



17. Balti Keemiaolümpiaad

Riia, Läti, 2009

Praktiline voor

Introduction

General information

- Keep your safety or optical glasses on, while working in laboratory. Fill pipettes only with a bulb. Food is strongly prohibited in the laboratory.
- Participants must follow safety rules, be polite and keep instruments and your working place in neat order. Do not hesitate to ask laboratory assistant about safety.
- You can only start to work once the starting command is given.
- You are given 5 hours to complete your experimental work and fill the answer sheets. You will be notified 15 before the end of practical examination. You must stop working once the “stop” signal is given. If you are late 5 min or more, your work will be disqualified and you will be given 0 points for practical examination.
- Write your last name and code (found on your working place) in designated areas on your answer sheets.
- All results should be written in boxed areas in answer sheets. Information written in other parts of answer sheets will not be graded. Do not write on the other side of answer sheets. Ask laboratory assistant, if you need paper for calculations or clean answer sheet.
- You can only start working on the second part, when first is finished and answer sheet is turned in.
- Do not leave the laboratory without permission.
- You can only use materials given to you in the laboratory.
- Number of decimal places in calculations must be in accordance with experimental error and data analysis principles. You will be penalized for inaccurate calculations, even if your experimental skills are faultless.

Utilization of spilled chemicals and broken glassware

- All filtrates of organic compounds, washing liquids and other waste materials should be placed in waste containers.
- When disposing waste, look for the appropriate waste container.
- Broken glassware should be placed in waste basket.

Ülesanne 1

Küllastumata imiini selektiivne redutseerimine

Naatriumborohüdroiid on selektiivne redutseeriv reagent. Selles ülesandes teostate te 3-nitroaniliini kondensatsiooni reaktsiooni kaneelaldehüüdiga. Vesi eemaldatakse aseptroopse destillatsiooniga ja sünteesitakse imiini **A**, mis redutseeritakse selektiivselt produktiks **B**.

Seadmed ja materjalid:

Igal töökohal:
Statiiv ja käpp
Kuumutusplaat
Liivavann
Ümarkolb (50 cm ³)
Destillatsiooni adapter
Termomeeter
Liebigi jahuti
Allonz
Uuriklaas
Lehter
2 mõõtsilindrit (25 cm ³)
2 klaasipetti
Alumiiniumfoolium
Kaalupaber
Kooniline kolb (25 cm ³)
2 Petri tassi
2 keeduklaasi (50 cm ³ 80 cm ³)
Katseklaaside statiiv
3 tsentrifuugi klaasi
Kaneelaldehüüdi lahus mõõtudega katseklaasis
Spaatel
Klaaspulk
Kristallimisnõu
Filterpaber
Kromatograafia plaat
Iga kahe õpilase jaoks
Kaalud
Skalpell
Spaatel
Keemistsentrid
Klaaskapillaarid
Üldiseks kasutamiseks
Vaakumfiltreerimise seade
Bunseni pudel koos Büchneri lehtriga
Bunsen flask with Hirsch funnel
Veekindel marker

Reagendid:

igal töökohal:	Riski ja ohulauseid
Kaneelaldehüüdi lahus etanoolis (mõõtu dega katseklaasis, varustatud klaaskorgiga)	R36,R37,R38; S26,S36
95% etanool	R11,R20,R21,R22,R36 ;S7,S16
Destilleeritud vesi	
Iga kahe õpilase jaoks	
3-nitroaniliin	R23,R24,R25,R33,R52,R53; S28a,S36,S37,S45,S61
Naatriuborohüdriid	R18,R22,R31,R35; S9,S14,S36,S37,S39,S45
Abs. etanool	R11,R20,R21,R22,R36, S7,S16
Eluent (heksaan/etüülatsetaat 1:1)	R11,R38,R48/20,R62,R65,R67,R51/53; S9,S16,S29,S33,S36,S37,S61,62

Riski ja ohulauseid	Selgitused
R11	Highly flammable
R18	In use, may form flammable/explosive vapor-air mixture
R20	Harmful by inhalation
R21	Harmful in contact with skin
R22	Harmful if swallowed
R23	Toxic by inhalation
R24	Toxic in contact with skin
R25	Toxic if swallowed
R31	Contact with acids liberates toxic gas
R33	Danger of cumulative effects
R35	Causes severe burns
R36	Irritating to eyes
R37	Irritating to respiratory system
R38	Irritating to skin
R48	Danger of serious damage to health by prolonged exposure
R52	Harmful to aquatic organisms
R51	Toxic to aquatic organisms
R53	May cause long-term adverse effects in the aquatic environment
R62	Possible risk of impaired fertility
R67	Vapors may cause drowsiness and dizziness
S7	Keep container tightly closed
S9	Keep container in a well-ventilated place
S16	Keep away from sources of ignition
S26	In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice
S28a	After contact with skin, wash immediately with plenty of water.
S29	Do not empty into drains
S36	Wear suitable protective clothing
S37	Wear suitable gloves.

S39	Wear eye/face protection
S45	In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).
S61	Avoid release to the environment. Refer to special instructions / Safety data sheets
62	If swallowed, do not induce vomiting: seek medical advice immediately and show this container or label

Eksperimendi kirjeldus:

Kasutades statiivi ja kätta kinnitage 50 cm³ ümarkolb sobivale kõrgusele kuumutusplaadi kohale. Et säästa aega, asetage liivavann kuumutusplaadile, lülitage sisse, aga ärge reguleerige kuumutamist.

Kasutades uuriklaasi kaaluge 0,69 g 3-nitroaniliini ja viige lehtri abil 50 cm³ ümarkolbi. Mõõtke mõõtsilindriga 10 cm³ absoluutset etanooli ja lisage reaktsioonikolbi. Lisage mõned keemistsentrid. Pange kokku destillatsiooniseade. Ärge pange destillatsiooniseadmele termomeetrit ja destillaadi kogumiseks kasutage mõõtsilindrit. Lisage läbi destillatsiooniseadme tilkhaaval, pipetti kasutades, reaktsioonikolbi kogu kaneelaldehüüdi lahus (0,73 g on lahustatud 1,5 cm³ absoluutses etanoolis), mille leiote mõõtudega katseklaasis. Asetage termomeeter destillatsiooniseadmele, katke kolb alumiiniumfooliumiga ja alustage kuumutamist.

Destillatsiooni ajal valmistage koonilises kolvis naatriumborohüdriidi lahus, lahustades 0,20 g naatriumborohüdriidi 8-10 cm³ 95% etanoolis.

Peatage kuumutamine ja destillatsioon, kui on kogunud ~10 cm³ destillaati. Valage vedelik vastavasse konteinerisse. Tõstke kolb kõrgemale, eemaldage liivavann koos kuumutusplaadiga, eemaldage allonž, jahuti ja vahetükk.

Viige kolvist väike kogus produkti tsentrifuugiklaasi planaarkromatograafia jaoks (TLC). Lahustage saadud produkt ~10 cm³ 95% etanoolis, vajadusel segage klaaspulgaga ja kuumutage kolvi sisu. Lisage pipetiga portsjonhaaval naatriumborohüdriidi lahus reaktsioonikolvi sisule. Naatriumborohüdriidi lisamise ajal jätkake reaktsioonisegu segamist. Asetage kolvile püstjahuti ja kuumutage liivavannil ca 20 minutit. Samal ajal võiksite täita vastustelehte.

Valage keeduklaasi ~15 cm³ vett. Peatage reaktsioonisegu kuumutamine, laske sellel pisut jahtuda ja valage see keeduklaasi vette. Jahutage jäävannil.

Filtrige produkt vaakumiga, kasutades Büchneri lehtrit. Säilitage väike kogus produkti TLC jaoks ja kristallige toorprodukt ümber 95% etanoolis.

Filtrige ümberkristallitud produkt vaakumiga, kasutades Hirschi lehtrit. Kirjutage markeriga Petri tassile oma kood ja pange sinna sünteesitud produkt. Tsentrifuugiklaasides olevad produktide proovid lahustage väikses koguses 95% etanoolis ja tehke neile TLC

Andke juhendajale oma Petri tass produktiga, TLC plaat ja vastuste leht.

Eesnimi, perekonnanimi:

Kood:

Ülesanne 1.

1a	1b	1c	1d	1e	Ülesanne 1
10	5	5	30	10	60

a) Kirjutage reaktsiooni võrrand ja andke aine **A** saamise kondensatsioonireaktsioonil osalevate ainete IUPAC-I nimed.

b) Kirjutage imiini redutseerimise reaktsiooni võrrand aine **B** IUPAC-i nimetus.

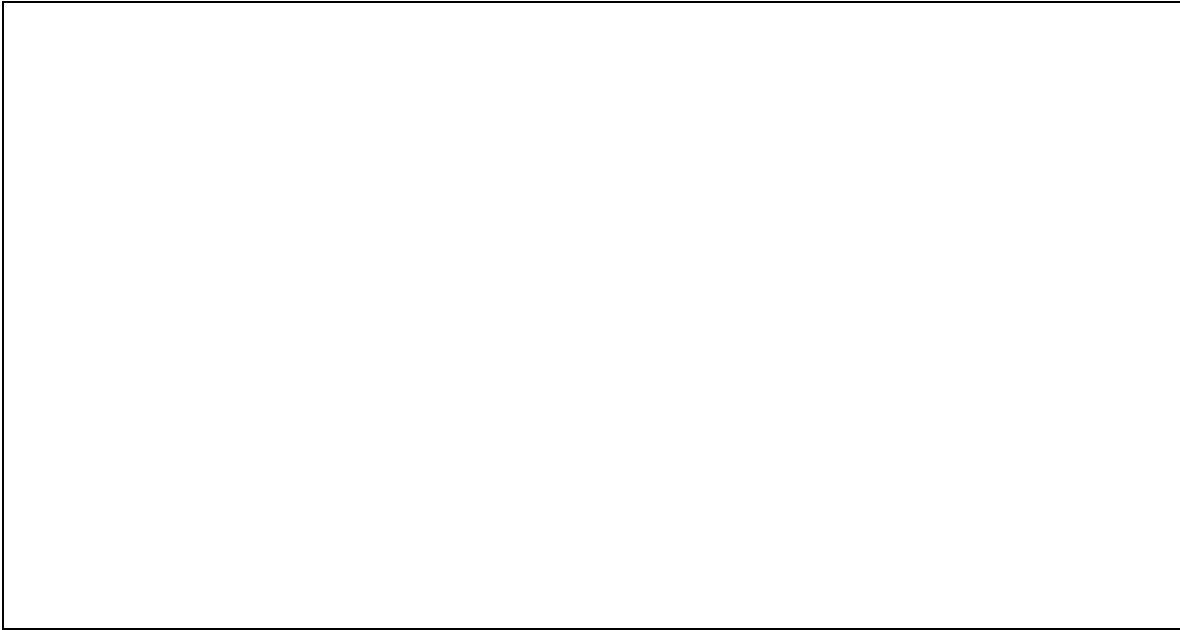
c) Produkti teoreetiline saagis (g).

Arvutused:

Teoreetiline saagis:

d) Produkti saagis (g), (määratakse organisaatorite poolt):

e) Joonistage TLC plaat ja arvutage ühendite A ja B R_f väärtused:



Ülesanne 2.

Kristallhüdraadi analüüs

Naatriumkarbonaatdekahüdraat kaotab kuivas õhus vett, kuid absorbeerib vett niiskes keskkonnas. Nii vee kaotamine kui ka liitmine toimuvad sammhaaval, mille tulemusena tekib erinevate kristallhüdraatide segu. Sellele vastavalt ei ole keskmine vee molekulide arv täisarv. Selle ülesande eesmärk on määrata naatriumkarbonaadi proovi koostis tiitrimisel eelnevalt standardiseeritud vesinikkloriidhappe lahusega.

Seadmed ja materjalid:

Igal töökohal:
Statiiv ja käpp
Kuumutusplaat
25 mL bürett
Lehter
50 mL keeduklaas
Termomeeter
3 lamedapõhjalist kolbi (250 mL)
20 mL gradueeritud pipett
100 mL mõõtkolb
Lehter
Kork
Plastikpipett
Pesupudel destilleeritud veega
Klaaspulk
Filterpaber
Riidelapp kuuma kolvi teisaldamiseks

Reagendid:

Igal töökohal:	<i>Ohutus- ja riskilaused</i>
0,05000 M $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ lahus	
~ 0,1 M HCl	
Metüülpunane-indikaator	
Segaindikaator (metüülpunane ja bromokresoolroheline)	
Keeduklaas $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ proovi kaalumiseks	R36,S22,S26.

<i>Ohutus- ja riskilaused</i>	<i>Selgitused</i>
R36	Ärritab silmi
S22	Ära hinga tolmu
S26	Kontakti korral silmadega loputage koheselt suure hulga veega ning pöördu aarsti poole.

Eksperimendi kirjeldus:

Kirjutage vastustelehele naatriumkarbonaadiproovi number ja küsige juhendajalt analüüsitava proovi massi.

Vesinikkloriidhappe lahus tuleb enne kasutamist standardiseerida. Hape tiitritakse naatriumtetraboraadi (0,05000 M) standardlahusega.

Viige 20 mL naatriumtetraboraadi standardlahust lamedapõhjalisse kolbi, lisage 3-5 tilka metüülpunast-indikaatorit ja tiitrige vesinikkloriidhappe lahusega kuni lahus muutub roosaks. Kirjutage vastustelehele kulunud happe ruumala. Korrake tiitrimist 2-3 korda ja arvutage vesinikkloriidhappe lahuse kontsentratsioon.

Viige naatriumkarbonaadi proov kvantitatiivselt kaalupeeduklaasist 100 mL mõõtkolbi, lahustage vees ja täitke kolb kuni märgini. Sulgege kolb korgiga ja segage segu.

Loputage gradueeritud pipetti destilleeritud veega ja seejärel paar korda valmistatud naatriumkarbonaadi lahusega. Viige 20 mL naatriumkarbonaadi lahust lamedapõhjalisse kolbi, lisage 3-5 tilka sega-indikaatorit. Tiitrige vesinikkloriidhappe lahusega kuni lahus muutub roosaks. Keetke lahust ca 3 minutit, jahutage seejärel ca 60 °C ja jätkake tiitrimist kuni lahus muutub uuesti roosaks. Korrake tiitrimist 3-4 korda ja arvutage naatriumkarbonaatkristallhüdraadi koostis.

Eesnimi, perekonnanimi:

Kood:

Ülesanne 2

2a	2b	2c	2d	2e	2.f	Ülesanne 2
3	1	2	3	1	10	20

Naatriumkarbonaadi kristallhüdraadi proovi number:

Proovi mass:

a) Naatriumtetraboraadi lahuse tiitrimiseks kulunud vesinikkloriidhappe lahuse ruumala (mL)

- 1.
- 2.
- 3.
- 4.

Keskmine ruumala:

b) Reaktsioonivõrrand:

c) Vesinikkloriidhappe lahuse kontsentratsiooni arvutused.

d) Naatriumkarbonaadi lahuse tiitrimiseks kulunud vesinikkloriidhappe lahuse ruumala (mL)

- 1.
- 2.
- 3.
- 4.

Keskmine ruumala:

e) Reaktsioonivõrrand

f) Naatriumkarbonaadi kristallhüdraadi koostise arvutused:

Leitud valem: