

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

# Problèmes pratiques

15 Juillet 2008  
Budapest, Hongrie

# Instructions

- Cette épreuve comporte **10** pages d'énoncé 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 **propipettes** 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 votre 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 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

<b>En commun pour le laboratoire :</b>
Bloc chauffant préprogrammé 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
<b>Sur chaque paillasse :</b>
Lunettes de sécurité
Foehn (Pistolet chauffant)
Marqueur permanent
Crayon de papier et règle
Chronomètre. Demandez le mode d'emploi à l'examineur si nécessaire. (Vous pouvez le garder)
Pince à épiler
Spatule
Baguette de verre
Plaque de céramique
Mouchoirs en papier
Pissette d'eau distillée
9 tubes Eppendorf sur un support en mousse
Plaques de chromatographie (TLC) 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 candidat gravé
Burette
Statif et pince
Pipette (10 mL)
2 béchers (400 mL)
Bécher et verre de montre avec morceau de papier filtre pour la TLC
10 capillaires
2 éprouvettes graduées (25 mL)
3 Erlenmeyers (200 mL)
Bécher (250 mL)
2 béchers (100 mL)
Entonnoir
Ballon jaugée (100 mL)
30 tubes à essai sur support*
Morceaux de papier pH et échelle de pH dans un sachet fermé*
Pince en bois pour tube à essai*
2 bouchons à tube à essai*

\* Sortis seulement pour le problème 3

# Produits chimiques

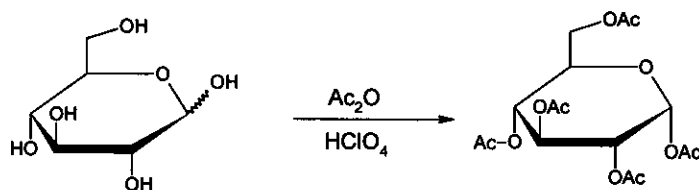
Matériel disponible pour 4-6 personnes	Phrases de risques	Phrases de sécurité
Solution de ferroïne à 0.025 mol·L <sup>-1</sup>	52/53	
Diphénylamine à 0.2 %, solution de (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH dans H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> conc.	23/24/25-33-35-50/53	26-30-36/37-45-60-61
Solution de K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] à 0,1 mol·L <sup>-1</sup>	32	
Pierres à ébullition		
<b>Sur chaque paillasse</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 β-D-glucopyranose pentaacétate (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
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 une petite bouteille	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		

# Problème 1

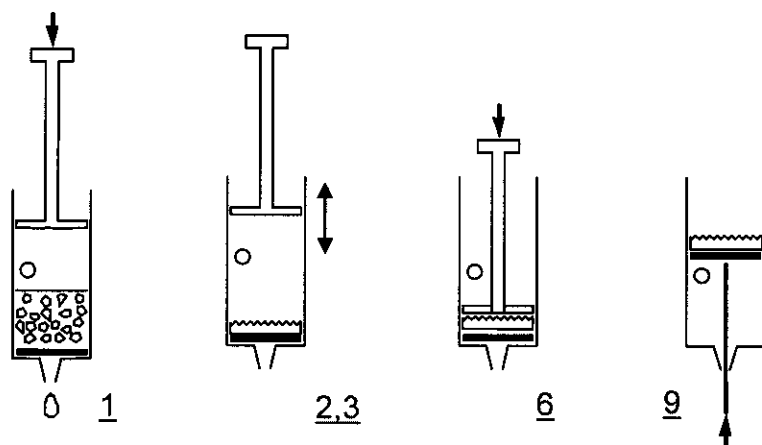
## Synthèse du pentaacétate d' $\alpha$ -D-glucofuranose



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

Mélangez 12 mL d'acide acétique pur et 12 mL d'anhydride acétique (disponible dans un erlenmeyer) et 3,00 g de glucose (l'anhydride acétique est en excès). Ajoutez 5 gouttes d'une solution de  $\text{HClO}_4$  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 mL d'eau contenue dans un béccher. Grattez les parois du béccher 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 mL d'eau à l'aide de la seringue munie de son filtre en polypropylène poreux.

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

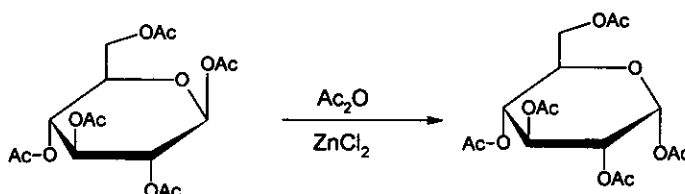


1. Retirez le piston de la seringue. Remplissez la seringue par sa partie supérieure avec la suspension à filtrer. Remplacez le piston.
2. Bouchez le trou à l'aide d'un doigt et appuyez sur le piston à hauteur du trou.
3. Retirez votre doigt et retirez le piston. Ne pas faire passer d'air à travers le 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 mL d'eau en repétant 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 retirer le filtre. (Vous pouvez vous aider d'une spatule pour pousser le filtre hors 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 et de la pesée et de la vérification de la pureté de votre produit.
- b) Calculez la masse de produit théorique (en g). ( $M(C) = 12$  g/mol,  $M(O) = 16$  g/mol,  $M(H) = 1,0$  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 (TLC).



Ajoutez 1,5 mL 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 mL de méthanol. Conservez ce mélange.

Placez le tube à essais dans le bain préchauffé à  $70^\circ C$  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 en temps. 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 mL de méthanol dans un Eppendorf pour arrêter la réaction.

Préparez ensuite une plaque de chromatographie (TLC) pour étudier la cinétique de réaction avec toutes 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 disposés 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 foehn (pistolet chauffant) (sous la 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.

- 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 étiqueté qui vous a été fourni.
- d) Interprétez vos observations en répondant aux questions qui vous sont posées dans la feuille-réponse.

## Problème 2

La pipette a deux marques de graduation. Pour obtenir le volume exact, il faut arrêter le ménisque à la seconde marque. 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 travail consiste à trouver la composition du précipité stœchiométrique qui ne contient aucune eau de cristallisation. La réaction de précipitation est quantitative et suffisamment rapide pour être utilisable pour une titration. 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 titration. Titrez avec la solution de  $Ce^{4+}$  0,05136 mol/L. Répétez la titration si nécessaire. En milieu acide, le cérium(IV) est un oxydant fort et forme  $Ce(III)$ .

- Reportez le volume ajouté de solution de  $Ce^{4+}$ .
- Ecrivez l'équation de la réaction de titration. 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  $1 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ . Ajoutez trois gouttes de solution d'indicateur (diphényl amine) 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. Répétez la titration si nécessaire.

- Reportez le volume ajouté de solution de zinc.
- Interprétez la titration 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.



## Problème 3

**Attention** : il faut manipuler toutes les solutions comme si elles étaient toxiques et corrosives. Il faut les éliminer en utilisant la poubelle appropriée.

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

Ajoutez toujours un morceau de pierre à ébullition dans les liquides à chauffer pour éviter un retour d'ébullition incontrôlé 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 :  $H^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $Li^+$ ,  $Na^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ag^+$ ,  $Sn^{2+}$ ,  $Sn^{4+}$ ,  $Sb^{3+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$

Anions :  $OH^-$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $HCO_3^-$ ,  $CH_3COO^-$ ,  $C_2O_4^{2-}$ ,  $NO_2^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $F^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $HPO_4^{2-}$ ,  $H_2PO_4^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $HSO_4^-$ ,  $S^{2-}$ ,  $HS^-$ ,  $Cl^-$ ,  $ClO_4^-$ ,  $MnO_4^-$ ,  $Br^-$ ,  $I^-$

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. La solubilité de quelques composés (liste non-exhaustive) est donnée dans le tableau situé à la page suivante.

Si 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 de chaque solution contenant un composé inconnu est de l'ordre de 5% en masse de sorte que s'il y a un précipité, il sera clairement observable.

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

Gardez 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>	Cl <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>	
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)	↓	↓ (V)	↓	↓	↓	↓	↓ (J)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>		↓		↓	↓		↓	↓	↓	↓ (B)	↓ (B)	↓ (V)	↓	↓	↓	↓	↓ (J)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>					HR		1,0	HR	HR		↓ (B)	HR		↓	↓	HR	↓ (J)	↓	↓	↓	HR	↓	↓	↓
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)	↓

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

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

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

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

Nom:

Code: SUI-

# Problème 1

# 10% du total

1a	1b	1c	1d	Problème 1
30	2	12	4	48

a) Rendement en produit (masse en g), mesuré par l'organisateur :

b) Calculez le rendement théorique du produit (masse en g).

Rendement théorique :

c) Représentez votre plaque de chromatographie (TLC) et gardez-la sur votre paillasse pour évaluation ultérieure.

Nom:

Code: SUI-

---

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  $\beta$ -D-glucopyranose pentaacétate peut être utilisée dans la synthèse de l' $\alpha$ -D-glucopyranose pentaacétate pur.

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

Nom:

Code: SUI-

## Problème 2

15 % du total

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

a)  $\text{Ce}^{4+}$  consommé :

Volume moyen consommé ( $V_1$ ) :

b) Réaction de la titration :

Calcul de la masse de l'échantillon :

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

c) Zinc consommé :

Volume moyen consommé ( $V_2$ ) :

d) Cochez la réponse exacte.

L'indicateur diphenylamine change de couleur au point d'équivalence

- a) parce que la concentration en ions  $\text{Zn}^{2+}$  augmente.
- b) parce que la concentration en ions  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$  diminue.
- c) parce que la concentration en ions  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$  augmente.
- d) parce que l'indicateur est libéré de son complexe.

Nom:

Code: SUI-

Sous quelle forme l'indicateur est-il présent avant le point d'équivalence ?

- 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: SUI-

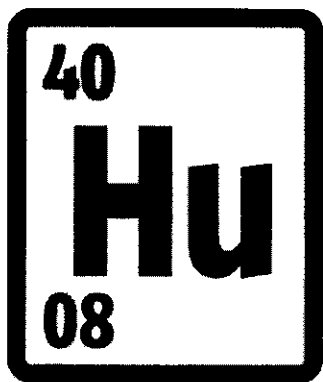
## Problème 3

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								



40. Internationale  
Chemie Olympiade

# Praktische Prüfung

15. Juli 2008  
Budapest, Ungarn



# Hinweise

- Diese Prüfung hat **10** Seiten Aufgaben und **5** Seiten Antwortblätter (8+4 für die Aufgaben 1-2, 2+1 für Aufgabe 3).
- Sie haben **3 Stunden** Zeit um die **Aufgaben 1** und **2** durchzuführen. Danach verlassen Sie das Labor für eine kurze **Pause**, während der die Laborassistenten Glasgeräte und Chemikalien austauschen. Danach haben Sie **2 Stunden** Zeit um **Aufgabe 3** durchzuführen.
- Beginnen Sie erst, wenn das **START-Kommando** gegeben wird. Sie müssen sofort ihre Arbeit beenden, wenn das **STOP-Kommando** gegeben wird. Eine Überschreitung dieses Zeitpunktes von 3 Minuten oder mehr führt zur Nichtbewertung Ihrer praktischen Arbeit.
- Befolgen Sie die **Sicherheitsregeln**, die in den ICHO-Regulations gegeben sind. Sie müssen die ganze Zeit über die vorhandenen oder die eigenen (wenn sie als geeignet geprüft wurden) **Schutzbrillen** im Labor tragen. Sie müssen immer die **Pipettierhilfe** verwenden. Verwenden Sie **Schutzhandschuhe**, wenn Sie mit organischen Flüssigkeiten arbeiten.
- Wenn Sie die Regeln brechen, erhalten Sie nur **EINE WARNUNG** von einer Aufsicht. Beim zweiten Mal werden Sie des Labors verwiesen und erhalten 0 Punkte auf die praktische Prüfung.
- Zögern Sie nicht eine Aufsichtsperson zu fragen, wenn Sie Fragen in Bezug auf die Sicherheit haben oder das Labor verlassen wollen.
- Verwenden Sie nur den zur Verfügung gestellten Schreibstift und den ausgeteilten Rechner.
- Schreiben Sie Ihren **Namen und Code auf jedes Antwortblatt**. Nehmen Sie die Antwortblätter nicht auseinander.
- Alle Ergebnisse müssen in die entsprechenden Felder der Antwortblätter geschrieben werden, alles andere wird nicht bewertet. Benützen Sie die Rückseite der Antwortblätter als Konzeptpapier.
- Einige Glasgeräte werden Sie während der Klausur mehrmals benötigen. Reinigen Sie diese sorgfältig beim nächst gelegenen Abguss.
- Benützen Sie die gekennzeichneten **Abfallbehälter** im Abzug um organische Flüssigkeiten von Aufgabe 1 und alle Flüssigkeiten von Aufgabe 3 zu entsorgen. Abfall von Aufgabe 2 wird in den Ausguss entsorgt.
- Die Anzahl von **signifikanten Stellen** in numerischen Antworten muss mit den Regeln der Evaluation von Experimentierfehlern konform gehen. Fehler werden durch Punktabzug geahndet, auch wenn ihre praktische Arbeit fehlerfrei war.
- Es ist nicht vorgesehen, dass Chemikalien und Laborgeräte **nachgereicht** oder **ersetzt** werden. Sollte dieses doch notwendig sein, erfolgt das beim ersten Mal ohne Punktabzug, im Weiteren aber zum Abzug von **einem Punkt** von den 40 zu erreichenden Punkten.
- Wenn Sie mit einem Prüfungsteil fertig sind, müssen Sie die Antwortblätter in den vorhandenen Umschlag stecken. Kleben Sie den Umschlag nicht zu.
- Die offizielle Englische Version dieser Prüfung steht auf Verlangen nur zur Klärung zur Verfügung.

# Geräte

<b>Für den gemeinsamen Gebrauch im Labor:</b>
Heizblock im Abzug, voreingestellt auf 70°C
Destilliertes Wasser in Vorratsgefässen
Gummihandschuhe (fragen Sie im Falle einer Latexallergie nach Ersatz)
Beschriftete Abfallbehälter für Aufgabe 1 (organische Flüssigkeiten) und Aufgabe 3 (alle Flüssigkeiten)
Behälter für Glasbruch und Kapillaren
<b>Auf jedem Arbeitsplatz:</b>
Schutzbrillen
Heissluft-Fön
wasserfester Stift
Bleistift und Lineal
Stoppuhr, fragen Sie die Aufsicht bei Problemen (Sie können die Uhr behalten)
Pinzette
Spatel
Glasstab
keramische Platte
Papiertücher
Spritzflasche mit destilliertem Wasser
9 Eppendorfgefässe in einem Schaumblock
DC-Platte in einem verschliessbaren Plastikbeutel
Plastikspritze (100 cm <sup>3</sup> ) mit einer Filterplatte aus Polypropylen
Pipettierhilfe
14 graduierte Plastik-Pasteurpipetten
Petrischale mit eingraviertem Code
Bürette auf Stativ
Pipette (10 cm <sup>3</sup> )
2 Bechergläser (400 cm <sup>3</sup> )
Becherglas mit Uhrglas als Deckel und mit Filterpapier für die DC
10 Kapillaren
2 Messzylinder (25 cm <sup>3</sup> )
3 Erlenmeyerkolben (200 cm <sup>3</sup> )
Becherglas (250 cm <sup>3</sup> )
2 Bechergläser (100 cm <sup>3</sup> )
Trichter
Messkolben (100 cm <sup>3</sup> )
30 Reagenzgläser in einem Ständer*
pH-Papier und Skala in einem verschliessbaren Plastikbeutel *
Reagenzglasklammer aus Holz*
2 Stopfen für Reagenzgläser*

\* werden erst für Aufgabe 3 ausgegeben

# Chemikalien

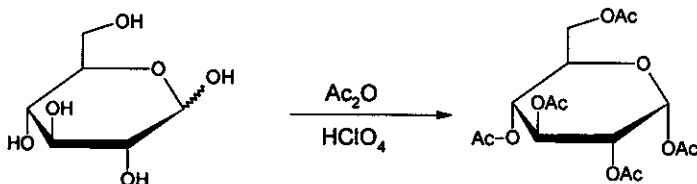
Für 4-6 Personen	R Sätze	S Sätze
0.025 mol/dm <sup>3</sup> Ferroin-Lösung	52/53	
0.2 % Diphenylamin, (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH-Lösung in konz. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	23/24/25-33-35-50/53	26-30-36/37-45-60-61
0.1 mol/dm <sup>3</sup> K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]-Lösung	32	
Siedesteine (pumice stone)		
<b>Auf jedem Arbeitsplatz:</b>		
50 mg wasserfreies ZnCl <sub>2</sub> in einem dünnen Reagenzglas (im Schaumblock mit Code)	22-34-50/53	36/37/39-26-45-60-61
100 mg β-D-Glucopyranosepentaacetat (bezeichnet als BPAG)		
3.00 g wasserfreie Glucose, C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> , eingewogen im Fläschchen		
(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O im Erlenmeyerkolben (12 cm <sup>3</sup> )	10-20/22-34	26-36/37/39-45
(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O im Gefäss (10 cm <sup>3</sup> )	10-20/22-34	26-36/37/39-45
CH <sub>3</sub> COOH im Gefäss (15 cm <sup>3</sup> )	10-35	23-26-45
CH <sub>3</sub> OH im Gefäss (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 im Gefäss (1 cm <sup>3</sup> )	10-35	26-36/37/39-45
1:1 Isobutylacetat – Isoamylacetat im Gefäss (20 cm <sup>3</sup> ), bezeichnet als ELUENT	11-66	16-23-25-33
feste Probe K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]·3H <sub>2</sub> O mit Code in einem kleinen Kolben	32	22-24/25
ZnSO <sub>4</sub> -Lösung mit Code und Konzentrationsangabe (200 cm <sup>3</sup> )	52/53	61
0.05136 mol/dm <sup>3</sup> Ce <sup>4+</sup> -Lösung (80 cm <sup>3</sup> )	36/38	26-36
1.0 mol/dm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Lösung (200 cm <sup>3</sup> )	35	26-30-45
Probelösungen für Aufgabe 3 (werden erst nach der Pause ausgegeben)	1-26/27/28-32-35-50/53	24/25-36/39-61

# Risk and Safety Phrases

<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		

# Aufgabe 1

## Synthese von $\alpha$ -D-Glucopyranose-pentaacetat

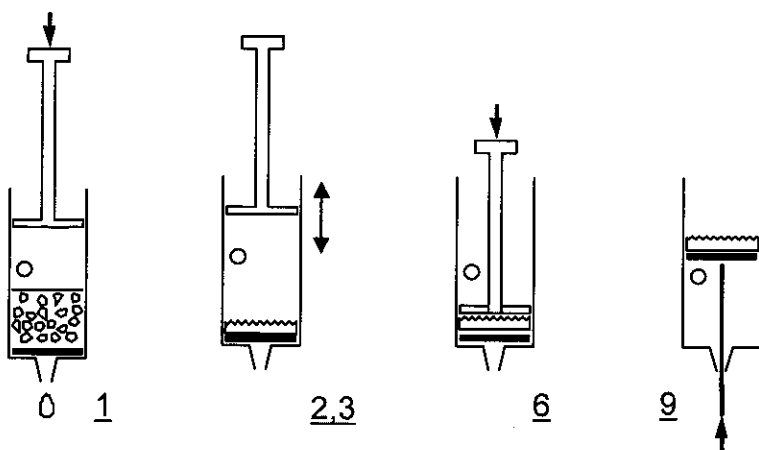


**Achtung:** Benutzen Sie Handschuhe wenn Sie mit Essigsäure und Essigsäureanhydrid arbeiten. Verständigen Sie die Laboraufsicht, falls Sie etwas verschüttet haben.

Vermischen Sie 12 cm<sup>3</sup> reine Essigsäure mit 12 cm<sup>3</sup> Essigsäureanhydrid (bereits abgefüllt in einem Erlenmeyerkolben) und geben Sie 3.00 g Glucose zu. (Essigsäureanhydrid liegt im Überschuss vor.) Mit einer Pasteur-Pipette werden 5 Tropfen einer 30%igen HClO<sub>4</sub>-Lösung (gelöst in Essigsäure) zugetropft. Nach der Zugabe des Katalysators kann sich die Lösung deutlich erwärmen.

Lassen Sie die Mischung für 10 Minuten zugedeckt stehen und schwenken Sie den Kolben von Zeit zu Zeit um. Giessen Sie die Reaktionsmischung anschliessend in ein Becherglas mit 100 cm<sup>3</sup> Wasser. Kratzen Sie mit dem Glasstab an der Wand des Becherglases um die Kristallisation zu erleichtern. Warten Sie 10 Minuten bis die Kristallisation vollständig ist. Filtrieren Sie anschliessend und waschen Sie das Produkt zweimal mit 10 cm<sup>3</sup> Wasser. Benutzen Sie dazu die Spritze mit dem porösen Polypropylenfilter.

### Filtration mit der Plastikspritze

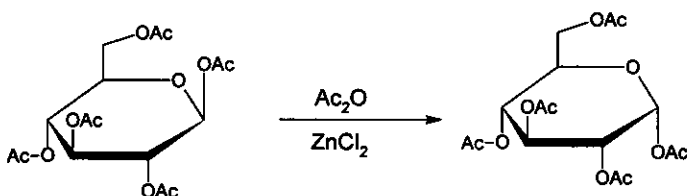


- Ziehen Sie den Kolben heraus. Füllen Sie die Spritze von oben mit der Suspension. Die Spritze kann bis zur Höhe des Loches gefüllt werden. Setzen Sie den Kolben wieder ein.
- Verschliessen Sie das Loch mit dem Finger und drücken Sie den Kolben bis zum Loch hinunter.
- Öffnen Sie das Loch und ziehen Sie den Kolben wieder zurück. Achten Sie dabei darauf keine Luft durch den Filter einzusaugen.
- Wiederholen Sie die Schritte 2-3 mehrmals, um die Flüssigkeit vollständig hinaus zu drücken.
- Wiederholen Sie die Schritte 1 – 4, bis der gesamte Feststoff auf dem Filter aufgebracht ist.**

6. Pressen Sie den Kolben gegen den Filterkuchen, um die restliche Flüssigkeit herauszudrücken.
  7. Waschen Sie das Produkt zweimal mit 10 cm<sup>3</sup> Wasser, wobei Sie die Schritte 1-4 jedesmal wiederholen.
  8. Pressen Sie den Kolben gegen den Filterkuchen, um die restliche Flüssigkeit herauszudrücken.
  9. Verschliessen Sie das Loch mit dem Finger und ziehen Sie den Kolben mit dem Filterkuchen heraus. (Helfen Sie eventuell durch Schieben mit dem Spatel nach.)
- a) Füllen Sie Ihr Produkt in die offene Petrischale, die mit Ihrem Code markiert ist. Lassen Sie die Schale auf dem Tisch stehen. Die Organisatoren werden das Produkt trocknen, wiegen und die Reinheit überprüfen.
  - b) Berechnen Sie die theoretische Ausbeute (Masse) in g. ( $M(\text{C}) = 12 \text{ g/mol}$ ,  $M(\text{O}) = 16 \text{ g/mol}$ ,  $M(\text{H}) = 1,0 \text{ g/mol}$ )

### Synthese von $\alpha$ -D-Glucopyranose-pentaacetat aus $\beta$ -D-Glucopyranose-pentaacetat

Eine alternative Synthese von  $\alpha$ -D-Glucopyranose-pentaacetat geht vom leicht zugänglichen  $\beta$ -D-Glucopyranose-pentaacetat aus. Im folgenden Experiment wird die Kinetik dieser Reaktion mittels Dünnschichtchromatographie untersucht.



Geben Sie 1.5 cm<sup>3</sup> Essigsäureanhydrid zu 50 mg wasserfreiem ZnCl<sub>2</sub> (bereits abgewogen in einem Reagenzglas). Fügen Sie 100 mg reines  $\beta$ -D-Glucopyranose-pentaacetat (BPAG) zu und schütteln Sie, bis sich alles gelöst hat. Geben Sie drei Tropfen der Mischung in ein Eppendorf-Röhrchen, fügen Sie 0.5 cm<sup>3</sup> Methanol zu und heben Sie es für später auf.

Stecken Sie Ihr Reagenzglas in den auf 70°C vorgeheizten Heizblock im Abzug, der Ihrem Arbeitsplatz am nächsten ist. Schütteln Sie das Reagenzglas von Zeit zu Zeit kurz durch. Entnehmen Sie der Reaktionsmischung nach 2, 5, 10 und 30 Minuten jeweils drei Tropfen mit einer Pasteur-Pipette. Mischen Sie jede dieser Proben im Eppendorf-Röhrchen sofort mit 0.5 cm<sup>3</sup> Methanol, um die Reaktion zu stoppen.

Zur Untersuchung der Reaktionskinetik wird mit den entnommenen Proben eine Dünnschichtchromatographie (Kieselgel) durchgeführt. Tragen Sie dazu auch alle notwendigen Referenzverbindungen auf, um die Flecken auf der Platte identifizieren zu können. Markieren Sie die Startlinie mit Bleistift und entwickeln Sie die DC-Platte in einem Laufmittelgemisch (ELUENT) aus Isobutylacetat und Isoamylacetat (1:1). Erhitzen Sie die DC-Platte mit dem Heissluftfön (im Abzug!) um die Flecken sichtbar zu machen (die Verfärbung ist dauerhaft). Sollte eine brauchbare Auswertung nicht möglich sein, können Sie eine zweite DC-Platte anfordern (ohne Strafpunkte).

- c) Kopieren Sie Ihre DC-Platte auf das Antwortblatt und stecken Sie sie anschliessend in den markierten verschliessbaren Plastikbeutel.
- d) Interpretieren Sie Ihre experimentellen Ergebnisse, indem Sie die Fragen auf dem Antwortblatt beantworten.

## Aufgabe 2

Achtung: Die Vollpipette hat 2 Eichmarken. Lassen Sie nur bis zur unteren Eichmarke ab (dann sind es  $10.00 \text{ cm}^3$ ). Lassen Sie die Pipette nicht vollständig auslaufen.

Gibt man Kaliumhexacyanoferrat(II),  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , in eine Lösung mit Zink-Ionen, bildet sich ein sehr schwer löslicher Niederschlag. Ihre Aufgabe ist es, die stöchiometrische Zusammensetzung des Niederschlages, der kein Kristallwasser enthält, zu bestimmen.

Die Fällungsreaktion ist vollständig und läuft so schnell ab, dass sie in einer Titration verwendet werden kann. Der Endpunkt kann mit Hilfe eines Redoxindikators erkannt werden. Vorher müssen Sie allerdings die genaue Konzentration der Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung bestimmen.

### Herstellen der $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ -Lösung und Bestimmung der genauen Konzentration

Lösen Sie die feste Probe von  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ( $M = 422.41 \text{ g/mol}$ ) im kleinen Erlenmeyerkolben und überführen Sie die Lösung quantitativ in den  $100.00 \text{ cm}^3$  Messkolben. Entnehmen Sie eine  $10.00 \text{ cm}^3$  Portion der Hexacyanoferrat(II)-Lösung. Geben Sie vor der Titration  $20 \text{ cm}^3$  Schwefelsäure ( $1 \text{ mol/dm}^3$ ) und zwei Tropfen der Ferroin-Indikatorlösung zu jeder Probe. Titrieren Sie mit  $0.05136 \text{ mol/dm}^3 \text{ Ce}^{4+}$ -Lösung. Wiederholen Sie die Bestimmung so oft wie nötig. Cer(IV) ist in saurer Lösung ein starkes Oxidationsmittel und bildet in der Redoxreaktion Ce(III).

- Geben Sie einen geeigneten Mittelwert des Verbrauchs an  $\text{Ce}^{4+}$ -Lösung an!
- Formulieren Sie die Gleichung für die Titrationsreaktion. Bestimmen Sie die Masse ihrer  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ -Probe.

### Reaktion zwischen Zink-Ionen und Kaliumhexacyanoferrat(II)

Überführen Sie mit der Vollpipette  $10.00 \text{ cm}^3$  der Hexacyanoferrat(II)-Lösung in einen Erlenmeyerkolben und geben Sie  $20 \text{ cm}^3$  Schwefelsäure ( $1 \text{ mol/dm}^3$ ) zu. Fügen Sie 3 Tropfen Indikatorlösung (Diphenylamin) sowie 2 Tropfen  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ -Lösung zu. Der Indikator funktioniert nur in der Gegenwart von wenig Hexacyanoferrat(III),  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ . Titrieren Sie langsam mit der Zinklösung bis eine blau-violette Färbung auftritt. Wiederholen Sie die Bestimmung so oft wie nötig.

- Geben Sie einen geeigneten Mittelwert des Verbrauchs an  $\text{Zn}^{2+}$ -Lösung an.
- Interpretieren Sie die Titration, indem Sie die Fragen auf den Antwortblättern beantworten.
- Bestimmen Sie die Formel des Niederschlages.

Vorsicht: Maximale Punkte werden nicht unbedingt für Messungen vergeben, die sich aus den theoretisch erwarteten Werten errechnen lassen.

# Aufgabe 3

Achtung: Behandeln Sie alle Lösungen so, als wären sie toxisch und ätzend. Verwenden Sie die vorgesehenen Abfallbehälter!

Der Heissluftfön erreicht Temperaturen bis zu 500°C. Richten Sie den Fön nicht auf brennbare Materialien und Körperteile. Seien Sie vorsichtig mit der heissen Metallöffnung am Fön.

Geben Sie vor dem Erhitzen immer ein Siedesteinchen (pumice stone) zu den Lösungen, um Siedeverzüge zu vermeiden. Richten Sie beim Erhitzen niemals die Öffnung eines Reagenzglases in Richtung anderer Personen.

Sie haben acht unbekannte wässrige Lösungen. Jede Lösung enthält nur eine Verbindung. Das gleiche Ion kann in mehreren Lösungen vorkommen. Jede Verbindung besteht formal aus einem Kation und einem Anion aus der folgenden Liste:

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

Sie haben Reagenzgläser, eine Heizquelle, Wasser und pH-Papier, jedoch keine weiteren Reagenzien zu Verfügung.

Identifizieren Sie die Verbindungen in den Lösungen 1-8. Auf der nächsten Seite finden Sie eine Löslichkeitstabelle einiger Anionen, die Sie als Hilfestellung verwenden können. Falls es Ihnen nicht möglich ist ein Ion exakt zu identifizieren, geben Sie die kleinstmögliche in Frage kommende Auswahl an.

## Anmerkungen:

Die unbekanntes Lösungen können geringfügige Verunreinigungen enthalten, welche durch den Einfluss von Luft entstanden sind. Die Konzentration aller Lösungen beträgt etwa 5% (Massenprozent) und es sind gut zu beobachtende Niederschläge der Hauptkomponenten zu erwarten. In einigen Fällen erfolgt die Niederschlagsbildung nicht sofort. Es können sich übersättigte Lösungen bilden, aus denen erst nach einiger Zeit ein Niederschlag ausfällt. Treffen Sie keine voreiligen Schlussfolgerungen, warten Sie, wenn nötig, 1-2 Minuten. Achten Sie gewissenhaft auf alle Anzeichen etwaiger Reaktionen.

Beachten Sie, dass das Erhitzen alle Prozesse beschleunigt, die Löslichkeit der meisten Verbindungen erhöht und Reaktionen stattfinden können, die bei Raumtemperatur nicht ablaufen.



### Löslichkeitstabelle bei 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>	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>		
CH <sub>3</sub> COO <sup>-</sup>														HR			1.0	↓	↓					↓	
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>			3.6	↓						↓ (G)		↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	HR				HR					↓ R				HR	↓		0.41 ((G))	↓ R	↓	↓				↓	
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>																									
F <sup>-</sup>		0.13		↓	0.5		↓	4.0	1.0	↓ (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)	↓	↓ (V)	↓	↓	↓		↓	↓ (G)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>		↓		↓	↓		↓	↓	↓	↓ (W)	↓	↓ (V)	↓	↓	↓		↓	↓ (G)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>					HR		1.0	HR	HR		↓ (W)	HR		↓	↓		↓	↓ (G)	↓	↓	HR	↓	↓	↓	
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>						2.1																			
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	HR							HR	↓ R	R		HR					0.91	R	R	R		↓ R			
Br <sup>-</sup>																	↓ ((G))						0.98		
I <sup>-</sup>										R				↓ R			↓ (G)	1.0					↓ (G)	↓ (S)	

**Kein Eintrag:** Lösliche Verbindung    ↓: Unlösliche Verbindung    R: Redoxreaktion bei Raumtemperatur

**HR:** Löslich bei Raumtemperatur. In heisser Lösung erfolgt allerdings eine beobachtbare Reaktion (nicht zwangsläufig eine Niederschlagsbildung). Löslichkeiten in g (Substanz) / 100 g Wasser. Es sind nur Werte zwischen 0.1 und 4 angegeben.

**Niederschläge,** deren Farbe signifikant von der Farbe der Ionen abweicht: (S) = weiss, (G) = hellgelb,

(G) = gelb.

Name:

Code: SUI-

# Aufgabe 1

10% der Gesamtpunkte

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

a) Ausbeute des Produktes in g (wird von den Organisatoren bestimmt):

b) Berechnen Sie die theoretische Ausbeute Ihres Produktes in g.

Theoretische Ausbeute:

c) Zeichnen Sie Ihre entwickelte DC-Platte in das Kästchen und lassen Sie das Original im Plastikbeutel auf Ihrem Tisch.

Name:

Code: SUI-

---

d) **Interpretieren Sie Ihr Experiment** und kreuzen Sie die richtigen Antworten an.

Die Acetylierung von Glucose ist exotherm.

- a) Ja
- b) Nein
- c) Kann aufgrund des Experiments nicht entschieden werden

Die Isomerisierung von  $\beta$ -D-Glucopyranose-pentaacetat kann für die Herstellung von reinem  $\alpha$ -D-Glucopyranose-pentaacetat verwendet werden.

- a) Ja
- b) Nein
- c) Kann aufgrund des Experiments nicht entschieden werden

Name:

Code: SUI-

## Aufgabe 2

15 % der Gesamtpunkte

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

a)  $\text{Ce}^{4+}$ -Verbrauch:

Geeigneter Mittelwert des Titrationsvolumens ( $V_1$ ):

b) Gleichung für die Titrationsreaktion:

Berechnung der Probenmasse:

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

c) Zinkverbrauch:

Geeigneter Mittelwert des Titrationsvolumens ( $V_2$ ):

d) Kreuzen Sie die richtige Antwort an.

Der Diphenylamin-Indikator ändert die Farbe beim Endpunkt,

- a) weil die Konzentration der Zinkionen zunimmt,
- b) weil die Konzentration der  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$  Ionen abnimmt,
- c) weil die Konzentration der  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$  Ionen zunimmt,
- d) weil der Indikator aus seinem Komplex frei gesetzt wird.

Name:

Code: SUI-

Welche Form des Indikators ist vor dem Endpunkt vorhanden?

- a) oxidierte Form
- b) reduzierte Form
- c) komplexiert an ein Metallion

Am Beginn der Titration ist das Redoxpotenzial des Hexacyanoferrat(II)/Hexacyanoferrat(III)-Systems niedriger als das Redoxpotenzial des Diphenylindikators.

- a) richtig
- b) falsch

e) Ermitteln Sie die Summenformel des Niederschlages, zeigen Sie Ihre Berechnungen.

Formel des Niederschlages:

Items replaced or refilled:

Student signature:

Supervisor signature:

Name:

Code: SUI-

# Aufgabe 3

15 % der Gesamtpunkte

Aufgabe 3
108

Füllen Sie diese Tabelle erst dann aus, wenn Sie mit allen Ihren Analysen und Zuordnungen fertig sind.

	1	2	3	4	5	6	7	8
Kation								
Anion								