

40<sup>e</sup> Internationale  
Chemieolympiade

# Practicumopdrachten

15 juli 2008  
Budapest, Hungarije

# Instructies

- Deze opdracht bestaat uit **10 pagina's en 5 antwoordbladen** (8+4 voor opdracht 1-2, 2+1 voor opdracht 3).
- Je hebt **3 klokuren** om **opdracht 1 en 2** te doen. Daarna moet je de practicumzaal verlaten voor een korte pauze. In de tussentijd vervangt de zaalassistent het glaswerk en de chemicaliën op je werkplek. Na de korte pauze krijg je nog **twee klokuren** om **opdracht 3** uit te voeren.
- Je mag pas beginnen met dit practicum nadat het START-signal gegeven is. Je moet ogenblikkelijk na het 'stop'sein stoppen met je werk. Als je nog langer dan 3 minuten doorgaat, word je gediskwalificeerd voor het practicum.
- Houd je aan de **veiligheidsregels** uit de bundel met voorbereidingsopdrachten. In de practicumzaal moet je altijd een **veiligheidsbril** dragen. Het gebruik van de **pipetteerballon** bij pipetteren is verplicht. Bij het gebruik van organische vloeistoffen moet je **veiligheidshandschoenen** dragen.
- Bij overtreding van deze regels krijg je **één waarschuwing**. Een volgende overtreding betekent einde practicumtoets en een totaalscore van nul punten.
- Heb je vragen over veiligheid, apparatuur, chemicaliën, organisatie, of moet je naar het toilet, informeer bij de zaalassistent.
- Gebruik alleen de pen en de rekenmachine die je gekregen hebt.
- Schrijf je **naam en studentcode** (voeg je nummer toe aan de landcode) op elk antwoordblad. Maak de antwoordbladenbundel niet los, maar laat het als één pakket.
- Geef antwoorden en berekeningen binnen de aangegeven kaders. Alles buiten de kaders wordt niet beoordeeld. Geef alle relevante berekeningen. Als je kladpapier nodig hebt kun je daarvoor de achterzijde van de antwoordbladen gebruiken.
- Als je bepaald glaswerk vaker wilt gebruiken tijdens je experimenten dan moet je dit zelf goed schoonmaken. Gebruik daarvoor de dichtstbijzijnde wasbak.
- Gebruik de gelabelde **afvalvaten** in de zuurkast voor het verwijderen van de organische (rest)vloeistoffen van opdracht 1 en alle (rest)vloeistoffen van opdracht 3.
- Het aantal **significante cijfers** bij de numerieke antwoorden moet voldoen aan de regels, gesteld in een foutendiscussie. Afwijken hiervan levert strafpunten op, ook al voer je het experiment perfect uit.
- Chemicaliën en laboratoriummateriaal worden in principe niet **vervangen of aangevuld**. Indien je dat toch wilt of nodig vindt, wordt daar de eerste keer straffeloos gevolg aan gegeven. Ieder volgend verzoek van je levert een **aftrek van 1 punt** op van de in het totaal 40 punten voor het practicum.
- Als je een gedeelte van het practicum afgesloten hebt, moet je de betreffende antwoordbladen in de daarvoor bestemde envelop doen. Plak de envelop niet dicht.
- Een officiële Engelstalige versie is –alleen ter verduidelijking– bij de zaalassistent op verzoek beschikbaar.

# Apparatuur en benodigheden

## Voor gemeenschappelijk gebruik in het lab:

- Verwarmingselement ingesteld op 70 °C (staat in de zuurkast)
- Gedestilleerd water ( $H_2O$ ) in voorraadtanks (om je sputtfls bij te vullen)
- Latex veiligheidshandschoenen (vraag naar andere als je allergisch bent voor latex)
- Gelabelde afvalcontainers voor opdracht 1 (organische vloeistoffen) en opdracht 3 (alle vloeistoffen)
- Afvalcontainer voor gebroken glaswerk en capillairtjes

## Op iedere werkplek:

- Veiligheidsbril
- Föhn (haardroger)
- Markeerstift (permanent)
- Potlood en lineal
- Stopwatch, vraag de zaalassistent als je uitleg hiervoor nodig hebt. (Na afloop mag je de stopwatch houden.)
- Pincet
- Microspatel
- Glazen roerstaaf
- Witte keramische tegel
- Tissue
- Sputtfls met gedestilleerd water
- 9 Eppendorfbuisjes in een schuimrubber blok
- TLC-plaat in een afgesloten (hersluitbaar) plastic zakje
- Plastic sputt ( $100 \text{ cm}^3$ ) met polypropreen filter
- Pipetteerballon
- 14 Pasteurpipetten met schaalverdeling
- Petrishaal met ingegraveerde studentcode
- Buret
- Buretstandaard en buretklem
- Pipet ( $10 \text{ cm}^3$ )
- 2 Bekerglazen ( $400 \text{ cm}^3$ )
- Bekerglas met horlogeglas en met filterpapier dat gebruikt wordt voor TLC
- 10 Capillairtjes (in bovengenoemd bekerglas met horlogeglas)
- 2 Maatcilinders ( $25 \text{ cm}^3$ )
- 3 Erlenmeyers ( $200 \text{ cm}^3$ )
- Bekerglas ( $250 \text{ cm}^3$ )
- 2 Bekerglazen ( $100 \text{ cm}^3$ )
- Trechter
- Maatkolf ( $100 \text{ cm}^3$ )
- 30 Reageerbuisjes in een rekje\*
- Indicatorpapiertjes met een pH-staalkaart in een (hersluitbaar) plasticzakje\*
- Houten reageerbuisklem\*
- 2 Reageerbuisstopjes\*

\* Worden pas uitgereikt bij opdracht 3

# Chemicaliënlijst

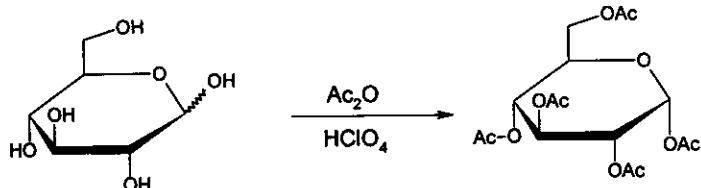
Sets voor 4-6 personen	R zin	S zin
0,025 mol/dm <sup>3</sup> (mol/L) ferroïne-oplossing	52/53	
0,2 % difenylamine, (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH oplossing in conc. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	23/24/25-33-35-50/53	26-30-36/37-45-60-61
0,1 mol/dm <sup>3</sup> K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] oplossing	32	
Puimsteen/kooksteentjes (Pumice)		
<b>Op iedere werkplek:</b>		
50 mg watervrij ZnCl <sub>2</sub> in een klein buisje (in het schuimrubberen blok, gelabeld met een code)	22-34-50/53	36/37/39-26-45-60-61
100 mg β-D-glucopyranose pentaacetaat (gelabeld BPAG)		
3,00 g watervrij glucose, C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> , voorgewogen in een klein potje (CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O in erlenmeyer (12 cm <sup>3</sup> )	10-20/22-34	26-36/37/39-45
(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O in een klein potje (10 cm <sup>3</sup> )	10-20/22-34	26-36/37/39-45
CH <sub>3</sub> COOH in een klein potje (15 cm <sup>3</sup> )	10-35	23-26-45
CH <sub>3</sub> OH in een klein potje (10 cm <sup>3</sup> )	11-23/24/25-39	7-16-36/37-45
30% HClO <sub>4</sub> in CH <sub>3</sub> COOH in een potje (1 cm <sup>3</sup> )	10-35	26-36/37/39-45
1:1 isobutyl-acetaat / isoamyl-acetaat in een klein potje (20 cm <sup>3</sup> ), gelabeld ELUENT	11-66	16-23-25-33
vast K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ].3H <sub>2</sub> O monster met een code in een klein potje	32	22-24/25
ZnSO <sub>4</sub> oplossing gelabeld met een code en concentratie (200 cm <sup>3</sup> )	52/53	61
0,05136 mol/dm <sup>3</sup> Ce <sup>4+</sup> oplossing (80 cm <sup>3</sup> )	36/38	26-36
1,0 mol/dm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> oplossing (200 cm <sup>3</sup> )	35	26-30-45
Monsteroplossingen voor opdracht 3 (worden verstrekt als je aan opdracht 3 begint)	1-26/27/28-32-35-50/53	24/25-36/39-61

# Risico- en Veiligheidszinnen

<b>Risicozinnen voor bijzondere gevaren (R-zinnen)</b>			
1	In droge toestand ontplofbaar.	33	Gevaar voor cumulatieve effecten
10	Ontvlambaar.	34	Veroorzaakt brandwonden.
11	Licht ontvlambaar.	35	Veroorzaakt ernstige brandwonden.
22	Schadelijk bij opname door de mond.	39	Gevaar voor ernstige onherstelbare effecten.
32	Vormt zeer vergiftige gassen in contact met zuren.		
<b>Combinatie van bijzondere R-zinnen</b>			
20/22	Schadelijk bij inademing en bij opname door de mond.	36/38	Irriterend voor de ogen en de huid.
23/24/25	Vergiftig bij inademing, aanraking met de huid, en opname door de mond.	50/53	Zeer vergiftig voor in water levende organismen; kan in het aquatische milieu op langere termijn schadelijke effecten veroorzaken.
26/27/28	Zeer vergiftig bij inademing, aanraking met de huid en opname door de mond.	52/53	Schadelijk voor in water levende organismen en kan in het aquatische milieu op langere termijn schadelijke effecten veroorzaken.
<b>Veiligheidsaanbevelingen (S-zinnen)</b>			
7	In goed gesloten verpakking bewaren.	30	Nooit water op deze stof gieten.
16	Verwijderd houden van ontstekingsbronnen-niet roken.	33	Maatregelen treffen tegen ontladingen van statische elektriciteit.
22	Stof niet inademen.	36	Draag geschikte beschermende kleding.
23	Gas/rook/damp/spuitnevel niet inademen.	45	In geval van ongeval of indien men zich onwel voelt, onmiddellijk een arts raadplegen (indien mogelijk hem dit etiket tonen).
25	Aanraking met de ogen vermijden.	60	Deze stof en/of de verpakking als gevaarlijk afval afvoeren.
26	Bij aanraking met de ogen onmiddellijk met overvloedig water afspoelen en deskundig medisch advies inwinnen.	61	Voorkom lozing in het milieu. Vraag om speciale instructies/veiligheidskaart.
<b>Combinatie van bijzondere S-zinnen</b>			
24/25	Vermijd contact met de huid en met de ogen.	36/37/39	Draag deugdelijke beschermende kleding, handschoenen, en oog/gezichtsbescherming.
36/37	Draag deugdelijke beschermende kleding en handschoenen.		

# Opdracht 1

## Synthese van $\alpha$ -D-glucopyranose-pentaacetaat

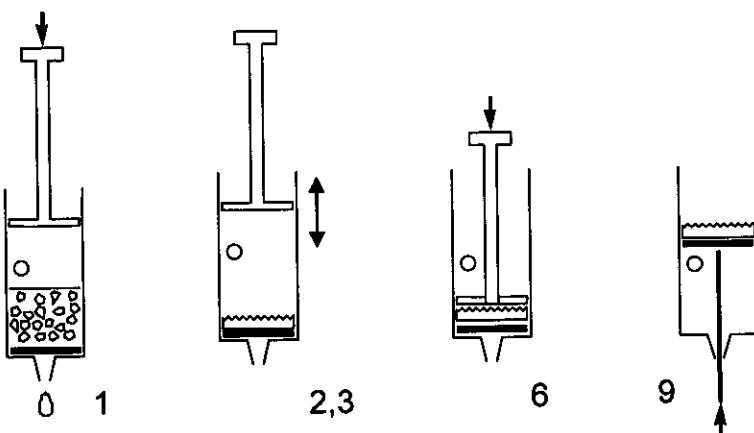


**Opgelet:** Gebruik handschoenen wanneer je met azijnzuur (acetic acid) en azijnzuuranhydride (acetic anhydride) werkt. Laat het de laboratoriumassistenten weten wanneer je hebt gemorst.

Voeg 12 cm<sup>3</sup> (mL) zuiver azijnzuur toe aan 12 cm<sup>3</sup> (mL) azijnzuuranhydride (dat is verstrekt in een erlenmeyer), meng en voeg 3,00 g glucose toe. Voeg met een pasteurpipet 5 druppels 30% HClO<sub>4</sub> opgelost in azijnzuur toe. Na de toevoeging van de katalysator kan het mengsel behoorlijk warm worden. Het azijnzuuranhydride wordt in overmaat toegevoegd.

Dek het mengsel af en laat het gedurende 10 minuten staan. De erlenmeyer af en toe omzwenken (ronddraaien). Giet daarna het mengsel in 100 cm<sup>3</sup> water in een bekerglas. Kras met de glazen roerstaaf langs de wand van het bekerglas om kristallisatie op gang te brengen en laat het gedurende 10 minuten kristalliseren. Filtreer het product en was het twee keer met 10 cm<sup>3</sup> water. Gebruik daarbij de plastic sput en het poreuze polypropeen filtreerschijfje.

### Filtreren met een plastic sput

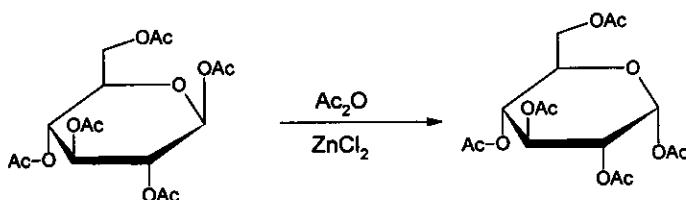


1. Trek de zuiger eruit. Vul de sput van boven met de suspensie die moet worden gefilterreerd. Vul de sput tot de onderkant van het gaatje. Doe de zuiger er weer in.
2. Dek het gaatje af met je vinger en druk de zuiger naar beneden tot het gaatje.
3. Open het gaatje en trek de zuiger omhoog. Zuig geen lucht door het filter.
4. Herhaal de stappen 2-3 net zolang tot de vloeistof eruit is.
5. Herhaal de stappen 1-4 tot alle vaste stof op het filter is.
6. Duw de zuiger tegen het filtreerschijfje en pers de vloeistof eruit.
7. Was het product twee keer met 10 cm<sup>3</sup> water via de stappen 1-4.
8. Duw de zuiger tegen het filtreerschijfje en pers het water eruit.
9. Trek de zuiger er weer uit, met het gaatje afgedekt, om het filtreerschijfje uit de sput te halen. (Duwen met het eind van je spatel kan hierbij helpen.)

- a) Doe je product in de open petrischaal waar je studentcode is ingekrast. Laat het op je tafel liggen. De organisatoren zullen het drogen, wegen en de zuiverheid ervan bepalen.
- b) Bereken de theoretische opbrengst (massa) van je product in g. ( $M(C) = 12 \text{ g/mol}$ ,  $M(O) = 16 \text{ g/mol}$ ,  $M(H) = 1,0 \text{ g/mol}$ )

### Synthese van $\alpha$ -D-glucopyranose-pentaacetaat uit $\beta$ -D-glucopyranose-pentaacetaat

Een alternatieve synthese van  $\alpha$ -D-glucopyranose-pentaacetaat gaat uit van  $\beta$ -D-glucopyranose-pentaacetaat dat gemakkelijk verkrijgbaar is. In dit experiment bestuderen we de kinetiek van deze reactie met dunnelaagchromatografie.



Voeg  $1,5 \text{ cm}^3$  azijnzuuranhydride toe aan  $50 \text{ mg}$  watervrij  $ZnCl_2$  (van te voren afgewogen in een reageerbuis). Voeg  $100 \text{ mg}$  zuiver  $\beta$ -D-glucopyranose-pentaacetaat (BPAG) toe en zorg ervoor dat alle vaste stof is opgelost door de reageerbuis voorzichtig te schudden. Breng drie druppels uit dit mengsel over in een eppendorfbuisje, voeg  $0,5 \text{ cm}^3$  methanol toe en bewaar het.

Plaats de reageerbuis in het verwarmingsapparaat in de dichtstbijzijnde zuurkast. Doe de reageerbuis in het verwarmingsblok dat van te voren is ingesteld op  $70 \text{ }^\circ\text{C}$ . Meng de inhoud van de reageerbuis af en toe. Breng gedurende de reactie een aantal keren een monster van drie druppels uit het mengsel in een eppendorfbuisje. Gebruik hiervoor pasteurpipetten. Neem de monsters na  $2, 5, 10$ , en  $30$  minuten. Meng elk monster onmiddellijk met  $0,5 \text{ cm}^3$  methanol om de reactie te stoppen.

Prepareer een silica TLC-plaat met de verzamelde monsters om de kinetiek van de reactie te bestuderen. Breng ook de referentiestoffen aan die je nodig hebt voor de identificatie van de vlekken op de plaat. Markeer de vlekken met een potlood en ontwikkel de plaat in het isobutyl-acetaat/isoamyl-acetaat (1:1) eluens. Verwarm de plaat met een föhn (haardroger) (in de zuurkast!) om de vlekken zichtbaar te maken (de kleur is stabiel). Als het nodig is voor een juiste evaluatie mag je één keer om een nieuwe TLC-plaat vragen zonder dat het je punten kost.

- c) Maak een schets van je TLC-plaat op het antwoordblad en doe je plaat in het hersluitbare plastic zakje met het label.
- d) Interpreteer de resultaten van je experiment door de vragen op het antwoordblad te beantwoorden.

## Opdracht 2

Hint: De pipet heeft boven een merkteken (ijkstreep) en onder ook één. Stop bij de onderste merkstreep om het exacte volume uit te meten. Dus laat niet alle oplossing eruit lopen.

Als kaliumhexacyanoferraat(II),  $K_4[Fe(CN)_6]$ , wordt toegevoegd aan een oplossing die zinkionen bevat, dan vormt zich onmiddellijk een neerslag. Het is jouw opdracht om uit te vinden wat de stoechiometrische samenstelling (verhoudingsformule) is van het neerslag. Dit neerslag bevat geen kristalwater.

De neerslagreactie is kwantitatief en verloopt zo snel dat hij kan worden gebruikt voor een titratie. Het eindpunt van de titratie kan worden bepaald door gebruik te maken van een redoxindicator, maar eerst moet de concentratie van de kaliumhexacyanoferraat(II)-oplossing worden bepaald.

### Bereiding van de $K_4[Fe(CN)_6]$ oplossing en de bepaling van zijn exacte concentratie.

Los de vaste stof  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$  ( $M = 422,41$  g/mol) op in de kleine erlenmeyer en breng het kwantitatief over in de  $100,00\text{ cm}^3$  (mL) maatkolf en vul aan tot de ijkstreep. Pipetteer  $10,00\text{ cm}^3$  van de kaliumhexacyanoferraat(II)oplossing. Voeg voor de titratie toe:  $20\text{ cm}^3$  van de  $1\text{ mol/dm}^3$  (mol/L) zwavelzuroplossing en twee druppels ferroïne indicatoroplossing. Titreer met de  $0,05136\text{ mol/dm}^3$   $Ce^{4+}$  oplossing. Herhaal de titratie zo vaak als nodig is. In een zuur milieu is  $Ce^{4+}$  een sterke oxidator die bij reactie wordt omgezet tot  $Ce^{3+}$ .

- Vermeld de volumes van de  $Ce^{4+}$  oplossing die nodig waren.
- Geef de reactievergelijking van de reactie die plaatsvindt tijdens de titratie. Wat was de massa van jouw  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$  monster?

### De reactie tussen zinkionen en kaliumhexacyanoferraat(II)

Pipetteer  $10,00\text{ cm}^3$  van de hexacyanoferraat(II)oplossing en voeg  $20\text{ cm}^3$  van de  $1\text{ mol/dm}^3$  zwavelzuroplossing toe. Voeg vervolgens toe: drie druppels indicatoroplossing (difenylamine) en twee druppels  $K_3[Fe(CN)_6]$  oplossing. De indicator is pas actief wanneer het monster wat hexacyanoferraat(III),  $[Fe(CN)_6]^{3-}$ , bevat. Titreer daarom langzaam met de zinkoplossing. Ga door totdat er een blauwachtig violette kleur verschijnt. Herhaal de titratie zo vaak als nodig is.

- Vermeld de volumes van de zinkoplossing die nodig waren.
- Verwerk de titratieresultaten door de vragen te beantwoorden op het antwoordblad.
- Bepaal de verhoudingsformule van het neerslag.

Opmerking: Ook als je niet de theoretisch verwachte uitkomst krijgt, kun je toch de maximale score krijgen.

# Opdracht 3

**Opgelet:** Behandel alle onbekende oplossingen met de nodige voorzichtigheid alsof zij giftig en corrosief zijn. Deponeer de behandelde oplossingen na afloop in het daartoe bestemde afvalvat.

De föhn (haardroger) verwarmt uitgeblazen lucht tot 500 °C. Richt de föhn (haardroger) niet rechtstreeks op lichaamsdelen of brandbare materialen. Wees voorzichtig met het hete uiteinde van de föhn (haardroger).

Breng altijd eerst een kooksteentje in vloeistoffen voordat je ze gaat opwarmen om spatten te vermijden. Richt bij het verwarmen nooit de opening van een reageerbuis op een persoon.

Je hebt acht onbekende waterige oplossingen tot je beschikking. Elke oplossing bevat één enkele verbinding. Dezelfde ionsoort kan in meer dan één oplossing aanwezig zijn. Elke verbinding is opgebouwd uit één soort kationen en één soort anionen uit onderstaande lijst:

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

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

Om de onbekende oplossingen te analyseren, heb je de beschikking over reageerbussen en een verwarmingselement. Behalve gedestilleerd water en pH indicatorpapier zijn geen andere reagentia vorhanden.

Identificeer de verbindingen in de oplossingen 1-8. Je kunt daarvoor onder andere de oplosbaarheidstabel vermeld op de volgende bladzijde gebruiken. Wanneer je niet in staat bent om een ion exact te identificeren, geef dan een zo kort mogelijke lijst van de in jouw ogen nog mogelijke ionen.

## Opmerkingen:

De onbekende oplossingen kunnen kleine onzuiverheden bevatten die erin gekomen zijn door blootstelling aan de lucht. De concentratie van alle oplossingen bedraagt ongeveer 5% (massaprocent). Dit betekent dat wanneer verwacht mag worden dat een neerslag ontstaat, dat dit voor de hoofdcomponenten duidelijk waarneembaar is. In sommige gevallen wordt niet onmiddellijk een neerslag verkregen; sommige stoffen kunnen een tijdje in een oververzadigde oplossing aanwezig blijven voordat ze neerslaan. Trek niet te snel een negatieve conclusie, wacht - indien gewenst - 1 tot 2 minuten. Wees opmerkzaam voor alle signalen die op een reactie kunnen wijzen.

Denk eraan dat het verwarmen van een oplossing alle reacties versnelt en dat het de oplosbaarheid van de meeste stoffen verhoogt. Het verwarmen kan reacties uitlokken die bij kamertemperatuur niet plaatsvinden.

## Oplosbaarheidstabel van een aantal verbindingen (zouten) bij 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>	Cu <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	Sn <sup>2+</sup>	Ag <sup>+</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		1,0	↓	↓	↓			↓
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>			3,6	↓			↓		↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓			↓	
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>		HR					HR							HR	↓	0,41	↓ R	↓	↓		↓	
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>																((Y))						
F <sup>-</sup>	0,13		↓ 0,5		↓	4,0	1,0	↓ (W)	↓ (W)	↓ 1,4	2,6	↓	1,6	↓			↓ 0,16	↓	↓			
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>					0,21										↓ 0,84		↓		↓	↓	↓	
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	HR	↓				↓	↓	↓ (W)	↓ (P)	↓	↓	↓	↓	↓	↓ (Y)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>						↓	↓	↓	↓ (W)	↓ (W)	↓ (P)	↓	↓	↓	↓ (Y)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>							HR	HR	↓ (W)	HR	↓	↓	HR	↓	↓ (Y)	↓	↓	↓	HR	↓	↓	
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>								2,1														
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>		HR						HR	↓ R	HR					0,91	R	R	↓ R				
Br <sup>-</sup>																				0,98		
I <sup>-</sup>														R	↓ R	↓ (Y)	↓ (Y)	↓ (Y)	↓ (B)			

**Leeg vakje:** Oplosbare verbinding

**HR:** Oplosbaar bij kamertemperatuur. In een hete oplossing vindt een reactie plaats met een zichtbaar effect (niet noodzakelijk de vorming van een neerslag).

**R:** Redoxreactie bij kamertemperatuur

**↓:** Onoplosbare verbinding

**HR:** Oplosbaar bij kamertemperatuur. In een hete oplossing vindt een reactie plaats met een zichtbaar effect (niet noodzakelijk de vorming van een neerslag).

**Oplosbaarheid in g (verbinding) per 100 g water. Alleen nauwkeurig bekende waarden voor de oplosbaarheid tussen 0,1 en 4,0 g per 100 g water zijn weergegeven.**

**Neerslagen waarvan de kleur duidelijk verschilt van die van de gehydrateerde ionen:** (**B**) = zwart, (**P**) = paars, (**W**) = wit, ((Y)) = lichtgeel, (Y) = geel.

Naam:

Studentcode: BEL- ...

## Opdracht 1

**10% van het totaal**

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

- a) Opbrengst van het product in g, gemeten door de organisatie:

- b) Bereken de theoretische opbrengst van het product in g.

Theoretische opbrengst:

- c) Maak een schets van je ontwikkelde TLC-plaat en laat de TLC-plaat op de tafel liggen om te worden beoordeeld.

d) **Interpreteer je experiment** door het juiste antwoord aan te kruisen.

De acetyleringsreactie van glucose is exotherm.

- a) Ja
- b) Nee
- c) Dat kun je op basis van deze experimenten niet zeggen.

De isomerisatiereactie van  $\beta$ -D-glucopyranose-pentaacetaat kan worden gebruikt voor de synthese van zuiver  $\alpha$ -D-glucopyranose-pentaacetaat.

- a) Ja
- b) Nee
- c) Dat kun je op basis van deze experimenten niet zeggen.

Naam:

Studentcode: BEL- ...

## Opdracht 2

**15 % van het totaal**

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

- a) Volumes van de Ce<sup>4+</sup> oplossing die bij de titraties zijn gebruikt:

Gemiddeld verbruikt volume ( $V_1$ ):

- b) De vergelijking van de reactie die tijdens de titratie plaatsvindt:

Berekening van de massa van het K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>].3H<sub>2</sub>O monster:

K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>].3H<sub>2</sub>O massa (m):

- c) Volumes van de Zn<sup>2+</sup> oplossing die bij de titraties zijn gebruikt:

Gemiddeld verbruikt volume ( $V_2$ ):

- d) Kruis het juiste antwoord aan.

De difenylamine-indicator verandert van kleur bij het eindpunt van de titratie

- a) omdat de concentratie van de Zn<sup>2+</sup> ionen toeneemt.
- b) omdat de concentratie van de [Fe(CN)<sub>6</sub>]<sup>4-</sup> ionen afneemt.
- c) omdat de concentratie van de [Fe(CN)<sub>6</sub>]<sup>3-</sup> ionen toeneemt.
- d) omdat de indicator vrijkomt uit zijn complex.

Naam:

Studentcode: BEL- ...

In welke vorm komt de indicator voor als het eindpunt nog **niet** bereikt is?

- a) geoxideerd
- b) gereduceerd
- c) gecomplexeerd met een metaalion

In het begin van de titratie is de redoxpotentiaal van het hexacyanoferraat(II) - hexacyanoferraat(III) koppel lager dan de redoxpotentiaal van de difenylamine-indicator.

- a) Juist
- b) Onjuist

e) Bepaal de verhoudingsformule van het neerslag. Laat zien hoe je aan het antwoord bent gekomen.

De verhoudingsformule van het neerslag:

Vervangen of aangevulde items: Student handtekening: Supervisor handtekening:

**Naam:**

**Studentcode: BEL- ...**

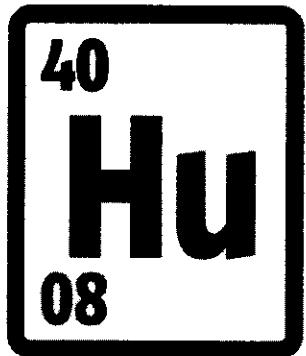
## **Opdracht 3**

**15 % van het totaal**

<b>Opdracht 3</b>
108

Vul deze tabel pas in wanneer je klaar bent met al je bepalingen.

	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>
Kation								
Anion								



40<sup>e</sup> Olympiade  
Internationale de  
Chimie

# Problèmes pratiques

15 Juillet 2008  
Budapest, Hongrie

# Instructions

- Cette épreuve comporte 10 pages d'énoncés et 5 pages réponses (8+4 pour les problèmes 1-2, 2+1 pour le problème 3)
- Vous avez 3 heures pour traiter les problèmes 1 et 2. Vous devrez ensuite quitter le laboratoire pour une courte pause afin de permettre aux assistants d'échanger la verrerie et les réactifs. Vous aurez ensuite 2 heures pour traiter le problème 3.
- Commencez uniquement après le signal START. Vous devez arrêter votre travail immédiatement après le signal STOP de chaque partie. Un retard de 3 minutes conduira à l'annulation de votre épreuve expérimentale.
- Suivez les règles de sécurité présentes dans le règlement des IChO. Dans le laboratoire, vous devez porter en permanence les lunettes de sécurité ou vos propres lunettes si elles ont été approuvées, et utiliser les poires à pipette fournies. Utilisez des gants pour manipuler des liquides organiques.
- Si vous violez les règles de sécurité vous recevrez UN AVERTISSEMENT du surveillant de laboratoire. Une autre violation conduira à votre exclusion du laboratoire et à la note zéro pour l'ensemble de l'épreuve expérimentale.
- N'hésitez pas à vous adresser à un assistant si vous avez une question concernant la sécurité ou s'il vous est nécessaire de quitter le laboratoire.
- N'utilisez que le stylo et la calculatrice fournis.
- Écrivez votre nom et code sur chaque feuille réponse. N'essayez pas de séparer les feuilles.
- Tout résultat devra être écrit dans la zone adéquate des feuilles réponses. Tout résultat hors de ces zones ne sera pas noté. Utilisez le verso des feuilles si vous avez besoin de brouillon.
- Vous aurez à réutiliser de la verrerie au cours de l'épreuve. Nettoyez la soigneusement dans le plus proche évier.
- Utilisez les poubelles étiquetées et situées sous la hotte pour l'élimination des liquides organiques du Problème 1 et des liquides du Problème 3.
- Le nombre de chiffres significatifs des réponses numériques devra être conforme aux règles d'évaluation des erreurs expérimentales. Des erreurs conduiront à des points de pénalités, même si votre technique expérimentale est correcte.
- Le matériel de laboratoire et les réactifs ne sont pas censés être remplacés. Chaque incident de ce type (à part le premier qui est toléré) conduira à la perte de 1 point sur les 40 points de l'épreuve expérimentale.
- Quand vous aurez terminé une partie de l'épreuve, vous devrez placer vos feuilles réponses dans l'enveloppe fournie. Ne fermez pas l'enveloppe.
- La version officielle (en anglais) de cette épreuve est disponible sur demande uniquement pour clarification.

# Matériel

**En commun pour le laboratoire :**

Bloc chauffant préchauffé à 70 °C, sous la hotte  
 Eau distillée (H<sub>2</sub>O) en bidon pour recharge  
 Gants en latex (demandez à en changer si vous êtes allergique au latex)  
 Poubelles étiquetées pour le problème 1 (liquides organiques) et le problème 3 (tout liquide)  
 Poubelle à verre cassé et capillaires

**Sur chaque table :**

Lunettes de sécurité  
 Pistolet chauffant (décapeur thermique)  
 Marqueur permanent  
 Crayon de papier et règle  
 Chronomètre. Demandez le mode d'emploi à l'examinateur si nécessaire. (Vous pouvez le garder)  
 Pince à épiler  
 Spatule  
 Baguette de verre  
 Tuile en céramique  
 Mouchoirs en papier  
 Pissette d'eau distillée  
 9 tubes Eppendorf sur un support en mousse  
 Plaques de CCM dans un sac fermé étiqueté  
 Seringue en plastique (100 mL) avec filtre rond en polypropylène  
 Propipette  
 14 pipettes Pasteur graduées en plastique  
 Boîte de Pétri avec code du compétiteur gravé  
 Burette  
 Statif et pince  
 Pipette (10 mL)  
 2 bêcher (400 mL)  
 Bécher et verre de montre avec morceau de papier filtre pour la CCM  
 10 capillaires  
 2 éprouvettes graduées (25 mL)  
 3 Erlenmeyer (200 mL)  
 Bécher (250 mL)  
 2 bêchers (100 mL)  
 Entonnoir  
 Fiole jaugée (100 mL)  
 30 tubes à essai sur support\*  
 Morceaux de papier pH et échelle de pH en sac fermé\*  
 Pince en bois pour tube à essai\*  
 2 bouchons à tube à essai\*

\* Sortis seulement pour le problème 3

# Produits chimiques

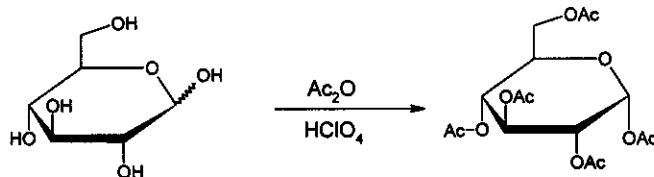
Pour 4-6 personnes	Phrases de risques	Phrases de sécurité
Solution de ferroïne à 0.025 mol.L <sup>-1</sup>	52/53	
Diphénylamine à 0.2 %, solution de (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH dans H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> conc.	23/24/25-33-35-50/53	26-30-36/37-45-60-61
Solution de K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] à 0.1 mol.L <sup>-1</sup>	32	
Pierre ponce		
<b>Sur chaque table</b>		
50 mg de ZnCl <sub>2</sub> anhydre dans un petit tube à essai (dans le support en mousse, étiqueté avec le code)	22-34-50/53	36/37/39-26-45-60-61
100 mg de pentaacétate de β-D-glucopyranose (étiqueté BPAG)		
3.00 g de glucose anhydre, C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> , prépesé en pilulier		
(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O en Erlenmeyer (12 mL)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O en pilulier (10 mL)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
CH <sub>3</sub> COOH en pilulier (15 mL)	10-35	23-26-45
CH <sub>3</sub> OH en pilulier (10 mL)	11-23/24/25-39	7-16-36/37-45
30 % HClO <sub>4</sub> à 30 % dans CH <sub>3</sub> COOH en pilulier (1 mL)	10-35	26-36/37/39-45
Acétate d'isobutyle – acétate d'isoamyle 1:1 en pilulier (20 mL), étiqueté ELUENT	11-66	16-23-25-33
Echantillon solide de K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ].3H <sub>2</sub> O avec code dans un petit erlenmeyer	32	22-24/25
Solution de ZnSO <sub>4</sub> , étiquetée avec le code et la concentration (200 mL)	52/53	61
Solution de Ce <sup>4+</sup> à 0.05136 mol.L <sup>-1</sup> (80 mL)	36/38	26-36
Solution de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> à 1.0 mol.L <sup>-1</sup> (200 mL)	35	26-30-45
Échantillons de solutions pour le problème 3 (sortis au début du problème 3)	1-26/27/28-32-35-50/53	24/25-36/39-61

# Phrases de risques et de sécurité

<b>Indication de risques particuliers</b>			
1	Explosif à l'état sec	33	Danger d'effets cumulatifs
10	Inflammable	34	Provoque des brûlures
11	Facilement inflammable	35	Provoque de graves brûlures
22	Nocif en cas d'ingestion	39	Danger d'effets irréversibles très graves
32	Au contact d'un acide, dégage un gaz très toxique		
<b>Combinaison de risques particuliers</b>			
20/22	Nocif par inhalation et par contact avec la peau	36/38	Irritant pour les yeux et la peau
23/24/25	Toxique par inhalation, par contact avec la peau et par ingestion	50/53	Très toxique pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique
26/27/28	Très toxique par inhalation, par contact avec la peau et par ingestion	52/53	Nocif pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique
<b>Indication de précaution et de sécurité</b>			
7	Conserver le récipient bien fermé	30	Ne jamais verser de l'eau dans ce produit
16	Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles - Ne pas fumer	33	Éviter l'accumulation de charges électrostatiques
22	Ne pas respirer les poussières	36	Porter un vêtement de protection approprié
23	Ne pas respirer les fumées/vapeurs	45	En cas d'accident ou de malaise, consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette)
25	Éviter le contact avec les yeux	60	Éliminer le produit et son récipient comme un déchet dangereux
26	En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste	61	Éviter le rejet dans l'environnement Consulter les instructions spéciales / la fiche de données de sécurité.
<b>Combinaisons de précautions de sécurité</b>			
24/25	Éviter le contact avec la peau et les yeux	36/37/39	Porter un vêtement de protection approprié, des gants et un appareil de protection des yeux / du visage
36/37	Porter un vêtement de protection et des gants appropriés		

# Manipulation 1

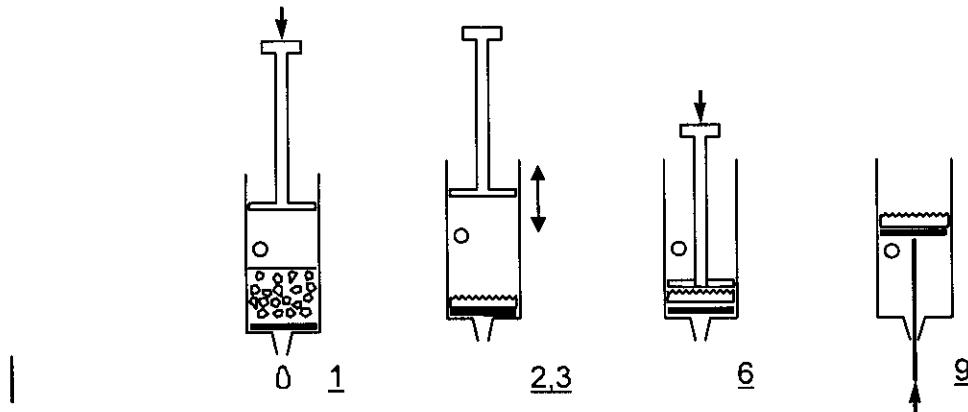
## Synthèse du pentaacétate d' $\alpha$ -D-glucopyranose



Attention : Utilisez les gants lorsque vous manipulez l'acide acétique et l'anhydride acétique. Prévenez vos superviseurs au cas où vous en renversez accidentellement.

Mélangez 12 cm<sup>3</sup> d'acide acétique pur et 12 cm<sup>3</sup> d'anhydride acétique pur (disponible dans un erlenmeyer) et 3.00 g de glucose (l'anhydride acétique est en excès). Ajoutez 5 gouttes d'une solution de HClO<sub>4</sub> 30% dissout dans de l'acide acétique à ce mélange. La solution devrait chauffer considérablement après l'ajout du catalyseur. Laissez le mélange à couvert pendant 10 minutes et agitez-le de temps à autres. Versez ensuite le mélange réactionnel dans 100 cm<sup>3</sup> d'eau contenue dans un becher. Grattez les parois du becher avec une tige en verre pour amorcer la cristallisation, et laissez le mélange cristalliser pendant 10 minutes. Filtrez et lavez les cristaux obtenus par deux portions de 10 cm<sup>3</sup> d'eau à l'aide de la seringue munie de son filtre en polypropylène poreux.

### Filtration à l'aide d'une seringue en plastique

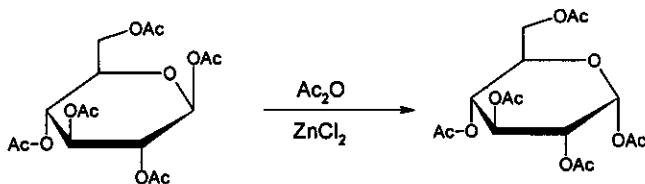


1. Retirez le piston de la seringue. Remplissez la seringue par sa partie supérieure avec la suspension à filtrer. Replacez le piston.
2. Bouchez le trou à l'aide d'un doigt et appuyez sur le piston jusqu'au niveau du trou.
3. Retirez votre doigt et retirez le piston. Ne pas faire passer d'air à travers le filtre.
4. Répétez les étapes 2-3 plusieurs fois pour expulser tout le liquide de la seringue.
5. Répétez les étapes 1-4 jusqu'à ce que tout le solide soit sur le filtre.
6. Exercez une pression sur le filtre à l'aide du piston pour expulser les dernières traces de liquide.
7. Lavez le produit par deux fois 10 cm<sup>3</sup> d'eau en répétant les étapes 1-4.
8. Exercez une pression sur le filtre à l'aide du piston pour expulser l'eau du filtre.
9. Retirez le piston en maintenant le trou bouché pour permettre au filtre d'être aspiré vers la partie supérieure de la seringue. (Vous pouvez vous aider d'une spatule pour pousser le filtre en dehors de la seringue)

- a) Placez le produit obtenu dans la boîte de Petri marquée de votre code. Laissez-la sur votre table. Les organisateurs s'occuperont du séchage, de la pesée et de la vérification de la pureté de votre produit.
- b) Calculez la masse de produit théorique (en g). ( $M(C) = 12 \text{ g/mol}$ ,  $M(O) = 16 \text{ g/mol}$ ,  $M(H) = 1.0 \text{ g/mol}$ )

### Synthèse du pentaacétate d' $\alpha$ -D-glucopyranose au départ du pentaacétate de $\beta$ -D-glucopyranose

Une méthode alternative de synthèse du pentaacétate d' $\alpha$ -D-glucopyranose se réalise au départ de pentaacétate de  $\beta$ -D-glucopyranose. Au cours de cette expérience, nous allons étudier la cinétique de la réaction au moyen de la chromatographie sur couche mince (CCM).



Ajoutez  $1.5 \text{ cm}^3$  d'anhydride acétique à 50 mg de  $ZnCl_2$  anhydre (pesé au préalable dans un tube à essais). Ajoutez 100 mg de pentaacétate de  $\beta$ -D-glucopyranose (BPAG) et mélangez jusqu'à ce que ce dernier soit dissout. Prélevez 3 gouttes du mélange, placez les dans un eppendorf et ajoutez y  $0.5 \text{ cm}^3$  de méthanol. Conservez ce mélange pour l'analyse CCM.

Placez le tube à essais dans le bain préchauffé à  $70^\circ\text{C}$  situé sous la hotte à proximité de votre table. (le tube devra être introduit dans une des cavités prévues à cet effet dans le couvercle en inox surplombant le bain). Mélangez le contenu du tube de temps à autres. Au cours de la réaction, prélevez trois gouttes du mélange à l'aide d'une pipette Pasteur après 2, 5, 10 et 30 minutes de réaction. Mélangez immédiatement le prélèvement avec  $0.5 \text{ cm}^3$  de méthanol dans un eppendorf pour arrêter la réaction.

Préparez ensuite une plaque de CCM pour étudier la cinétique de réaction avec toutes les fractions prélevées, ainsi qu'avec la référence nécessaire pour vous aider à identifier les différentes taches obtenues sur la plaque après élution. Entourez les différentes taches que vous avez disposées sur la plaque à l'aide du crayon mis à votre disposition et procédez à l'élution en employant le mélange d'acétate d'isoamyle et d'acétate d'isobutyle (1:1) prêt à l'emploi. Après élution, séchez la plaque à l'aide du décapeur thermique (sous hotte !) pour permettre une bonne visualisation des taches (la couleur restera stable même après le chauffage). Vous pouvez demander une seconde plaque de chromatographie sans craindre de pénalité en cas de problème lors de la préparation de la plaque ou de l'élution.

- c) Réalisez une reproduction de votre plaque de chromatographie sur la feuille réponse à l'endroit prévu à cet effet, et placez votre plaque dans le sachet en plastique muni d'une fermeture et étiqueté qui vous a été fourni.
- d) Interprétez vos observations en répondant aux questions qui vous sont posées dans la feuille réponse.

## Tâche 2

La pipette a deux marques de graduation. Arrêter à la seconde marque pour obtenir le volume exact. Ne pas laisser toute la solution se vider.

Quand l'hexacyanoferrate(II),  $K_4[Fe(CN)_6]$ , est ajouté à une solution contenant des ions zinc, un précipité insoluble se forme immédiatement. Votre tâche est de trouver la composition stœchiométrique du précipité qui ne contient aucune eau de cristallisation. La réaction de précipitation est quantitative et suffisamment rapide pour être utilisable pour un titrage. Le point d'équivalence peut être détecté par un indicateur rédox. Mais, tout d'abord, il faut déterminer la concentration de la solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium.

### Préparation d'une solution de $K_4[Fe(CN)_6]$ et détermination de sa concentration exacte

Dissolvez l'échantillon de  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$  solide ( $M_r = 422,41$  g/mol) dans un petit Erlenmeyer et transférez quantitativement la solution dans le ballon jaugé de 100 mL. Prélevez 10 mL de cette solution d'hexacyanoferrate(II). Ajoutez 20 mL d'acide sulfurique et deux gouttes d'indicateur, la solution de ferroïne, avant chaque titrage. Titrez avec la solution de  $Ce^{4+}$  0,05136 mol/L. Répétez le titrage si nécessaire. En milieu acide, le cérium(IV) est un oxydant fort et forme du Ce(III).

- Reportez le volume ajouté de solution de  $Ce^{4+}$ .
- Ecrivez l'équation de la réaction de titrage. Quelle était la masse de votre échantillon de  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$  ?

### Réaction entre les ions zinc et l'hexacyanoferrate(II) de potassium

Prélevez 10 mL de la solution d'hexacyanoferrate(II) et ajoutez 20 mL d'acide sulfurique 1 mol/L. Ajoutez trois gouttes de solution d'indicateur (diphénylamine) et deux gouttes d'une solution de  $K_3[Fe(CN)_6]$ . L'indicateur n'est utilisable que si la solution contient un peu d'ions hexacyanoferrate(III)  $[Fe(CN)_6]^{3-}$ . Titrez lentement avec la solution de zinc, jusqu'à l'apparition d'une couleur violette bleuâtre. Répéter le titrage si nécessaire.

- Reportez le volume ajouté de solution de zinc.
- Interprétez le titrage en répondant aux questions de la feuille de réponse.
- Déterminez la formule du précipité.

Avertissement : Les meilleures notes ne sont pas nécessairement décernées aux mesures reproduisant les valeurs théoriques attendues.

## Partie 3

**Attention :** manipulez toutes les solutions comme si elles étaient toxiques et corrosives. Eliminez-les en utilisant la poubelle appropriée.

L'air émis par le pistolet chauffant peut atteindre la température de 500 °C. Ne pas diriger le souffle vers des matériaux combustibles ou le corps. Faire attention à l'extrémité chaude du pistolet.

Ajoutez toujours un morceau de pierre ponce aux liquides à chauffer pour éviter une ébullition incontrôlée ou des projections. N'orientez jamais l'extrémité du tube à essai en direction d'une personne.

Vous disposez de huit solutions aqueuses inconnues. Chaque solution ne contient qu'un seul composé. Le même ion peut être présent dans une ou plusieurs solutions. Chaque composé est formellement constitué d'un type de cation et d'un type d'anion parmi la liste suivante :

Cations : H<sup>+</sup>, 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>, Sr<sup>2+</sup>, Ag<sup>+</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>

Anions : OH<sup>-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>, C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, HSO<sub>4</sub><sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, HS<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>, MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>

Vous disposez de tubes à essais, de papier pH et d'une source de chauffage mais vous ne pouvez pas utiliser d'autres réactifs que l'eau distillée.

**Identifiez** les composés présents dans les solutions 1 à 8. Pour certains des composés, vous pouvez utiliser la table de solubilité fournie à la page suivante. La solubilité de certains composés est donnée dans cette même page.

Dans l'hypothèse où vous ne parvenez pas à identifier précisément un ion, donner une sélection la plus restreinte possible.

### Remarques:

Les solutions inconnues peuvent contenir des impuretés en très faible quantité provenant de leur exposition à l'air. La concentration des solutions en composé inconnu est de l'ordre de 5% en masse de sorte que les précipités envisageables sont clairement observables.

Dans certains cas, la précipitation ne se produit pas instantanément; certains produits peuvent rester en solution sursaturée durant quelques instants. Ne pas en tirer de conclusion négative trop hâtivement, il peut être nécessaire d'attendre 1 ou 2 minutes. Toujours être à l'affût du moindre signe traduisant une réaction.

Garder à l'esprit que le chauffage permet d'accélérer tous les processus, d'augmenter la solubilité de la plupart des composés, mais peut aussi déclencher certaines réactions qui ne peuvent se produire à température ambiante.

**Table de solubilité à 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>	Co <sup>2+</sup>	Ni <sup>2+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	Si <sup>2+</sup>	Ag <sup>+</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		1,0	↓	↓					↓
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>		3,6	↓			↓		↓	↓	↓	(J)			↓	↓	↓	↓	↓					↓
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	HR			HR				HR		↓ R			HR	↓	0,41 (J)	↓ R	↓					↓	
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>																							
F <sup>-</sup>	0,13	↓	0,5	↓	4,0	1,0	↓	(B)	(B)	1,4	2,6	↓	1,6	↓			↓	0,16	↓	↓			
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>					0,21										↓ 0,84		↓		↓				↓
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	HR	↓	↓	↓	↓	↓	↓	(B)	↓	(N)		↓	↓	↓	↓	(J)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>		↓	↓	↓	↓	↓	↓	(B)	(B)	(N)		↓	↓	↓	↓	(J)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>				HR	HR	1,0	HR	HR	↓ (B)	HR		↓	↓	HR	↓ (J)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>					2,1																		
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	HR						HR	↓ R	R	HR					0,91	R	R	↓ R					
Br <sup>-</sup>																↓ (J)				0,98			
I <sup>-</sup>													R	↓ R	↓ (J)	↓ 1,0			↓ (J)	(N)			↓ (J)

**Case Blanche :** Composé soluble    **↓ :** Composé insoluble    **R :** Réaction rédox à température ambiante

**HR :** Soluble à température ambiante. À chaud, une réaction avec effet observable (pas nécessairement un précipité) se produit.

Solubilités en g (de substance) pour 100 g d'eau. Seules les valeurs entre 0, 1 et 4 connues exactement sont indiquées.

Precipités dont la couleur diffère significativement de celles de ses ions hydratés : **(N)** = noir, **(V)** = violet, **(B)** = Blanc, **((J))** = jaune pâle, **(J)** = jaune.

Nom:

Code: BEL-

## Problème 1

**10% du total**

1a	1b	1c	1d	Problème 1
30	2	12	4	48

- a) Masse de produit en grammes (mesurée par l'organisateur):

- b) Calculez la masse théorique de produit en gramme:

Masse théorique:

- c) Représentez votre plaque de CCM et garder-la sur votre table pour évaluation ultérieure.

Nom:

Code: BEL-

---

d) **Interprétez vos observations** et choisissez la réponse correcte.

La réaction d'acétylation du glucose est exothermique.

- a) Oui
- b) Non
- c) Cela ne peut être déterminé à partir des expériences

La réaction d'isomérisation du pentaacétate de  $\beta$ -D-glucopyranose peut être utilisée dans la synthèse du pentaacétate de  $\alpha$ -D-glucopyranose pur.

- a) Oui
- b) Non
- c) Cela ne peut être déterminé à partir des expériences

Nom:

Code: BEL-

## Problème 2

15 % du total

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

a) Ce<sup>4+</sup> consommé :

Volume moyen consommé ( $V_1$ ) :

b) Réaction de dosage :

Calcul de la masse de l'échantillon :

Masse de K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]<sub>3</sub>H<sub>2</sub>O (m) :

c) Zinc consommé :

Volume moyen consommé ( $V_2$ ) :

d) Cochez la réponse exacte.

L'indicateur diphénylamine change de couleur au point de fin de titrage

- a) parce que la concentration en ions Zn<sup>2+</sup> augmente.
- b) parce que la concentration en ions [Fe(CN)<sub>6</sub>]<sup>4-</sup> diminue.
- c) parce que la concentration en ions [Fe(CN)<sub>6</sub>]<sup>3-</sup> augmente.
- d) parce que l'indicateur est libéré de son complexe.

Nom:

Code: BEL-

Sous quelle forme l'indicateur est-il présent avant le point de fin de titrage ?

- a) Oxydée
- b) Réduite
- c) Complexée à un ion métallique

Au début du dosage, le potentiel redox pour le système hexacyanoferrate(II) / hexacyanoferrate(III) est inférieur au potentiel redox de l'indicateur diphénylamine.

- a) Vrai
- b) Faux

e) Déterminez la formule du précipité. Détaillez votre raisonnement.

Formule du précipité :

Eléments remplacés ou re-remplis :      Signature du candidat :      Signature du surveillant :

Nom:

Code: BEL-

## Problème 3

15 % du total

Problème 3
108

Ne remplissez ce tableau que lorsque vous êtes sûrs de vos attributions.

	1	2	3	4	5	6	7	8
Cation								
Anion								