

40. MEDNARODNA KEMIJSKA OLIMPIADA

PRAKTIČNI TEST

15. Julij 2008
Budapest, Madžarska

Navodila

- Ta test ima **10 strani** in **5 strani za odgovore** (**8+4 za nalogi 1-2, 2+1 za nalogo 3**).
- Na voljo imaš **3 ure** za nalogi **1 in 2**. Po tem času boš moral-a zapustiti laboratorij, ker bo na vrsti kratka pavza, medtem ko bodo asistenti zamenjali steklovino in kemikalije. Potem boš imel-a **2 uri** za delo na nalogi **3**.
- Začni, ko dobiš ukaz START. Z delom prenehaj takoj, ko dobiš ukaz STOP po vsakem delu. Zamuda 3 minut pomeni neveljavnost tvojega eksperimentalnega dela.
- Upoštevaj varnostna navodila olimpiade. Ves čas v laboratoriju nosi zaščitna očala ali svoja, če si dobil za to odobritev, in uporabljal gumijasti nastavek za pipete. Pri delu z organskimi tekočinami nosi zaščitne rokavice.
- V primeru neupoštevanja varnostnih navodil boš opozoren-a samo ENKRAT. Drugič boš moral-a zapustiti laboratorij, rezultat celotnega eksperimenta pa bo nič točk.
- Če imaš kakršnakoli vprašanja v zvezi z varnostnimi navodili, ali če moraš zapustiti laboratorij, se obrni na demonstratorja.
- Uporabljaj samo pisalo in kalkulator, ki si ju dobil-a na pultu.
- Napiši **svoje ime in kodo na vsak list za odgovore**. Ne poskušaj ločiti listov.
- Rezultate vpisuj v ustrezne prostore na listih za odgovore. Karkoli bo napisano drugje, ne bo ocenjeno. Uporabi hrbitno stran lista, če potrebuješ prostor za svoje vmesne izračune in zabeležke.
- Nekaj steklovine boš med poskusi večkrat uporabil-a. Očisti in speri jo skrbno v najbližjem umivalniku.
- Za odvečne organske tekočine pri nalogi 1 in za vse tekočine pri nalogi 3 uporabljaj označene posode za odpadke v digestoriju.
- Pri navajanju številskih rezultatov upoštevaj pravila v zvezi s številom signifikantnih (veljavnih) mest. Napake bodo kaznovane z odbitkom točk, tudi če si eksperiment izvedel-a brez napak.
- Če se ti kaj razlije, razsuje ali razbije, lahko enkrat prosiš za ponovni vzorec ali opremo. Naslednjič pa bo to pomenilo **izgubo 1 točke** od 40 možnih.
- Ko si zaključil s prvim delom testa, moraš ustrezne liste za odgovore vstaviti v kuverto, ki si jo dobil-a. Ne zalepi kuverte.
- Če želiš, lahko zaprosiš za uradno angleško verzijo besedila tega testa.

SREČNO (GOOD LUCK)!!!!

Laboratorijska oprema

Za skupno uporabo v laboratoriju:

Grelec 70 °C v digestoriju

Destilirana voda (H_2O) v veliki plastični posodi

Rokavice iz lateksa (prosi za drugačne, če si alergičen-a na lateks)

Označena posoda za odpadke pri nalogi 1 (organske tekočine) in pri nalogi 3 (vse tekočine)

Posodo za razbito steklovino in kapilare

Na vsakem pultu:

Očala

Fen za sušenje

Flomaster

Svinčnik in ravnilo

Štoparica, ki jo lahko obdržiš. (Vprašaj nadzorno osebje za navodila, če je ne znaš uporabljati)

Pinceta

Spatula

Steklena palčka

Keramična plošča

Papirčki

Puhalka z destilirano vodo

9 Eppendorfovih epruvetk s pokrovčki v stojalu

TLC plošča v označeni (ziplock) vrečki

Plastična injekcija (100 cm^3) s poroznim polipropilenskim okroglim filtrom

Gumijast nastavek za pipete

14 graduiranih plastičnih Pasteurjevih pipet

Petrijevka z vgravirano kodo tekmovalca

Bireta

Stojalo s prižemo

Pipeta (10 cm^3)2 čaši (400 cm^3)

Čaša s filtrirnim papirjem za TLC, pokrita z urnim stekлом

10 kapilar

2 merilna valja (25 cm^3)3 Erlenmajerice (200 cm^3)Čaša (250 cm^3)2 čaši (100 cm^3)

Lij

Merilna bučka (100 cm^3)

30 epruvet v stojalu*

pH papirčki in pH skala v zaprti (ziplock) vrečki*

Lesene klešče za epruvete*

2 pokrovčka za epruvete*

* Dobite šele pri nalogi 3

Kemikalije

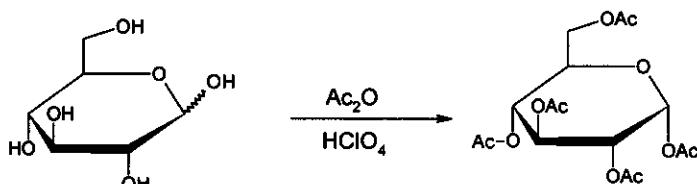
Skupne za 4-6 tekmovalcev	R stavki	S stavki
0,025 mol/dm ³ raztopina železovih ionov	52/53	
0,2 % difenilamin, (C ₆ H ₅) ₂ NH raztopina v konc. H ₂ SO ₄	23/24/25-33-35-50/53	26-30-36/37-45-60-61
0,1 mol/dm ³ K ₃ [Fe(CN) ₆] raztopina	32	
Vrelni kamenčki		
Na vsakem pultu:		
50 mg brezvodnega ZnCl ₂ v majhni epruveti (v stojalu, označena s kodo)	22-34-50/53	36/37/39-26-45-60-61
100 mg β-D-glukopiranoze pentaacetata (označen kot BPAG)		
3,00 g brezvodne glukoze, C ₆ H ₁₂ O ₆ , vnaprej stehthane v plastični posodici		
(CH ₃ CO) ₂ O v Erlenmeyerici (12 cm ³)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
(CH ₃ CO) ₂ O v plastični posodici (10 cm ³)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
CH ₃ COOH v plastični posodici (15 cm ³)	10-35	23-26-45
CH ₃ OH v plastični posodici (10 cm ³)	11-23/24/25-39	7-16-36/37-45
30 % HClO ₄ v CH ₃ COOH v plastični posodici (1 cm ³)	10-35	26-36/37/39-45
1:1 izobutil acetat – izoamil acetat v plastični posodici (20 cm ³), označeni z ELUENT	11-66	16-23-25-33
trden K ₄ [Fe(CN) ₆].3H ₂ O vzorec s kodo v majhni steklenički	32	22-24/25
Raztopina ZnSO ₄ , označena s kodo in koncentracijo (200 cm ³)	52/53	61
0,05136 mol/dm ³ raztopina Ce ⁴⁺ (80 cm ³)	36/38	26-36
1,0 mol/dm ³ raztopina H ₂ SO ₄ (200 cm ³)	35	26-30-45
Raztopine vzorcev za nalogo 3 (dobite jih na začetku dela na nalogi 3)	1-26/27/28-32-35-50/53	24/25-36/39-61

Risk and Safety Phrases

Indication of Particular Risks			
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		
Combination of Particular Risks			
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
Indication of Safety Precautions			
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.
Combination of Safety Precautions			
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		

Naloga 1

Sinteza α -D-glukopiranoze pentaacetata

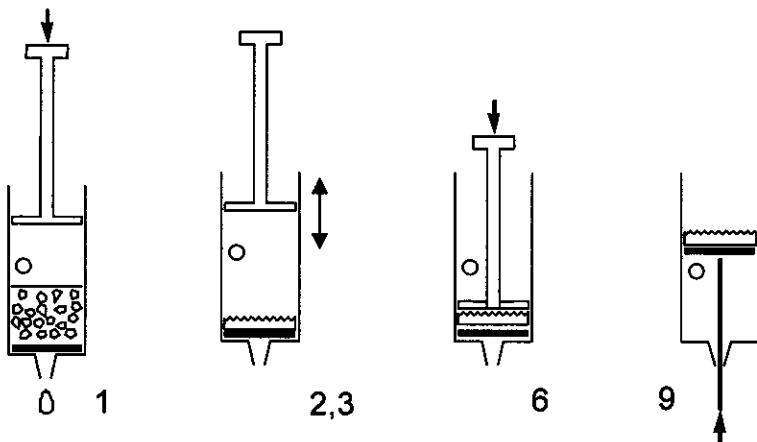


Previdnost: uporabljaj zaščitne rokavice pri rokovani z ocetno kislino in acetanhidridom. V primeru razlitja takoj sporoči nadzorniku.

Dodaj 12 cm^3 čiste ocetne kisline k 12 cm^3 acetanhidrida (ki se nahaja v Erlenmajerici) in premešaj. Dodaj 3,00 g glukoze (acetanhidrid je v prebitku). S Pasteurjevo pipeto dodaj 5 kapljic 30% HClO_4 , raztopljene v ocetni kislini. Po dodatku tega katalizatorja se lahko raztopina močno segreje.

Pusti pokrito zmes mirovati 10 minut, in jo od časa do časa premešaj z vrtenjem. Reakcijsko zmes prelij v 100 cm^3 vode v čaši. Podrgni stene čaše s stekleno palčko, s čemer se bo sprožila kristalizacija, in pusti kristalizirati 10 minut. S pomočjo injekcije s poroznim polipropilenskim okroglim filtrom prefiltriraj in dvakrat speri produkt s po 10 cm^3 vode.

Filtracija z uporabo plastične injekcije

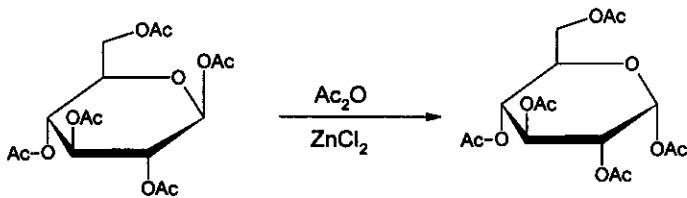


- Izvleci bat. Od zgoraj napolni injekcijo s suspenzijo, ki jo moraš prefiltrirati. Injekcijo lahko napolniš do nivoja odprtine. Ponovno namesti bat.
- Pokrij odprtino s prstom in potisni bat navzdol do nivoja odprtine.
- Odkrij odprtino in povleci bat nazaj. Pri tem pazi, da ne povlečeš zraka v injekcijo skozi filter.
- Ponovi korake 2-3 nekajkrat, da se znebiš tekočine.
- Ponovi korake 1-4, dokler ni vsa trdna snov na filtru.
- Potisni bat proti filtrirni pogači, da iztisneš tekočino.
- Dvakrat speri produkt s po 10 cm^3 vode (ponavljanje stopenj 1-4).
- Potisni bat proti filtrirni pogači, da iztisneš vodo.
- Izvleci bat, pri čemer je odprtina pokrita, da tako dvigneš filtrirno pogačo. (Pri tem si lahko pomagaš z drugim koncem spatule).

- a) Prenesi produkt v odprto petrijevko, označeno s tvojo kodo. Pusti jo na pultu. Organizatorji bodo tvoj product posušili, stehtali in preverili čistost.
- b) Izračunaj teoretično maso svojega produkta v gramih. ($M(C) = 12 \text{ g/mol}$, $M(O) = 16 \text{ g/mol}$, $M(H) = 1,0 \text{ g/mol}$)

Sinteza α -D-glukopiranoze pentaacetata iz β -D-glukopiranoze pentaacetata

Alternativna sinteza α -D-glukopiranoze pentaacetata lahko poteče iz že pripravljenega β -D-glukopiranoze pentaacetata. V tem eksperimentu bomo proučevali kinetiko te reakcije s tenkoplastno kromatografijo.



K 50 mg brezvodnega $ZnCl_2$ (predhodno stehtan v epruvetki) dodaj $1,5 \text{ cm}^3$ acetanhidrida. Dodaj 100 mg čistega β -D-glukopiranoze pentaacetata (BPAG) in mešaj s kroženjem, dokler se ne raztopi. Od te zmesi prenesi 3 kapljice v Eppendorfovno epruvetko, dodaj $0,5 \text{ cm}^3$ metanola in shrani za kasneje.

Epruveto s preostalo zmesjo odnesi k grelnemu aparatu v najbližjem digestoriju. Postavi jo v grelni blok, ki je nastavljen na 70°C . Vsebino epruvete premešaj od časa do časa. Med reakcijo jemli po tri kapljice vzorca iz zmesi s pomočjo Pasteurjevih pipet, in sicer po 2, 5, 10, in 30 minutah; vzorčke prenesi v Eppendorfove epruvetke. Vsakokrat dodaj takoj po $0,5 \text{ cm}^3$ metanola, s čemer ustaviš reakcijo.

Vzorčke boš nanesel-a na TLC ploščo, s čemer bo študiral-a reakcijsko kinetiko. Nanesi tudi referenčno zmes, ki si jo shraniš-a na začetku, kar bo pomagalo pri identifikaciji lis na plošči. Označi lise s svinčnikom, in razvij ploščo v zmesi (eluent) izobutil acetata/ izoamil acetata (1:1). Pogrej ploščo s fenom (v digestoriju!), da postanejo lise vidne (barva je stabilna). Lahko zaprosiš za drugo ploščo brez odbitka točk, če jo potrebuješ za preverjanje rezultatov.

- c) Preriši svojo razvito ploščo na list za odgovore, ploščo pa vstavi v označeno (ziplock) vrečko.
- d) Odgovori na vprašanja v zvezi z eksperimentom na listu za odgovore.

Naloga 2

Ta del je napisan za tiste, ki ne poznate te vrste pipet. Navodilo: pipeta ima dve oznaki. Ustavi se na spodnji oznaki, s čimer si dodal natančen volumen tekočine. Ne izpusti vse tekočine iz pipete.

Če dodamo kalijev heksacianoferat(II), $K_4[Fe(CN)_6]$ k raztopini zinkovih ionov, se takoj izloči oborina. Tvoja naloga je, da ugotoviš stehiometrično sestavo oborine, ki ne vsebuje kristalne vode.

Reakcija obarjanja je kvantitativna in tako hitra, da jo lahko uporabljamo za titracijo. Končno (ekvivalentno) točko lahko določimo z redoks indikacijo, vendar moramo najprej določiti koncentracijo raztopine kalijevega heksacianoferata(II).

Priprava raztopine $K_4[Fe(CN)_6]$ in določitev njene točne koncentracije

Trdnemu vzorcu $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ ($M = 422,41$ g/mol), ki je v majhni Erlenmajerici, dodaj toliko vode, da se raztopi. Vse skupaj prenesi kvantitativno z dodatnim spiranjem v $100,00\text{ cm}^3$ merilno bučko in jo dopolni od oznake. Odpipetiraj $10,00\text{ cm}^3$ alikvote raztopine heksacianoferata(II). Dodaj 20 cm^3 1 mol/dm^3 žveplove kisline in dve kapljici ferozin indikatorske raztopine k vsakem alikvotu tik pred titracijo. Titriraj z $0,05136\text{ mol/dm}^3$ raztopino Ce^{4+} ionov. Naredi tri titracije, in če imaš čas, še kakšno po potrebi. Cerij(IV) je močan oksidant v kislem, pri čemer nastaja $Ce(III)$.

- Napiši volumne porabljenih raztopin Ce^{4+} ionov.
- Napiši enačbo za reakcijo titracije. Kolikšna je bila masa tvojega vzorca $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$?

Reakcija med cinkovimi ioni in kalijevim heksacianoferatom(II)

S čisto pipeto odpipetiraj $10,00\text{ cm}^3$ raztopine heksacianoferata(II) in dodaj 20 cm^3 1 mol/dm^3 raztopine žveplove kisline. Dodaj tri kapljice indikatorske raztopine (difenil amin) in dve kapljici raztopine $K_3[Fe(CN)_6]$. Indikator deluje samo, če vzorec vsebuje nekaj heksacianoferata(III), $[Fe(CN)_6]^{3-}$. Titriraj počasi z raztopino cinkovih ionov, dokler se ne pojavi modrovijolična barva. Naredi tri titracije, in če imaš čas, še kakšno po potrebi.

- Napiši volumne porabljenih raztopin cinkovih ionov.
- Odgovori na vprašanja v zvezi s titracijo na listu za odgovore.
- Določi formulo oborine.

Pojasnilo: ni nujno, da dobite največ točk, če dobite teoretično pričakovane rezultate.

Naloga 3

Pozor: z vsemi neznanimi raztopinami ravnaj tako, kot da so strupene in korozivne. Odvrzi jih samo v ustrezno posodo za odpadke.

Fen ogreje izhajajoči zrak do 500 °C. Fen vedno usmeri stran od vnetljivih snovi ali delov telesa. Pazi na vroči konec fena.

Vedno vstavi en vrelni kamenček v tekočino pred segrevanjem; s tem se izogneš butanju tekočine. Ustja epruvete nikoli ne usmerjaj proti človeku.

Na voljo imaš osem neznanih vodnih raztopin. Vsaka raztopina vsebuje samo eno spojino. Isti ion se lahko pojavi v več kot eni raztopini. Vsaka spojina je formalno sestavljena iz ene vrste kationa in ene vrste aniona iz naslednjega seznama:

Kationi: 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+}

Anioni: 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^-

Na voljo imaš epruvete in gretje, vendar nobenih dodatnih reagentov, razen destilirane vode in pH papirja.

Identificiraj spojine v raztopinah 1-8. Pri tem lahko uporabiš tabelo topnosti za nekatere anione, ki se nahaja na naslednji strani. Če ne moreš natančno identificirati iona, navedi najverjetnejšo možno izbiro.

Opombe:

Neznane raztopine lahko vsebujejo manjše količine nečistoč zaradi izpostavljenosti zraku. Koncentracije vseh raztopin so okrog 5% glede na maso, tako da lahko pričakuješ jasno vidne oborine. V nekaterih primerih se oborina ne pojavi takoj; nekatere snovi lahko ostanejo v prenasičeni raztopini nekaj časa. Ne odločaj se prehitro za negativni odgovor; počakaj 1-2 minuti, kjer je potrebno. Vedno bodi pozoren-a na vse možne znake reakcije.

Pomni, da gretje pospešuje procese, poveča topnost večine snovi, in lahko sproži reakcije, ki sicer pri sobni temperaturi ne potekajo.

Tabela topnosti pri 25 °C

	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⁺	
CH ₃ COO ⁻																	1,0	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
C ₂ O ₄ ²⁻			3,6	↓			↓		↓	↓	↓						↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
NO ₂ ⁻		HR				HR										HR	↓	0,41 ((Y))	↓ R	↓	↓	↓	↓	
NO ₃ ⁻																								
F ⁻		0,13	↓	0,5	↓	4,0	1,0	↓	(W)	(W)								↓	0,16	↓	↓	↓	↓	
SO ₄ ²⁻								0,21										↓ 0,84				↓	↓	
PO ₄ ³⁻		HR	↓		↓	↓	↓		↓	↓	↓	(P)					↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
HPO ₄ ²⁻						↓	↓		↓	↓	↓	(W)	↓				↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
H ₂ PO ₄ ⁻							HR		1,0	HR	HR	↓	HR				↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
ClO ₄ ⁻								2,1																
MnO ₄ ⁻										HR	↓ R	R	HR				0,91	R	R	↓ R				
Br ⁻																								
I ⁻																R	↓ R		↓ 1,0 (Y)		↓ 0,98 (Y)		↓ (B)	

Prazno polje: Topna spojina ↓: Netopna spojina R: Redoks reakcija pri sobni temperaturi

HR: Topna pri sobni temperaturi. V vroči raztopini poteče reakcija z opaznim efektom (ni nujno, da je to obarjanje).

Topnosti v g (spojina) / 100 g vode. Podane so samo zanesljivo poznane vrednosti med 0,1 in 4.

Oborine, katerih barva se znatno razlikuje od barve njihovih hidratiziranih ionov: **(B)** = črna, **(P)** = vijolična, **(W)** = bela, **((Y))** = bledo rumena, **(Y)** = rumena.

Ime:

Koda: SLO -

Naloga 1

10% celote

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

- a) Masa dobljenega produkta v g, ki jo izmeri organizator:

- b) Izračunaj teoretično maso produkta v gramih g.

Teoretična masa:

- c) Nariši razvito TLC ploščo in pusti na svojem pultu za ocenjevanje

d) **Izberi pravilni odgovor v zvezi s eksperimentom.**

Reakcija acetiliranja glukoze je eksotermna.

- a) Da
- b) Ne
- c) Se na osnovi teh eksperimentov ne morem odločiti

Reakcijo izomerizacije β -D-glukopiranoze pentaacetata lahko uporabimo za pripravo čistega α -D-glukopiranoze pentaacetata.

- a) Da
- b) Ne
- c) Se na osnovi teh eksperimentov ne morem odločiti

Naloga 2

15 % celote

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

a) Poraba raztopine Ce^{4+} :

Povprečni porabljeni volumen (V_1):

b) Reakcija titracije:

Izračun mase vzorca:

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

c) Poraba raztopine cinkovih ionov:

Povprečni porabljeni volumen (V_2):

d) Označi pravilni odgovor.

Indikator difenil amin spremeni barvo v končni točki

- a) zato, ker se je povečala koncentracija Zn^{2+} ionov.
- b) zato, ker se je zmanjšala koncentracija $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ionov.
- c) zato, ker se je povečala koncentracija $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ionov.
- d) zato, ker se je indikator sprostil iz svojega kompleksa.

Katera oblika indikatorja je prisotna pred končno ekvivalentno točko?

- a) Oksidirana
- b) Reducirana
- c) Kompleksirana na kovinski ion

Na začetku titracije je redoks potencial sistema haksacianoferat(II) – heksacacianoferat(III) nižji od redoks potenciala indikatorja difenil amin.

- a) Pravilno
- b) Narobe

e) Določi formulo oborine. Prikaži svoje delo.

Formula oborine:

Nadomeščene ali ponovno napolnjene snovi:

Podpis študenta:

Supervisor signature:

Ime:

Koda: SLO -

Naloga 3

15 % celote

Naloga 3
108

To tabelo izpolni šele, ko si pripravljen-a in ko si opravil-a vse preizkuse.

	1	2	3	4	5	6	7	8
Kation								
Anion								