

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

37th International Chemistry Olympiad

Taipei, Taiwan

Praktisk Prøve

Tirsdag, 19. juli 2005

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

Vigtige bemærkninger

- Den plastikpose, som du fik ved indgangen til laboratoriet, indeholder de ukendte prøver til eksperiment 2. Læg den i plastikkassen på bordet indtil du skal bruge den.
- Du skal altid bære sikkerhedsbriller (eller dine egne briller hvis de er blevet godkendte) mens du er i laboratoriet.
- Du må ikke spise i laboratoriet.
- Når du går ind i laboratoriet, så check hvor nødbuseren er placeret.
- Det forventes at deltagerne arbejder sikkert, holder deres arbejdsplads ren og opfører sig socialt. Hvis der er spørgsmål til sikkerhed, så spørg laboratoriepersonalet.
- **Det praktiske arbejde må først begyndes når startsignalet gives.**
- Du har 5 timer til at lave alle eksperimenterne og udfylde svararkene. Du vil få besked 30 min før de 5 timer er udløbet. Du skal stoppe arbejdet med det samme, efter du har fået besked på det. Hvis du ikke stopper inden for 5 min, vil den opgave, du er i gang med, blive annulleret og du vil få nul point.
- **Den praktiske prøve består af to eksperimenter. For at anvende tiden fornuftigt, skal du starte med det organiske eksperiment og forsætte med det, indtil der står, at du skal skifte til at analytiske eksperiment. Derefter skal du afslutte det organiske eksperiment. Denne anden del af det organiske eksperiment (eksperiment 1) tager mindst 1 time.**
- **Brug kun den pen og den lommeregner, som du har fået udleveret.**
- Skriv dit navn og ID-nummer (bag på dit navneskilt) øverst på alle svarark.
- Alle svar skal skrives i de dertilhørende bokse. Resultater angivet andetsteds giver ikke point. Du må ikke skrive på bagsiden af svararkene. Du kan få mere kladdepapir, hvis du har brug for det.
- Efter prøven skal du lægge alle svararkene i den udleverede kuvert. Kun ark i kurverten bliver rettet.
- Du må ikke forlade laboratoriet, før du får tilladelse til det.
- Brug kun det udleverede udstyr.
- Der er i alt **5** svarark – **4** til det organiske og **1** til det analytiske eksperiment.
- Fire stykker kladdepapir (bliver ikke rettet) er udleveret, men du kan bede om flere, hvis du får brug for det.
- Du kan anmode om at se den officielle engelske version

Håndtering af kemikalie- og glasaffald.

Der er tre affaldsbeholdere i laboratoriet – en til flyderende organisk affald, en til fast affald og en til glasaffald.

Oprydning.

Vær venlig at holde din arbejdsplads ren. Tør bordet af med våd køkkenrulle når du er færdig.

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

Organisk syntese

Udstyrsliste

udstyr	antal	udstyr	antal
Magnetomrører med varmeplade	1	Vejepapir	10
Magneter	2	Præparatglas (20 mL) (blå mærkat med dit ID-nummer og ^1H NMR)	1
Magnet-fanger	Deles mellem 2 personer	Præparatglas (20 mL) (pink mærkat med dit ID-nummer og $[\alpha]_D$)	1
Vacuumpumpe	Deles mellem 2 personer	Glasspatel	1
Klemme med holder	3	Spatler	2
Termometer	1	Gummipropper (septa)	2
Engangs glaspipette (Pasteur pipette)	5	Vandbad (rustfri stål)	1
Pipette-bolde (små sutter)	2	Isbad (Styroform-skumskål)	1
Måleglas (10 mL)	1	Nål/kanyle	1
Måleglas(25 mL)	1	Sprøjteflaske med demineraliseret vand	1
Rundbundet kolbe (25 mL)	1	Bomuldshansker	1 par
Rundbundet kolbe (50 mL)	1	Latexhandsker på fællesplads i laboratoriet	
Hirsch-tragt til sugefiltrering (50 mL) (med dit ID-nummer)	1	"Korkring" af gummi til kolber	1
Hirsch-tragt til sugefiltrering (70 mL) (med dit ID-nummer)	1	Køkkenrulle	1 rulle
Sugekolbe med gummikonus (250 mL)	1	Kleenex	1 kasse
Svalerør	1	Glastragt	1
Teflon-konus (sleeve) til tilpasning af svalerør. (Klip omkring 1 cm fra den smalle ende så den passer)	1	Bægerglas (800 mL)	1
Sikkerhedsbriller	1	Bægerglas (400 mL)	1

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

Kemikalieliste

kemikalie	formel	Molar-masse	mængde	Risiko-sætninger	Sikkerheds-sætninger
ethanol	C_2H_5OH	46.07	50 mL	11	7-16
Blanding af opløsningsmidler 1,2-ethandiol:ethanol (2:9)	$(CH_2OH)_2$	-	50 mL	22	-
Benzoylmethansyre	$C_8H_6O_3$	150.13	angivet på glasset	36/37/38	26-28-36
ammonium methanoat	HCO_2NH_4	63.06	7.57 g	36/37/38	26-36
D,L-phenylglycine	$C_8H_9NO_2$	151.16	Angivet på glasset (udleveres senere til trin 2)	-	22-24/25
Pentamethylcyclopentadienyl- rhodium(III) chloride, dimer	$[(CH_3)_5C_5RhCl_2]_2$	-	37.2 mg	20/21/22 , 36/37/38	26, 36
(1S)-(+)-10-camphersulfonsyre [(+)-CSA]	$C_{10}H_{16}O_4S$	232.30	1.80 g	34	26-36/37/39- 45

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

Risk statements

R 11	Highly flammable.
R 20	Harmful by inhalation.
R 22	Harmful if swallowed.
R 25	Toxic if swallowed.
R 31	Contact with acids liberates toxic gas.
R 32	Contact with acid liberates very toxic gas.
R 34	Causes burns.
R 35	Causes severe burns.
R 36	Irritating to eyes.
R 37	Irritating to respiratory system.
R 38	Irritating to skin.
R 40	Limited evidence of a carcinogenic effect
R 41	Risk of serious damage to the eyes.
R 43	May cause sensitization by skin contact.
R 50	Very toxic to aquatic organisms.
R 52	Harmful to aquatic organisms.
R 53	May cause long-term adverse effects in the aquatic environment.

Combination of risk statements

R 20/21/22	Harmful by inhalation, in contact with skin, and if swallowed.
R 36/37/38	Irritating to eyes, respiratory system and skin.

Safety statements

S 7	Keep container tightly closed.
S 13	Keep away from food, drink and animal foodstuffs.
S 16	Keep away from sources of ignition - No smoking.
S 22	Do not breathe dust.
S 23	Do not breathe gas/fumes/vapour/spray (appropriate wording to be specified by the manufacturer).
S 23.2	Do not breathe vapor.
S 24	Avoid contact with skin.
S 26	In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.
S 28	After contact with skin, wash immediately with plenty of soap-suds.
S 30	Never add water to this product.
S 36	Wear suitable protective clothing.
S 37	Wear suitable gloves.
S39	Wear eye / face protection.
S 41	In case of fire and/or explosion do not breathe fumes.
S 45	In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).
S 60	This material and its container must be disposed of as hazardous waste.
S 61	Avoid release to the environment. Refer to special instructions / Safety data sheets.

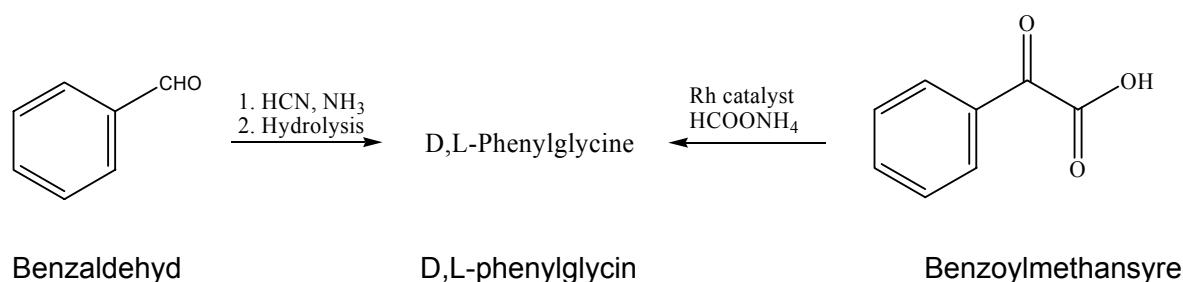
Combination of safety statements

S 24/25	Avoid contact with skin and eyes.
S 36/37/39	Wear suitable protective clothing, gloves and eye/face protection.
S 36/37	Wear suitable protective clothing and gloves.
S 37/39	Wear suitable gloves and eye/face protection.

Ekspirement 1

Syntese af D,L-phenylglycin og adskillelse af spejlbilledisomere

En af de enantiomere former af phenylglycin er et vigtigt udgangsstof i syntesen af β -lactam-antibiotika. Den industrielle produktion af optisk aktiv phenylglycin foregår via *Andeno*-processen. Udgangsstoffet benzaldehyd behandles med HCN/NH₃ efterfulgt af hydrolyse til at give racemisk D,L-phenylglycin. Den ønskede enantiomer af phenylglycine isoleret fra den racemiske blanding ved hjælp af (+)-camphersulfonsyre [(+)-CSA].



I dette eksperiment skal du syntetisere racemisk D,L-phenylglycin (som er henholdsvis R- og S-isomererne) via en alternativ metode, som kaldes reduktiv aminering. Behandling af benzoylmethansyre med Rh-katalysator og ammoniummethanoat giver D,L-phenylglycin. De to spejlbilledisomere af D,L-phenylglycin adskilles (resolveres) med behandling med (+)-CSA i vand. Opløseligheden af komplekset D-phenylglycine•(+)-CSA er 5.75 g/100g H₂O, mens opløseligheden af komplekset L-phenylglycine•(+)-CSA er >150 g/100g H₂O ved 25 °C. Det kemiske udbytte og den optiske renhed af det diastereomere salt skal bestemmes.

EKSPERIMENTIEL FREMGANGSMÅDE

Vigtigt: Du skal bruge latex-handsker (engangs) under hele det organiske eksperiment.

Trin 1. Syntese af D,L-phenylglycin

De følgende stoffer er afvejet på forhånd og kan anvendes direkte uden yderligere afvejning: benzoylmethansyre, ammoniummethanoat, Rh-katalysator, (+)-CSA.

1. I en 50 mL rundbundet kolbe ved stuetemperatur placeres følgende: en magnet, den afvejede mængde benzoylmethansyre (cirka 1.80 g, den præcise masse er angivet på dit præparatglas; noter massen på svararket og få en laborant til at godkende massen, **NOTE: lokalirriterende, undgå kontakt med huden**), 7.57 g ammoniummethanoat (HCO₂NH₄), 37,2 mg Rh-katalysator

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

(ADVARSEL: den afvejere katalysator er i et foldet stykke vejepapir i en plastikpose. Vær omhyggelig!) og 22 mL opløsningsmiddelblanding.

2. Sæt tilbagesvaleren i kolben (klip omkring 1 cm fra den smalle ende så den passer) og isæt en "gummiprop" (septum) i toppen af svaleren. For at udligne trykket under reaktionen, skal nålen stikkes igennem midten af gummiproppen før du begynder opvarmningen. Spænd din opstilling godt fast til holderen ved magnetomrøreren. Lav et vandbad i et bægerglas med varmt vand, der udleveres af laboranten. Temperaturen af vandbadet skal holdes inden for 68 til 72 °C ved at justere termostaten på varmepladen eller tilsætte koldt vand. Nedsenk flasken i vandbadet mens der er omrøring. **(NOTE: svalerøret afkøles af luften, så der behøves ikke kølevand.)**
3. Blandingen vil blive uklar og farven ændres fra klar gullig til mørk grønlig og produktet begynder at fælde ud (tager typisk 25-35 minutter). Fjern derefter det varme vandbad og lad blandingen køle ned i et koldt vandbad under omrøring i yderligere 10 minutter.
4. Tilsæt 15 mL demineraliseret vand og omrør blandingen i 10 minutter.
5. Vej den store Hirschtragt (mærket med dit ID-nummer), og få en laborant til at bekræfte vægten. Brug magnetfangere til at fjerne magneten Opsaml bundfaldet i Hirschtragten ved brug af sugefiltrering (brug vacuumpumpen). Vask grundigt bundfaldet fire gange med ethanol (10 mL per gang). Ved hver vask skal vacummet fjernes og en glasspatel bruges til at røre rundt for at sikre grundig blanding mens ethanol tilsætte før vacummet tændes igen.
6. For at sikre hurtig tørring skal produktet spredes pænt ud i Hirschtragten. Giv glastragten til laboranten som vil tørre produktet i en ovn ved 100 °C i 1½ time.

Mens produktet tørrer skal du starte Eksperiment 2 (Analytisk Eksperiment). Du vil blive kontaktet, når dit produkt er tørt og klart. Trin 2 af dette eksperiment (Eksperiment 1) tager mindst 1 time.

7. Vej det tørrede produkt (D,L-phenylglycin) i Hirschtragten og få en laborant til at bekræfte massen. Beregn udbytteprocenten ud fra benzoylmethansyre. Renheden af produktet bestemmes med ¹H NMR. Aflever produktet i et præparatglas (**blå mærkat** med ¹H NMR og dit ID-nummer) til laboranten. Samtidigt vil du få udleveret en ny portion af D,L-phenylglycin til trin 2.

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

Trin 2. Adskillelse af spejlbilledisomererne (optisk resolvering) af D,L-phenylglycin ved hjælp af (+)-camphersulfonsyre [(+)-CSA]

1. In en 25 mL rundbundet kolbet placeres en magnet, den udleverede mængde D,L-phenylglycin (cirka 0,75 g, den præcise masse er angivet på dit præparatglas; noter massen på svararket og få en laborant til at godkende massen). Tilføj den afvejede mængde (+)-camphersulfonsyre [(+)-CSA] (1.80 g). Spænd opstilling god fast i stativ ved magnetomrøren. Tilsæt demineraliseret vand (4 mL) og nedsænk kolben i et varmt vandbad. Varm op til 90 ~ 100 °C med omrøring. Hold blandingen ved denne temperatur i 10 minutter indtil den er blevet klar.
2. Fjern vandbadet og lad blandingen køle ned til stuetemperatur i 10-15 minutter. Sæt en "gummiprop" i kolben og køl den ned i et isbad (Styroform-skål) i 15 minutter. Hvis der ikke kommer krystaller, kan du bede om at få udleveret en pokedkrystal til at starte krystallisationen.
3. Vej den lille Hirschtragt (mærket med dit ID-nummer), og få en laborant til at bekræfte massen. Fjern magneten med magnetfanger fra den rundbundede kolbe med krystallerne. Opsaml produktet med sugefiltrering i Hirschtragten. Vask grundigt produktet 2 gange med kold vand (kølet i isbad, 5 mL hver gang).
4. Før tørring, giv Hirschtragten med produktet til laboranten. Produktet vil blive tørret i en ovn ved 100 °C i 20 min. Du vil blive kontaktet, når dit produkt er klart. Vej produktet og få en laborant til at bekræfte massen. Beregn udbyttet ud fra D,L-phenylglycin som udgangsstof.
5. Den optiske renhed af det diastereomere salt vil blive målt med et præcist polarimeter efter eksperimenterne. Overfør det tørre produkt til et præparatglas (**pink mærkat** med $[\alpha]_D$ og dit ID-nummer) og giv prøven til laboranten, som senere vil afvejere en passende mængde (0.055 ~ 0.065g) og måle optisk rotation.

Hvis produktet ikke er blevet ordentlig tørt i Hirschtragten, vil laboranten veje det senere når det er tørt, men 15 point trækkes fra resultatet.

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

Eksperiment 2

Identifikation af ukendte uorganiske forbindelser

Bemærk

- (1) Denne praktiske øvelse er en "dråbetest" ("dråbehelvede"). Du kan udføre øvelsen på en plasticplade med fordybninger eller på en sort plasticskive (for bedre at kunne se hvide bundfald).
- (2) Kontroller om alt udstyr på listen er tilstede og om de er uden fejl. Tilkald laboratorievagten inden øvelsens start, hvis der er problemer.
- (3) **Kontroller omhyggeligt om kodenummeret på de ukendte stoffer og på udstyret passer med dit kodenummer.**
- (4) Voluminet af hver ukendt opløsning er ca. 1.5 mL (ca. 30 dråber). **Der vil ikke udleveret mere af reagenserne eller af de ukendte stoffer.**
- (5) Husk at kontrollere resultater og svar inden du skriver dem på svararket.
- (6) Kontroller at kontakten på batteriholderen er tændt og at batterierne sidder korrekt.
- (7) **Du vil få 8 points for hver rigtig identifikation.**

Introduktion

Der er 12 ukendte stoffer i din plasticpose: 9 ukendte opløsninger i dråbeflasker og 3 ukendte faste stoffer i præparatglas. Alle ukendte stoffer er nummereret med en trecifret kode. Husk at kontrollere nummeret med **List of Unknown Inorganic Samples** omhyggeligt, skriv derefter din studenterkode og dit navn på listen. (Listen udleveres sammen med dine ukendte prøver) Hvert præparatglas indeholder ca. 20 mg krystaller eller pulver af ét ukendt rent stof. Hver dråbeflaske indeholder ca. 1.5 mL opløsning af ét rent stof opløst i destilleret vand. Koncentrationen af de ukendte opløsninger er mellem 0.05 M og 0.5 M (mol/L).

Der er følgende ukendte stoffer:

HCl	H ₂ O ₂	H ₂ SO ₄	ZnCl ₂	NH ₄ SCN
NaOH	Na ₂ CO ₃	Na ₂ SO ₃	BaCl ₂	K ₄ Fe(CN) ₆

Bemærk

- (1) To af de ukendte stoffer forekommer to gange.
- (2) Eventuelt krystalvand i ovennævnte stoffer er udeladt.

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

På din laboratorieplads, er der en plastickurv med følgende udstyr og reagenser, som skal anvendes til øvelsen.

Udstyrsliste

Udstyr	Antal	Udstyr	Antal
Platintråd	1	Guldtråd	1
Batteriholder	1	Batterier	2
Plasticbakke med fordybninger	1	Sort plasticplade (rund)	1
Saks	1	Dråbepipette (1 mL)	5
Plastic omrørerpinde	2		

Reagenser

Reagens	Konc.	Reagens	Konc.
KI	0,1M	pp (phenolphthalein)	0,01%
FeCl ₃	0,1M	Stivelsesopløsning	0,01%

Risiko- og sikkerhedsoplysninger

Kemikalier	Formel	Risikosætninger	Sikkerhedssætninger
Saltsyre	HCl	36/37/38	26
Svovlsyre	H ₂ SO ₄	35	26-30-45
Natriumhydroxid	NaOH	35	26-36/37/39-45
Hydrogenperoxid	H ₂ O ₂	22-41	26-39
Natriumcarbonat	Na ₂ CO ₃	36	22-26
Bariumchlorid	BaCl ₂	20-25	45
Natriumsulfit	Na ₂ SO ₃	31-36/37/38	26-36
Zinkchlorid	ZnCl ₂	22-34-50/53	26-36/37/39-45-60-61
Kaliumhexacyanoferrat(II)	K ₄ Fe(CN) ₆	32	22-24/25
Ammoniumthiocyanat	NH ₄ SCN	20/21/22-32-52/53	13-61
Jern(III)chlorid	FeCl ₃	22-34	26-36/37/39-45
Kaliumiodid	KI	-	22-24/25 *
Stivelsesopløsning	-	-	-
Phenolphthalein-indikator		40	36/37

Country: Denmark	Language: Danish
-------------------------	-------------------------

2-1 Anvend de fire udleverede reagenser, de ukendte stoffer og elektrolyseudstyret til at identificere de ukendte stoffer. Skriv svarene og din trecifrede kode på svararket.

Bemærk

Vær venlig at anbringe de to udleverede elektroder (Pt og Au tråd) og de to batterier i de udleverede plasticposer. Anbring ligeledes udstyr og reagenser (inklusive ukendte stoffer) på de oprindelige pladser på øvelsesbordet (i plasticurven).

2-2 I denne øvelse, har du udført en række analyser for at identificere (eller eftervise) de ukendte stoffer:

- A. Opskriv reaktionsskemaet for den samlede elektrolysereaktion for elektrolysen af ZnCl_2 -prøven.
- B. Opskriv et reaktionsskema, som viser hvordan man kan fjerne belægningen af fast Zn på den ene elektrode (du må kun anvende udstyr og kemikalier udleveret til denne øvelse).