann, 12 mL i liten plastflaske	H ₂ O ₂ conc.	H302, H315, H318
0,100 mol/L cystein hydroklorid løst i vann, 12 mL i liten plastflaske	Cys conc.	Ikke merkepliktig
Vann , 50 mL i plastflaske	Water	Ikke merkepliktig

¹ Definisjonene på H-setningene finner du på side 3.

² Faremerkingen for heksan.



Til oppgave P3 (i den grå kurven, hvis ikke det er spesifisert noe annet)

Kjemikalium	Merket med	Faremerking ¹
Mineralvannsprøve , 400 mL i plastflaske (på benken)	Sample	Ikke merkepliktig
Løsning av 3 mol/L NH₄Cl / 3 mol/L NH₃ i vann, 15 mL i plastflaske	Buffer	H302, H319, H314, H400
NaCl , fast, 10 g i plastflaske	NaCl	H319
Eriokromsvart T , indikatorblanding i plastflaske	EBT	H319
Bromtymolblått , indikatorløsning i plastflaske	BTB	H302, H315, H319
5,965 × 10 ⁻³ mol/L dinatrium etylendiamintetraacetat standardløsning, 200 mL i plastflaske (på benken)	EDTA	H302, H315, H319, H335
0,2660 mol/L NaOH standardløsning, 250 mL i plastflaske (på benken)	NaOH	H314
Sterkt surt kationebyttmateriale i H ⁺ -konfigurasjon, 50 mL klargjort materiale i vann. I plastflaske.	Catex	H319

Utstyr

Felles for alle oppgavene (på benken hvis det ikke står noe annet)

Delt med de andre studentene	Mengde
Tørkepapir	1 boks delt mellom 2-4
Søppelkurve (på gulvet nær vasken)	1 for 4
Nitrilhansker	1 boks for hele laben
Personlig utstyr	
Vernebriller	1
Pipettestativ	1
Peleusballong	1
Begerglass, 100 mL, med glasstav, plastskje, spatel, pinsett, merkepenn, blyant og linjal	1 (av hver ting)

Til oppgave P1 (i den hvite kurven hvis det ikke står noe annet)

Delt med de andre studentene	Mengde
UV-lampe (i avtrekksskapet)	1 for hele laben
Vakuüm (slange med stoppekran, på benken mellom to studenter)	1 for 2
Personlig utstyr	
Varmeplate med røring (på benken) med: Temperaturføler, Glasskål med metallbinders	1 (av hver ting)
Stativ (på benken) med: Muffe med liten klemme	1 (av hver ting)



Muffe med stor klemme	
Organic waste plastflaske (på benken)	1
Åpen metallring	1
Rundkolbe, 50 mL, med røremagnet	1
Målesylinder, 10 mL	1
Kjøler	1
Skilletrakt, 100 mL, med propp	1
Erlenmeyerkolbe uten slip, 50 mL	1
Erlenmeyerkolbe uten slip, 25 mL	1
Erlenmeyerkolbe med slip, 50 mL	1
Glasstrakt	1
Sugekolbe, 100 mL	1
Gummimansjett til sugokolben	1
Trakt med glassfritt, S2 (hvit merkelapp)	1
Trakt med glassfritt, S3 (oransje merkelapp)	1
Begerglass, 50 mL, med petriskål som lokk	1
Begerglass, 150 mL	1
Kapillærrør til TLC, 5 µL	3
Lynlåspose med 5 pH strips og en pH skala	1
Lynlåspose med 2 TLC-plater	1
Glasspipetter	4
Smokk til pipetter	1
Dramsglass merket studentkode B til produktet fra haloform-reaksjonen	1
Dramsglass merket studentkode C til produktet fra reaksjonen med 2,4-di	1

Til oppgave P2 (i den grønne kurven hvis det ikke står noe annet)

Personlig utstyr	Mengde
Stoppeklokke	1
Digitalt termometer og en lapp med kalibreringskonstanten	1
Målekolbe, 50 mL	1
Glasspipette, 5 mL (på benken, i pipettestativet)	1
Gradert glasspipette, 5 mL (på benken, i pipettestativet)	3
Gradert glasspipette, 1 mL (på benken, i pipettestativet)	2
Plastflaske merket H₂O₂ dil. til den fortynnede løsningen av H ₂ O ₂ , 50 mL	1
Plastflaske merket Cys dil. til den fortynnede løsningen av cysteine.HCl, 50 mL	1
Svart reagensrør, 15 mL	1
Sentrifugerør uten lokk, 1,5 mL	1
Begerglass i plast, 25 mL	1
Erlenmeyerkolbe, 100 mL	1



Til oppgave P3 (i den grå kurven, hvis ikke det er spesifisert)

Personal equipment	Quantity
Laboratoriestativ (på benken) med: Hvitt papirark Byretteklemme Byrette, 25 mL	1 (each)
Volumetrisk glasspipette, 50 mL (på benken, i pipetteholder)	1
Volumetrisk glasspipette, 10 mL (på benken, i pipetteholder)	1
Glasstrakt	1
Målesylinder, 5 mL	1
Titrerkolbe (rundkolbe med flat bunn og vid hals), 250 mL	2
Erlenmeyerkolbe, 250 mL	1
Glasstrakt med fritt, porøstet S1 (blått merke)	1
Begerglass, 100 mL	2
Begerglass, 250 mL	1
Liten plastpipette, tynn hals	2
Stor plastpipette, tykk hals, med volummarkører	1
Lynlåspose med 5 pH-papir og 1 pH skala	1
Lynlåspose med 5 absorberende papirbiter	1
Waste catex plastflaske (på benken)	1

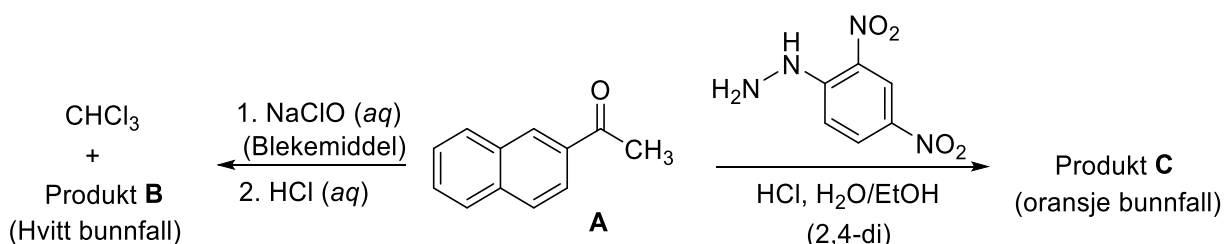


Praktisk oppgave P1	Spørsmål	1.1	1.2	utbytte	sm.p	Total
	14 % av totalen	Poeng	4	16	20	10
	Score					

Oppgave P1. Haloform-reaksjonen med blekemiddel

Kjemiske påvisningsreaksjoner brukes til å identifisere funksjonelle grupper i ukjente forbindelser. I denne oppgave skal du undersøke to påvisningsreaksjoner på stor skala (preparatory scale). Utgangsstoffet er (2-naftyl)etanon (**A**).

- Haloform-reaksjonen fungerer på metylketoner ved å la metylketonet reagere med en vandig løsning av hypohalitt. Da dannes det en karboksylsyre (produkt **B**) og en haloform (trihalometan).
- I 2,4-di-testen (kalles også Bradys test, og er en sur løsning av 2,4-dinitrofenylhydrazin) reagerer karbonylgruppen i et aldehyd eller et keton og danner et oransje bunnfall av hydrazon (produkt **C**).



P1.1 Tegn strukturen til produkt **B** og **C**.

Produkt B	Produkt C
------------------	------------------

Merk:

- Den totale poengsummen blir basert på R_f -verdiene til produkt **A** og **B** beregnet fra TLC-platen du skal levere og fra kvaliteten og mengden på stoffene **B** og **C** som du leverer inn.
- Kvaliteten på produktene blir bedømt ut i fra TLC-platen og smeltepunktene.
- Mengden hypokloritt-løsning du har fått utlevert er ikke nok til å omdanne alt utgangsstoff **A** til produkt **B**. Du skal få tak i ureagert reaktant **A** ved hjelp av en syre/base-ekstraksjon og isolere

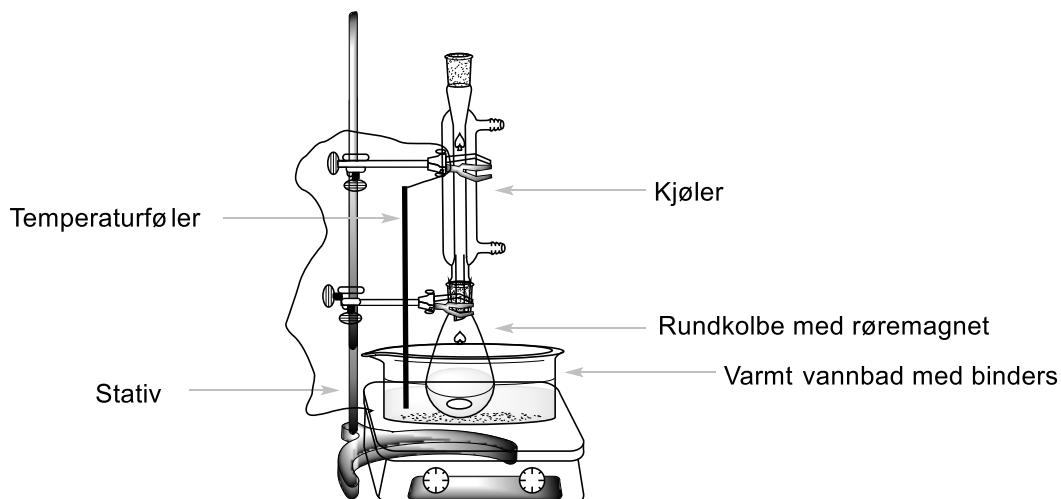


hydrazonet **C** etter reaksjonen med 2,4-di. Poengsummen blir satt på det totale utbyttet av **B** og **C**.

Fremgangsmåte

I. Haloform-reaksjon

1. Skru på rørerens og sett hastigheten til 540 rpm. Senk temperaturføleren ned i vannet, nesten til bunnen, og la ledningen hvile på den øverste klemmen. Sett temperaturen til 80 °C.
2. Overfør 0,500 g (2-naftyl)etanon fra dramsglasset merket **Reactant A** til en 50 mL rundkolbe med en røremagnet. Mål opp 3 mL etanol (fra spruteflasken på benken) i en målesylinder, og bruk en glasspipette til å overføre det som er igjen av reaktant **A** kvantitativt til rundkolben.
3. Sett rundkolben i vannbadet. Sett kjølekolben på toppen. (Det er nok med luftkjøling; du behøver ikke å koble vann til kjøleren.) Fest kjøleren forsiktig med den øverste klemmen som vist på Figur 1. Vent til forbindelse **A** er løst opp.



Figur 1. Oppsett for oppvarming av reaksjonsblandingen i vannbadet.

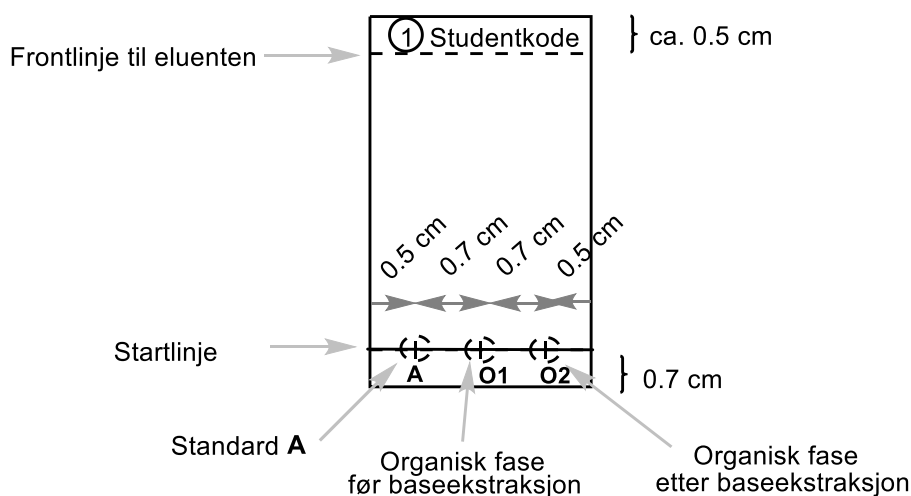
4. Når temperaturen i vannbadet når 75 °C, tilsettes forsiktig alt NaClO-løsningen (merket **Bleach**) til reaksjonsblandingen gjennom toppen av kjøleren ved hjelp av en glasstrakt. Reaksjonsblandingen skal stå i 60 minutter med varming. Temperaturen bør være mellom 75 og 80 °C.
5. Skru så av varmingen. Løsne den øverste klemmen litt, og hev kolben slik at den er ute av vannet. (*Forsiktig!* Ta bare på klemmene, kolben er varm.) La reaksjonsblandingen avkjøles i 15 minutter.

II. Opparbeiding av reaksjonsblandingen

1. Sett skilletrakten i metallringen og sett en 50 mL erlenmeyerkolbe (uten slip) under den. Ved hjelp av glasstrakten heller du den avkjølte reaksjonsblandingen over i skilletrakten. Fjern røremagneten fra trakten ved hjelp av pinsetten. Mål opp 5 mL etylacetat (**EtOAc**) og bruk dette til å skylle reaksjonskolben. Overfør dette til skilletrakten med en glasspipette.
2. Gjennomfør en ekstraksjon. La fasene separeres. Samle opp vannfasen i erlenmeyerkolben (50 mL) som du har under skilletrakten. Bruk glasstrakten og hell den organiske fasen fra toppen av skilletrakten over i en 25 mL erlenmeyerkolbe. Ta vare på begge fasene!



3. Bruk glasstrakten og hell vannfasen fra 50 mL erlenmeyerkolben tilbake i skilletrakten. Mål opp ytterligere 5 mL etylacetat og repeter ekstraksjonen (trinn II.2). Samle den organiske fasen i 25 mL erlenmeyerkolben. Ta vare på begge fasene!
4. Gjør klar TLC-platen. Sjekk den før du starter. Hvis platen er skadet, men ubrukt, kan du få en ny uten å bli trukket for det. Bruk en blyant til å tegne startlinjen og markere hvor prøvene skal avsettes. Skriv tallet **1** i en sirkel og studentkoden din på toppen av TLC-platen, slik det er vist i Figur 2. Løs opp prøven av utgangsstoffet (2-naftyl)etanon i dramsglasset (merket **Standard A**) i omtrent 2 mL etanol (omtrent 1 full pipette). De tre startflekkene merkes **A**, **O1** og **O2**. Sett av 1 μL (tilsvarende en gang med kapillærrøret på 5 μL) med standard **A** på den første flekken og den samlede organiske fasen fra trinn II.3 (**O1**). Du vil sette på **O2** litt senere i forsøket.



Figur 2. Instruksjoner for TLC-platen.

2. Ekstraher den kombinerte organiske fasen to ganger med 5 mL 5 % Na_2CO_3 -løsning. Samle vannfasen i den samme erlenmeyerkolben som vannfasen fra den første ekstraksjonen.
3. Vask organiske fasen som er igjen i trakten med 5 mL destillert vann. Samle vannfasen med alle de andre vannfasene. Hell organiske fasen (**O2**) gjennom toppen av skilletrakten over i en 50 mL erlenmeyerkolbe med slip. Sett av 1 μL av løsningen **O2** på TLC-platen du laget i trinn II.4 (Plate 1).
4. Gjennomfør TLC-analysen. Bruk et 50 mL begerglass og ha oppi omtrent 2 mL **TLC eluent**. Sett TLC-platen oppi og dekk begerglasset med petriskålen. La eluenten vandre til den er omtrent 0,5 cm fra toppen av platen. Bruk pinsetten til å ta TLC-platen ut og tegn på frontlinjen til eluenten med blyant. La platen lufttørke. Plasser TLC-platen under UV-lampen i avtrekksskapet og marker alle flekkene ved å sette en ring rundt med blyant. Beregn R_f -verdien for reaktant **A** og produkt **B**. Oppbevar TLC-platen i en plastpose.

Merk 1: Produkt **B** kan lage en lang hale på TLC-platen. Pass derfor på at du ikke har på en for stor flekk.

Merk 2: I noen tilfeller kan man se to svake flekker som skyldes biprodukter i organiske fasene **O1** og **O2**. Hvis du ser dette, beregner du R_f -verdiene til de(n) kraftigste flekken(e).

Merk 3: Hvis organiske fasen **O2** fortsatt inneholder både utgangsstoffet **A** og produktet **B**, gjentar du ekstraksjonen med Na_2CO_3 -løsningen og vann (trinn II.5 og II.6). Hvis du gjør dette, skal du også levere inn en ny TLC-plate hvor du avsetter standard **A** og den organiske fasen **O2** etter



den nye ekstraksjonen (Plate 2). Merk platen med tallet **2** i en sirkel og din studentkode øverst på platen. Bytt ut eluenten før du kjører TLC-plate 2.

P1.2 Svar på følgende spørsmål om din(e) plate(r). Bruk plate 1 til å beregne R_f -verdier for standard **A** og produkt **B**. Oppgi svaret med 2 desimaler.

Basert på TLC-analysen, inneholder organiskfasen O1 :		
	JA	NEI
Utgangsstoffet A	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Produkt B	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Basert på TLC-analysen, inneholder organiskfasen O2 :		
	JA	NEI
Utgangsstoffet A	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Produkt B	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Beregning av $R_f(\mathbf{A})$		
$R_f(\mathbf{A}) =$		
Beregning av $R_f(\mathbf{B})$		
$R_f(\mathbf{B}) =$		

III. Reaksjonen med 2,4-di

Viktig: Bruk hansker! 2,4-di (Bradys reagens) setter flekker på huden og alle overflater. Dersom du søler, må du vaske umiddelbart med etanol! Bytt hansker hvis det er nødvendig.

Varm vannbadet til 80 °C på forhånd. Ha røremagneten i 50 mL erlenmeyerkolben som inneholder organiskfasen **O2** fra trinn II.6, og tilsett 0,300 g 2,4-dinitrofenylhydrazin (**DNPH**). Bruk en målesylinder til å måle opp 10 mL etanol. Bruk en glasspipette og vask dramsglasset med 5 x 2 mL etanol slik at du får med all **DNPH** over i erlenmeyerkolben. Sett erlenmeyerkolben i det varme vannbadet og sett kjøleren på toppen (på samme måte som i figur 1). Kjøleren må være vasket med etanol. Gjennom toppen av kjøleren, tilsettes 3 mL 20 % HCl ved hjelp av en trakt, og blandingen røres 80 °C i 2 minutter. Små oransje krystaller av produkt **C** vil dannes. Skru så av varmingen. Løsne den øverste klemmen litt, og hev kolben slik at den er ute av vannet. (*Forsiktig!* Ta bare på klemmene, kolben er varm.) La reaksjonsblandingen avkjøles i 15 minutter. Til slutt setter du kolben i et kaldt vannbad (lages ved å ha kaldt vann fra springen i et 150 mL begerglass).

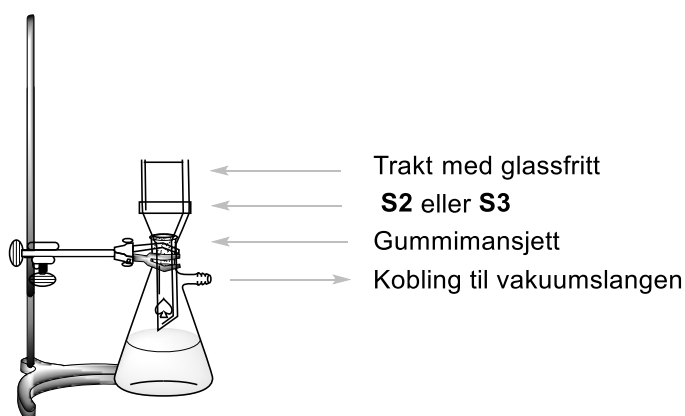
IV. Isolering av produktene

- Sjekk pH i den samlede vannfasen fra trinn II.6. Surgjør den forsiktig med 20 % HCl-løsning mens du rører med en glasstav (Det trengs omtrent 2 mL HCl-løsning). Den endelige pH-verdien skal være 2 (sjekk med pH-papiret). Produkt **B** dannes som et hvitt bunnfall.
- Gjør klar utstyret til vakuumfiltrering (Figur 3) med glasstrakten med fritt **S2** (merket med hvit lapp) og fest sugokolben til stativet med den lille klemmen. Koble sugokolben til vakuumslangen. Hell



suspensjonen av produkt **B** (trinn IV.1) i glasstrakten, la det faste stoffet synke ned og sett på vakuemet. *Merk:* si i fra til labassistenten før og etter hver gang du bruker vakuemet! Vask det faste stoffet to ganger med 6 mL destillert vann, til væsken som drypper fra trakten har en pH-verdi på omtrent 6. La luft suges gjennom trakten i 5 minutter for å tørke produktet litt. Koble fra vakuumslangen. Bruk en spatel til å overføre det hvite produktet B til dramsglasset som er merket **studentkode B** og la det stå åpent på benken for å tørke. Hell filtratet i utslagsvasken og vask sugokolben.

Merk: Vær forsiktig så du ikke skraper av glassfritten sammen med produktet!



Figur 3. Oppsett for vakuumfiltrering.

3. Sett opp utstyret til vakuumfiltrering med trakten med glassfritt **S3** (merket med oransje lapp) på samme måte som i IV.2. Hell suspensjonen av produkt **C** (trinn III) i trakten, vent en liten stund og åpne så vakuumslangen. **IKKE** rør eller skrap oppi trakten mens du filtrerer og vasker, da kan det faste stoffet gå gjennom filteret. Vask bunnfallet tre ganger med 5 mL etanol (15 mL etanol totalt) til væsken som drypper fra trakten har nøytral pH. La luft suges gjennom trakten i 5 minutter. Koble fra vakuumslangen. Bruk en spatel for å overføre det oransje produktet C til dramsglasset som er merket **studentkode C** og la det stå åpent på benken for å tørke. Hell filtratet på resteflasken merket **Organic waste**.

Merk: Hvis produktet går gjennom filteret, kan du filtrere en gang til. Hvis produktet fortsatt går gjennom filteret, spør du labassistenten om hjelp.

Labassistenten vil samle inn følgende og signere svararket ditt:

- Dramsglassene merket **studentkode B** og **C** med produktene dine.
- TLC-platen(e) i en lukket plastpose merket med din **studentkode**



Det du har levert inn:

Produkt **B**

Produkt **C**

TLC-plate 1

TLC-plate 2 (hvis du trengte)

Signaturer:

Student

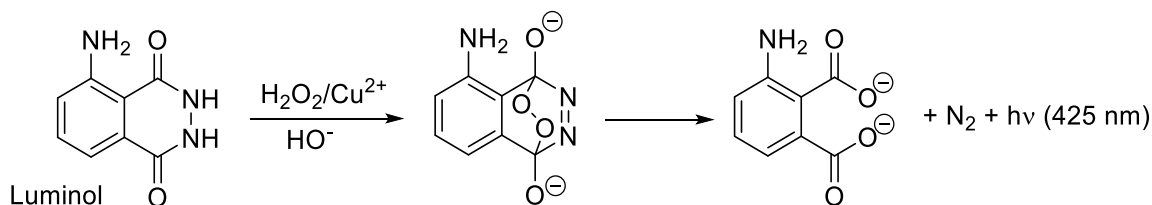
Labassistent



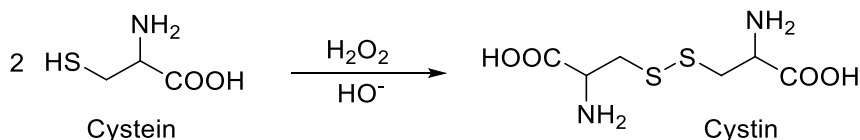
Praktisk oppgave P2 13% av totalen	Spørsmål	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	Total
	Poeng	30	30	7	3	4	6	80
	Score							

Oppgave P2. En lysende klokkeeksjon

Luminol er en kjent kilde til kjemiluminiscens. Sammen med en passende redokskatalysator, f. eks. Cu^{2+} , kan luminol reagere med et oksidasjonsmiddel, som oftest H_2O_2 , og danne produkter med eksiterte elektroner. Produktene emitterer blått lys når overskuddsenergien avgis:



Denne reaksjonen kan gjøres som en klokkeeksjon slik at lyset først kommer etter en viss tid. Ved å tilsette cystein, reduseres Cu(II) til Cu(I) og blir fanget i et Cu(I) -cystein-kompleks som gjør at luminol ikke oksideres. Men denne inhiberingen er bare midlertidig. En rekke reaksjoner fører til at cystein til slutt blir oksidert av H_2O_2 :



Når all cystein er brukt opp, blir Cu(I) igjen oksidert til Cu(II) , og den katalytiske aktiviteten blir gjenopprettet. Dette kan vi observere som et glimt av blått lys (kjemiluminiscens). Tiden det tar før vi ser lysglimtet kan brukes til å undersøke hastigheten til den Cu -katalyserte oksidasjonen av cystein.

Fremgangsmåte

Advarsel: Hold alle løsningene og pipettene dine i god avstand fra varmeplaten!

Små endringer i temperaturen medfører ikke noe problem, for resultatene dine blir bedømt ut i fra den temperaturen du oppgir å ha målt. Du vil ikke miste poeng hvis de ulike forsøkene er målt ved ulik temperatur. Likevel må du unngå altfor store temperatursvingninger, noe som kan skje hvis du setter løsningne eller pipettene for nærme varmeplaten.

Merk: Oppgi alle verdier med det antall gjeldende siffer eller desimaler som oppgaven ber om. Hvis du runder av for mye, blir det umulig å skille et riktig svar fra et galt svar.



Generelle kommentarer til eksperimentet

I del I skal du fortynne to stamløsninger som er delt ut som konsentrat. I del II skal du måle reaksjonstiden for klokkeeksperimentet for to ulike sett med konsentrasjoner slik det er vist i tabellen nedenfor:

	Volum i det svarte reagensrøret			I sentrifugerøret	
	Vann	Luminol i NaOH	Cys dil.	Cu	H ₂ O ₂ dil.
Kons. sett #1	3,00 mL	2,50 mL	3,30 mL	0,50 mL	0,70 mL
Kons. sett #2	3,30 mL	2,50 mL	3,30 mL	0,50 mL	0,40 mL

Det anbefales at du gjennomfører et testforsøk for å bli kjent med prosedyren før du begynner de faktiske målingene.

Fordi reaksjonshastigheten er temperaturavhengig, må du notere den faktiske temperaturen etter hvert eneste forsøk. Temperaturen i reaksjonsblandingen skal måles UMIDDELBART ETTER at du har målt tiden det tok å få frem det blå lysglimt.

Når du skal gjøre beregninger, må temperaturen du leste av i displayet korrigeres ved å legge til termometerets kalibreringskonstant. Denne konstanten er skrevet på et papir som ligger i kurven til oppgave 2.

Deretter må hver reaksjonstid $t(x \text{ } ^\circ\text{C})$ målt ved temperatur $x \text{ } ^\circ\text{C}$ (kalibrert) gjøres om til den reaksjonstiden $t(25 \text{ } ^\circ\text{C})$ man ville fått ved $25 \text{ } ^\circ\text{C}$. Denne normaliseringen gjøres ved å gange din reaksjonstid $t(x \text{ } ^\circ\text{C})$ med normaliseringskoeffisienten $n_{x \rightarrow 25}$:

$$t(25 \text{ } ^\circ\text{C}) = n_{x \rightarrow 25} t(x \text{ } ^\circ\text{C})$$

Verdiene for normaliseringskoeffisienten $n_{x \rightarrow 25}$ ved ulike temperaturer er oppgitt i tabell P2 i slutten av denne oppgaven.

I. Fortynning av konsentrerte stamløsninger

Løsningene av H₂O₂ (2,00 mol/L) og cystein (0,100 mol/L) er merket **H₂O₂ conc.** og **Cys conc.** Bruk glasspipetten på 5 mL og en 50 mL målekolbe til å fortynne 5,00 mL av hver av løsningene til 50,00 mL med destillert vann, og ha de fortynnede løsningene på flaskene som er merket **H₂O₂ dil.** and **Cys dil.**

Når du skal måle opp de ulike volumene i de følgende trinnene, er det viktig at du bruker en bestemt gradert pipette til hver flaske. Pipettene på 5 mL er til **Luminol in NaOH**, **Cys dil.**, and **Water**. Pipettene på 1 mL er til **Cu** (2,00 mmol/L) og **H₂O₂ dil.**

II. Fremgangsmåte for klokkeeksperimentet

Merk: Les hele del II nøye før du begynner eksperimentet.

1. Sett det svarte reagensrøret i erlenmeyerkolben slik at det står støtt. Ved å bruke de riktige pipettene, fyller du reagensrøret med de riktige mengdene med **Water**, **Luminol in NaOH** og **Cys dil.** løsninger.



- Sett det lille sentrifugerørret i det lille begerglasset av plast. Ha i de riktige mengdene **Cu**-løsning og **H₂O₂ dil.**-løsning.
- Umiddelbart** putter du det lille sentrifugerørret oppi det svarte reagensrørret – **forsiktig, uten at løsningene blandes!**
- Sett lokket på reagensrørret. Pass på at lokket er ordentlig på, du skal nemlig riste rørret. **Advarsel: Ikke skru så hardt til** at lokket ødelegges og rørret vil lekke. Hvis dette skjer, må du spørre om et nytt rør (og det ville telle som en erstatning).
- Ha stoppeklokken klar i den ene hånden. Med en gang du begynner å riste reagensrørret, starter du klokken. Du må riste kraftig i 10 sekunder, slik at de to løsningene blandes godt nok. Det er svært viktig at du rister lenge nok.
- Sett reagensrørret tilbake i erlenmeyerkolben, ta av lokket og følg nøye med på løsningen i rørret. Det kan hjelpe å skygge med hånden. Etter en stund, vil du se et blått lysglimt i hele løsningen. Da skal du stoppe tidtagningen.
- Umiddelbart setter du det digitale termometeret ned i det svarte reagensrørret. Vent til verdien stabiliseres (typisk 10-30 s) og noter reaksjonstiden og temperaturen i blandingen..
- Bruk pinsetten til å få det lille sentrifugerørret ut av det svarte reagensrørret. Etter hvert eksperiment tømmer og vasker du begge rørene og tørker dem med tørkepapir.

Målte verdier og beregninger

P2.1 I tabellen nedenfor, skal du skrive ned de eksperimentelle dataene fra konsentrasjonssett #1. Så skal du legge til termometerets kalibreringskonstant. Slå opp normaliseringskoeffisienten $n_{x \rightarrow 25}$ for hver temperatur i tabell P2 og beregn reaksjonstiden normalisert til 25 °C. Hvis temperaturen du har ikke står i tabell P2, får du verdien til $n_{x \rightarrow 25}$ fra labassistenten.

Merk: Akkurat som for en titrering, er usikkerheten i verdiene $\pm 0,1$ mL; usikkerheten i de normaliserte tidene for konsentrasjonssett #1 er ± 2.3 s.

(Gjør så mange replikater som du synes du trenger. Det er ikke nødvendig å fylle inn alle radene. Poengene blir gitt for den verdien du oppgir som endelig verdi.)

	Replikat	Reaksjonstid [s] 1 desimal	Temperatur i displayet [°C] 1 desimal	Korrigert temperatur [°C] 1 desimal	Reaksjonstid normalisert til 25 °C [s] 3 gjeldende siffer
Kons. sett #1	1				
	2				
	3				
	Endelig verdi for normalisert reaksjonstid for konsentrasjonssett #1				



P2.2 I tabellen nedenfor skal du skrive ned de eksperimentelle dataene, den korrigerede temperaturen og beregne reaksjonstiden normalisert til 25 °C for konsentrasjonssett #2.

Merk: Akkurat som for en titrering, er usikkerheten i verdiene $\pm 0,1$ mL; usikkerheten i de normaliserte tidene for konsentrasjonssett #2 er $\pm 3,0$ s.

(Gjør så mange replikater som du synes du trenger. Det er ikke nødvendig å fylle inn alle radene. Poengene blir gitt for den verdien du oppgir som endelig verdi.)

	Replikat	Reaksjonstid [s] 1 desimal	Temperatur i displayet [°C] 1 desimal	Korrigert temperatur [°C] 1 decimal place	Reaksjonstid normalisert til 25 °C [s] 3 gjeldende siffer
Kons. sett #2	1				
	2				
	3				
	Endelig verdi for normalisert reaksjonstid for konsentrasjonssett #2				

P2.3 Basert på fremgangsmåten og konsentrasjonen til stamløsningene (står i kjemikalielisten og i del I av fremgangsmåten), skal du beregne startkonsentrasjonen av cystein, kobber og H_2O_2 i begge konsentrasjonssettene.

Gjør om de endelige verdiene for reaksjonstiden (t_1 og t_2) fra P2.1 og P2.2 til minutter og beregn den korresponderende reaksjonshastigheten (v_1 og v_2), uttrykt som forbruk av cystein-konsentrasjon i mmol/(L·min). Du kan anta at hastigheten til cysteinforbruket er konstant i forsøket.

Hvis du ikke finner svaret, skriver du inn verdien 11,50 for konsentrasjonssett #1 og 5,50 for konsentrasjonssett #2 og bruker disse videre i beregningene dine.

	Startkonsentrasjon [mmol dm ⁻³] 3 gjeldende siffer			Endelig verdi for reaksjonstid [min] 4 gjeldende siffer	Reaksjonshastighet [mmol/(L · min)] 4 gjeldende siffer
	Cystein	Kobber [Cu]	H ₂ O ₂		
Kons. sett #1					
Kons. sett #2					



P2.4 Anta at uttrykket for reaksjonshastigheten kan uttrykkes som

$$v = k [\text{H}_2\text{O}_2]^p$$

Bruk dine eksperimentelle data til å beregne den partielle reaksjonsordenen p med hensyn på H_2O_2 . Oppgi svaret med 2 desimaler og vis utregningen.

Svar: $p =$

Beregning:

Et riktigere uttrykk for hastighetsloven for forbruket av cystein er mer komplisert og ser slik ut:

$$v = k_1[\text{H}_2\text{O}_2][\text{Cu}] + k_2[\text{Cu}]$$

P2.5 Bruk dataene fra P2.3, se at v er en lineær funksjon av $[\text{H}_2\text{O}_2]$ og finn stigningstallet og konstantleddet til funksjonen. Oppgi begge verdiene med 4 gjeldende siffer. Hvis du ikke finner svaret, skriver du inn verdien 11,50 for både a og b og bruker disse videre i beregningene dine.

Svar (ikke vis beregninger, men ha med benevning):

$$v = a[\text{H}_2\text{O}_2] + b \quad a = \quad b =$$

P2.6 Bruk verdiene fra P2.5 til å finne hastighetskonstantene k_1 og k_2 . Oppgi verdien med 3 gjeldende siffer.

Svar (med benevning):

$$k_1 = \quad k_2 =$$

Beregninger:



Tabell P2. Normaliseringskoeffisienter $n_{x \rightarrow 25}$ for omgjøringen av målte reaksjonstider ved ulike temperaturer til reaksjonstiden ved 25,0 °C.

Temp. °C	Set #1	Set #2
22.0	0.8017	0.8221
22.1	0.8076	0.8274
22.2	0.8135	0.8328
22.3	0.8195	0.8382
22.4	0.8255	0.8437
22.5	0.8316	0.8492
22.6	0.8377	0.8547
22.7	0.8438	0.8603
22.8	0.8500	0.8659
22.9	0.8563	0.8715
23.0	0.8626	0.8772
23.1	0.8690	0.8829
23.2	0.8754	0.8887
23.3	0.8818	0.8945
23.4	0.8884	0.9004
23.5	0.8949	0.9063
23.6	0.9015	0.9122
23.7	0.9082	0.9182
23.8	0.9149	0.9242
23.9	0.9217	0.9303
24.0	0.9285	0.9364
24.1	0.9354	0.9425
24.2	0.9424	0.9487
24.3	0.9494	0.9550
24.4	0.9564	0.9613
24.5	0.9636	0.9676
24.6	0.9707	0.9740
24.7	0.9780	0.9804
24.8	0.9852	0.9869
24.9	0.9926	0.9934
25.0	1.0000	1.0000
25.1	1.0075	1.0066
25.2	1.0150	1.0133
25.3	1.0226	1.0200
25.4	1.0302	1.0268
25.5	1.0379	1.0336
25.6	1.0457	1.0404

Temp. °C	Set #1	Set #2
25.7	1.0536	1.0474
25.8	1.0614	1.0543
25.9	1.0694	1.0613
26.0	1.0774	1.0684
26.1	1.0855	1.0755
26.2	1.0937	1.0827
26.3	1.1019	1.0899
26.4	1.1102	1.0972
26.5	1.1186	1.1045
26.6	1.1270	1.1119
26.7	1.1355	1.1194
26.8	1.1441	1.1268
26.9	1.1527	1.1344
27.0	1.1614	1.1420
27.1	1.1702	1.1497
27.2	1.1790	1.1574
27.3	1.1879	1.1651
27.4	1.1969	1.1730
27.5	1.2060	1.1809
27.6	1.2151	1.1888
27.7	1.2243	1.1968
27.8	1.2336	1.2049
27.9	1.2430	1.2130
28.0	1.2524	1.2212
28.1	1.2619	1.2294
28.2	1.2715	1.2377
28.3	1.2812	1.2461
28.4	1.2909	1.2545
28.5	1.3008	1.2630
28.6	1.3107	1.2716
28.7	1.3207	1.2802
28.8	1.3307	1.2889
28.9	1.3409	1.2976
29.0	1.3511	1.3064
29.1	1.3615	1.3153
29.2	1.3719	1.3243
29.3	1.3823	1.3333

Temp. °C	Set #1	Set #2
29.4	1.3929	1.3424
29.5	1.4036	1.3515
29.6	1.4143	1.3607
29.7	1.4252	1.3700
29.8	1.4361	1.3793
29.9	1.4471	1.3888
30.0	1.4582	1.3983
30.1	1.4694	1.4078
30.2	1.4807	1.4175
30.3	1.4921	1.4272
30.4	1.5035	1.4369
30.5	1.5151	1.4468
30.6	1.5267	1.4567
30.7	1.5385	1.4667
30.8	1.5503	1.4768
30.9	1.5623	1.4869
31.0	1.5743	1.4972
31.1	1.5865	1.5075
31.2	1.5987	1.5179
31.3	1.6111	1.5283
31.4	1.6235	1.5388
31.5	1.6360	1.5495
31.6	1.6487	1.5602
31.7	1.6614	1.5709
31.8	1.6743	1.5818
31.9	1.6872	1.5927
32.0	1.7003	1.6038
32.1	1.7135	1.6149
32.2	1.7268	1.6260
32.3	1.7402	1.6373
32.4	1.7536	1.6487
32.5	1.7673	1.6601
32.6	1.7810	1.6716
32.7	1.7948	1.6833
32.8	1.8087	1.6950
32.9	1.8228	1.7068
33.0	1.8370	1.7186



Praktisk oppgave P3 13 % av totalen	Spørsmål	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	
	Poeng	3	20	2	2	16	
	Score						
	Spørsmål	3.6	3.7	3.8	3.9	3.10	Total
	Poeng	4	20	2	4	2	75
	Score						

Oppgave P3. Identifisering av ukjent mineralvann

Slovakia er kjent for sine mange varme kilder og kilder for mineralvann. Mineralvannet blir solgt med og uten tilsetning av kullsyre. Kildevannet inneholder hverken nitritter, nitrater, fosfater, fluorider eller sulfider. I tillegg er det hverken jern eller mangan i vannet.

På emballasjen finner man konsentrasjonen av de viktigste ionene (i mg/L).

Din oppgave er å finne ut hvilket mineralvann (merkenavn fra Tabell P3.1) du har fått utdelt.

Merk: CO₂ er fjernet fra prøven.

Tabell P3.1. Konsentrasjonen (i mg/L) av ioner i et utvalg slovakiske mineralvann. (Tallene er hentet fra produsentene.)

Nr.	Merkenavn	Konsentrasjonen av ion, mg/L						
		Ca ²⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	K ⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	HCO ₃ ⁻
1	Kláštorná	290	74	71	16	15	89	1 341
2	Budišská	200	50	445	50	25	433	1 535
3	Baldovská	378	94	90	0	78	215	1 557
4	Santovka	215	67	380	45	177	250	1 462
5	Slatina	100	45	166	40	104	168	653
6	Fatra	45	48	550	16	36	111	1 693
7	Ľubovnianska	152	173	174	5	10	20	1 739
8	Gemerka	376	115	85	0	30	257	1 532
9	Salvator	473	161	214	30	116	124	2 585
10	Brusnianska	305	101	187	35	59	774	884
11	Maxia	436	136	107	18	37	379	1 715

**Merk:**

- Bruk symbolene som er gitt i teksten når du gjør utregninger.
- Du har fått en suspensjon av et ionebyttemateriale (**Catex**) ladet med H⁺-ioner. Bruk den store plastpipetten til overføring av den. Du kan tilsette mer vann fra spruteflasken, hvis det trengs (den skal ikke bli tørr).
- Konsentrasjoner av standardløsningene:
 $c(\text{NaOH}) = 0,2660 \text{ mol/L}$ $c(\text{EDTA}) = 5,965 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$

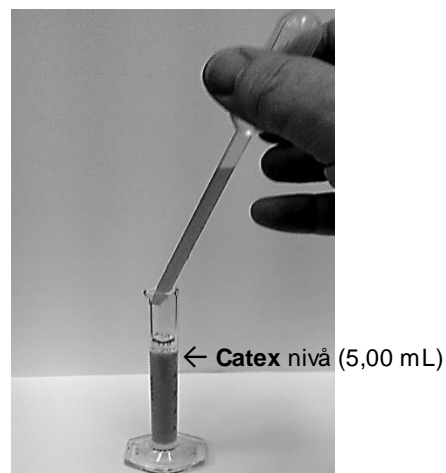
Framgangsmåte

1.a Mål opp 5,00 mL catex i målesylinderen (volum V1). Bruk ionebyttet vann til å overføre catexen kvantitativt til en rundkolbe med flat bunn og vid hals (titrerkolbe). Tilsett en passelig mengde ionebyttet vann, slik at det blir enkelt å swirle og observere fargen på løsningen over catexen.

1.b Tilsett 3–4 dråper med **BTB**-indikator (bromtymolblått) og omtrent 1 g (en halv skje) med fast NaCl. Når saltet er oppløst må du titrere løsningen med natriumhydroksid (volum V2) slik at fargen går fra gul til blå. Når du nærmer deg ekvivalenspunktet må du titrere sakte og blande godt slik at all analytten fra skjelettet i catexen får diffundert ut i løsningen. Repeter så mange ganger du synes er nødvendig.

1.c Etter titreringen skal du helle ut vannet over catexen forsiktig (dekantere) og kaste suspensjonen av catex i **Waste catex**-boksen.

P3.1 Skriv ned alle kjemiske reaksjoner som skjer i steg 1. Bruk R-H som formel for catexen i H⁺-konfigurasjon. Bruk HInd som formel for indikatoren.





P3.2 Fyll inn de eksperimentelle verdiene fra steg 1. Til slutt skriver du ned verdien du vil bruke videre.

(Du trenger ikke å fylle inn alle radene.)

Titring Nr.	Catex-volum V1 [mL]	Titervolum NaOH V2 [mL]
1	5,00	
2		
3		
Din verdi V2 4 gjeldene siffer.		

P3.3 Bruk din verdi av V2 til å regne ut ionebyttekapasiteten per volum (ion exchange volume capacity) $Q_v(\text{H}^+)$ i mmol/mL.

Utgning:

Hvis du ikke klarer å finne en verdi for $Q_v(\text{H}^+)$, kan du bruke 1,40 mmol/mL videre i utregningene dine.

2.a Bruk målesylinderen til å måle opp 5,00 ml med catex (volum V3). Overfør catexen kvantitativt til begerglasset (250 mL). Mål opp 50,00 mL (volum V4) av vannprøven din med en pipette og tilsett det til catexen. La blandingen stå i omtrent 5 minutter, swirl i blant. Bruk erlenmeyerkolben til å samle opp filtratet. Sett trakten med fritt (porøsitet **S1**) i halsen på i erlenmeyerkolben og filtrer catexen gjennom fritten. Vask med ionebyttet vann til filtratet som kommer gjennom har nøytral pH (sjekk med pH-papir). Kast filtratet.

2.b Bruk ionebyttet vann til å overføre catexen kvantitativt fra fritten til en titrerkolbe.

2.c Tilsett 3–4 dråper med BTB og omtrent 1 g (en halv skje) med fast NaCl. Når saltet er oppløst må du titrere løsningen med natriumhydroksid (volum V5) til fargen går fra gul til blå. Repeter så mange ganger du synes er nødvendig.

2.d Etter titreringen skal du helle ut vannet over catexen forsiktig (dekantere) og kaste suspensjonen av catex i **Waste catex**-boksen.

P3.4 Skriv reaksjonsligninger for ionebyttreaksjonene. Monovalente og divalente ioner skal forkortes til henholdsvis M^+ og M^{2+} .



3. Pipetter ut 10,00 mL (V6) av prøven til en titrerkolbe og tilsett ca. 25 mL ionebyttet vann. Juster pH ved å tilsette 3 mL av bufferløsningen. Tilsett en spatelspiss av indikatoren eriokromsvart T (EBT) og titrer med standardløsningen med EDTA fra vinrød til blå (V7).

P3.7 Fyll inn de eksperimentelle verdiene fra steg 3 i tabellen. Til slutt skriver du ned verdien du vil bruke videre.

(Du trenger ikke fylle inn alle radene)

Titrering Nr.	Prøvevolum V6 [cm ³]	Titervolum EDTA, V7 [cm ³]
1	10,00	
2		
3		
Din verdi V7 4 gjeldende siffer		

P3.8 Bruk din verdi for V7 til å regne ut den molare konsentrasjonen av M²⁺-kationer i mineralvannet, c(M²⁺), i mmol/L.

Utregning:

Hvis du ikke finner fram til en verdi for c(M²⁺), kan du bruke 15,00 mmol/L videre i oppgaven.

4. Bruk Tabell P3.2 for å identifisere mineralvannet.

P3.9 Skriv inn dine eksperimentelle verdier fra 3.6 og 3.8 i Tabell P3.2. Marker alle verdiene for c(M²⁺) og c*(M⁺) som er i nærheten av dine eksperimentelle verdier (±10 %) med en hake (✓) i kolonnene til høyre.



Tabell P3.2

Mineralvann		Opplysninger fra leverandøren			Passer med eksperimentelle data	
Nr.	Merkenavn	$c(M^{2+})$ [mmol/L]	$c(M^+)$ [mmol/L]	Total- konsentrasjonen av kationer beregnet som $M^+, c^*(M^+)$ [mmol/L]	Passer $c(M^{2+})$	Passer $c^*(M^+)$
Dine verdier			XXX		XXX	XXX
1	Kláštorná	10,30	3,50	24,1		
2	Budišská	7,06	20,63	34,7		
3	Baldovská	13,32	3,91	30,5		
4	Santovka	8,13	17,67	33,9		
5	Slatina	4,35	8,25	16,9		
6	Fatra	3,11	24,32	30,5		
7	Ľubovnianska	10,92	7,70	29,5		
8	Gemerka	14,13	3,70	32,0		
9	Salvator	18,46	10,07	47,0		
10	Brusnianka	11,79	9,03	32,6		
11	Maxia	16,50	5,11	38,1		

P3.10 Avgjør hvilket mineralvann du har fått utdelt basert på resultatene dine. Merk den/de som passer med en hake (✓) mellom tallet og navnet.

Nr.		Merkenavn	Nr.		Merkenavn
1		Kláštorná	7		Ľubovnianska
2		Budišská	8		Gemerka
3		Baldovská	9		Salvator
4		Santovka	10		Brusnianka
5		Slatina	11		Maxia
6		Fatra	12		other



Erstattede kjemikalier og utstyr

Ting eller hendelse	Minuspoeng	Signatur	
		Student	Lab-assistent
	0 pt		