

27TH BALTIC CHEMISTRY OLYMPIAD

PRACTICAL EXAMINATION

Üldised juhised

- Käesolev praktilise töö vihik koosneb **18** leheküljest.
- Sa võid tööd alustada alles siis, kui on antud käsk “**START**” .
- Sul on **5 tundi** töö tegemiseks.
- Sa võid ise valida, millises järjekorras ülesandeid lahendada, kuid on tungivalt soovituslik alustada ülesandega **EXP1**.
- Kõik tulemused ja vastused tuleb selge käekirjaga **kirjutada pastapliiatsiga vastavatesse kastidesse** vihikulehtedel. **Vastuseid, mis on kirjutatud kastidest väljas, ei hinnata.**
- Ära kasuta harilikku pliiatsit ega markerit vastuste kirjutamiseks. Ka neid vastuseid ei hinnata.
- Sa võid kasutada kalkulaatorit.
- Sulle antakse 3 paberilehte mustandi kirjutamiseks. Kui vajad rohkem, siis kasuta praktilise töö lehtede tühja poolt.
- Ametlikku **inglisekeelset varianti** praktilise töö vihikust on võimalik näha soovi korral ja ainult sellega tutvumiseks.
- Kui sul on vaja korraks laborist lahkuda, et kasutada tualetti või natuke süüa või juua, anna sellest teada oma labori assistendile. Ta tuleb sinuga kaasa.
- **Sa pead järgima kõiki ohutusnõudeid.** Kui sa rikud ohutusnõudeid, siis saad laboriassistendilt ainult ühe hoiatuse. Pärast esimest hoiatust lõppevad kõik edasised rikkumised laborist kõrvaldamisega ja siis saad kogu praktilise töö eest 0 punkti.
- Kui pole teisiti märgitud, saad kemikaale ja laborivahendeid juurde küsida või asendada ilma karistusega ainult esimese asendatava kemikaali/vahendi korral. Iga järgmine uuesti täitmine või asendamine võtab praktilise töö tulemusest 1 punkti maha.
- Laboriassistent annab teada, kui töö lõpuni on jäänud 30 minutit.
- Kui on antud käsk “**STOP**”, pead töö koheselt lõpetama. Kui sa siis ei lõpeta töötamist või kirjutamist, saad praktilise töö eest 0 punkti.
- Pärast käsku “**STOP**” kirjutab laboriassistent allkirja sinu vastustelehele. Kui oled vihikule ka ise alla kirjutanud, pane allkirjadega vihik tagasi ümbrikusse ja jäta see oma töökohale koos saaduse ja TLC-plaadiga.

Labori reeglid ja ohutus

- Laboris olles pead kogu aeg kandma kaitseprille ja laborikitlit. Hoia laborikitlit alati kinni nõõbituna.
- Jalanõud peavad katma su jalalaba ja kanna täielikult. Kõrged kontsad pole lubatud.
- Laboris töötades pead alati kandma kaitseprille või enda isiklikke prille. Ei tohi kanda kontaktläätsi.
- Laboris ei tohi sa süüa ega juua. Närimiskummi närimine ei ole lubatud.
- Tööta ainult sulle ettenähtud alas. Hoia oma töökoht ja üldtöökohad korras.
- Volitamata katsete tegemine ei ole lubatud. Katsete modifitseerimine ei ole lubatud. Kahtlase käitumise eest võid olenevalt tehtud teo tõsidusest saada hoiatuse või sind kõrvaldatakse laborist.
- Suuga pipeteerimine on keelatud. Kasuta alati pipetipumpa.
- Kui ajad midagi ümber (kaasaarvatud põrandale), korista see koheselt ära. Teavita igasugusest õnnetusest (näiteks klaasnõu purunemine) laboriassistenti.
- Kõik jäägid tuleb õigesti kõrvaldada, et vältida saastumist või vigastusi. Ohutud vesilahustuvad/veega segunevad jäägid võib kraanikausist alla valada. Muud jäägid tuleb panna vastava märgistusega anumatesse, mis on korgiga suletavad.

Periodilisustabel

1																											18						
1 H 1.008		2																									13	14	15	16	17	2 He 4.003	
3 Li 6.94		4 Be 9.01												5 B 10.81		6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18													
11 Na 22.99		12 Mg 24.31		3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95														
19 K 39.10		20 Ca 40.08		21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80														
37 Rb 85.47		38 Sr 87.62		39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3														
55 Cs 132.9		56 Ba 137.3		57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -														
87 Fr -		88 Ra -		89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -														
57 La 138.9		58 Ce 140.1		59 Pr 140.9		60 Nd 144.2		61 Pm -		62 Sm 150.4		63 Eu 152.0		64 Gd 157.3		65 Tb 158.9		66 Dy 162.5		67 Ho 164.9		68 Er 167.3		69 Tm 168.9		70 Yb 173.0		71 Lu 175.0					
89 Ac -		90 Th 232.0		91 Pa 231.0		92 U 238.0		93 Np -		94 Pu -		95 Am -		96 Cm -		97 Bk -		98 Cf -		99 Es -		100 Fm -		101 Md -		102 No -		103 Lr -					



GHS ohulausete tähendused

H224	Eriti tuleohtlik vedelik ja aur
H225	Väga tuleohtlik vedelik ja aur
H226	Tuleohtlik vedelik ja aur
H272	Võib võimendada põlemist; oksüdeerija
H290	Võib söövitada metalle
H302	Allaneelamisel kahjulik
H303	Allaneelamisel võib olla kahjulik
H304	Allaneelamisel ja hingamisteedesse sattumisel võib olla surmav
H312	Nahaga kokkupuutel ohtlik
H313	Nahaga kokkupuutel võib olla ohtlik
H314	Põhjustab raskeid nahapõletusi ja silmakahjustusi
H315	Põhjustab nahaärritusi
H317	Võib põhjustada allergilist nahareaktsiooni
H318	Põhjustab tõsiseid silmakahjustusi
H319	Põhjustab tõsist silmaärritust
H332	Sissehingamisel kahjulik
H333	Sissehingamisel võib olla kahjulik
H335	Võib põhjustada hingamisteede ärritust
H336	Võib põhjustada uimasust või peapööritust
H340	Võib põhjustada geneetilisi defekte
H350	Võib põhjustada vähki
H361	Arvatavasti kahjustab viljakust või loodet
H373	Pikaajalisel või korduval kokkupuutel võib kahjustada elundeid
H400	Veeorganismidele väga mürgine
H401	Veeorganismidele mürgine
H402	Veeorganismidele kahjulik
H410	Veeorganismidele väga mürgine koos pikaajalise toimega
H411	Veeorganismidele mürgine koos pikaajalise toimega

Kemikaalid

Kõikide ülesannete jaoks

Kemikaal või segu	Kogus	Kommentaar	Märgistus	GHS ohulaused
Deioniseeritud vesi	–	pesupudel	Water	Ohutu
Tümoosinise lahus (indikaator)	–	tilgapudel	Indicator	H319

Ülesande EXP1 jaoks

Kemikaal või segu	Kogus	Kommentaar	Märgistus	GHS ohulaused
(–)-mentool	0,500 g	lähteaine, Eppendorfi tuubis	Menthol	H303, H315, H319, H333,
	u 0,002 g	standard TLC jaoks, Eppendorfi tuubis	SM	
Jää-äädikhape	5 cm ³	korgiga varustatud gradueeritud katseklaasis	CH₃COOH	H226, H314, H402
Kaltsiumhüpokloriti lahus	15 cm ³	Erlenmeyeri kolvis	Ca(ClO)₂	H272, H302, H313, H314, H318, H400, H410
Naatriumvesiniksulfiidi küllastunud lahus	10 cm ³	korgiga varustatud gradueeritud katseklaasis	NaHSO₃	H302, H313, H319
6 M naatriumhüdroksiidi lahus	10 cm ³	korgiga varustatud gradueeritud katseklaasis	6 M NaOH	H290, H314
Naatriumkloriid	–	plastpudel	NaCl	Ohutu
Dietüüleeter	50 cm ³	Erlenmeyeri kolvis	Et₂O	H224, H302, H336
Veevaba magneesiumsulfaat	–	plastpudel	MgSO₄	H302, H312, H332
Eluent (petrooleeter/etüülatsetaat 9:1 (v/v))	5 cm ³	klaaspudel	TLC eluent	H225, H304, H315, H319, H335, H336, H361, H373, H401, H411
Etüülatsetaat	–	Erlenmeyeri kolvis, laual jagamiseks	EtOAc	H225, H319, H335, H336
Fosfomolübdseenhappe lahus	–	Erlenmeyeri kolvis, laual jagamiseks TLC plaatide ilmutamisel	PMA	H225, H272, H314, H336

Ülesande EXP2 jaoks

Kemikaal või segu	Kogus	Kommentaar	Märgistus	GHS ohulause
Majonees	20 g	tsentrifuugituubis	Mayonnaise	Ohutu
0,01 M (täpne kontsentratsioon on pudelil) naatriumhüdroksiidi lahus	–	klaaspudelis	0.01 M NaOH	H290, H314
Hõbenitraat (puhtus 99,86%)	1 g	plastviaalis	AgNO₃	H272, H302, H314, H318, H400, H410
Kaaliumkromaat	–	plastviaalis	K₂CrO₄	H315, H317, H319, H335, H340, H350, H373, H400, H410

Laborivahendid ja -klaas:

Kõikide ülesannete jaoks

Töövahend	Kogus
Kaal	jagamiseks
Spaatel	1
Pasteuri plastikpipett	7
Veekindel marker	1

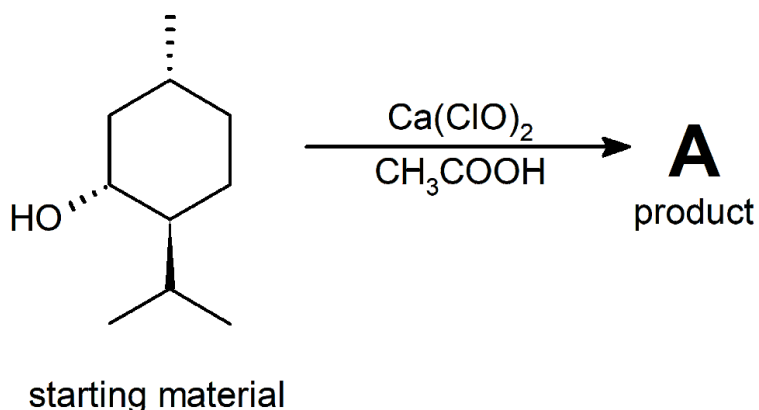
Ülesande EXP1 jaoks

Töövahend	Kogus
Magnetsegaja koos pulgaga	1
Statiiv koos muhvi, käpa ja avatud metallrõngaga	1 (igaüht)
Kolme kaelaga ümarkolb + kork	1 + 1
Ümarkolb või pirnikujuline kolb (100 cm ³) (Üks neist on märgistatud kui " Product ")	2
Erlenmeyeri kolb	2
Jaotuslehter	1
Klaaslehter	1
Klaasfilter	1
Filtrimisvahetükk	1
Möötesilinder	1
Termomeeter	1
Süstal (20 cm ³) koos nõelaga	1
Kummist septum	1
Jäävann	1
Keeduklaas (klaasist, 50 cm ³) koos Petri tassist kaanega	1
Pintsetid, harilik pliiats, joonlaud	1 (igaüht)
Filterpaber	2
TLC plaat (silikageel 60 F ₂₅₄)	2
Eppendorfi tuub (et valmistada saadusest TLC proov)	1
Kuumaõhupüstol	jagamiseks
Vaakum-rotatoraurusti koos vaakumi allikaga	jagamiseks
Orgaaniliste jääkide anum (märgistatud kui " Organic waste ")	1

Ülesande EXP2 jaoks

Töövahendid	Kogus
Magnetsegaja koos pulgaga	1
Statiiv koos muhvi ja käpaga	1 (igaüht)
Bürett	1
Tiitrimiskolb (100 cm ³)	3
Mõõtkolb (100 cm ³)	1
Anum kaalumiseks	1
Klaaslehter	1
Klaaspulk	1
Keeduklaas	3
Mõõtesilinder	1
Jääkide anum AgNO ₃ ja K ₂ CrO ₄ jaoks (märgistatud kui “ Aquatic waste ”)	1

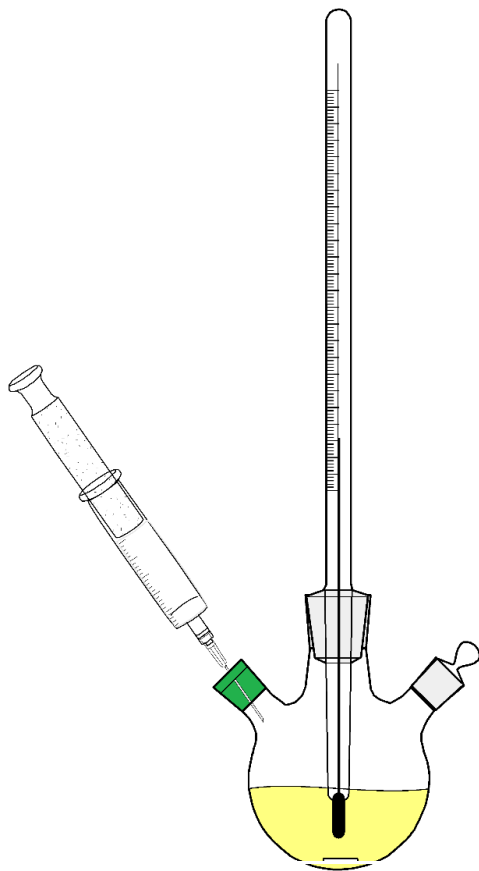
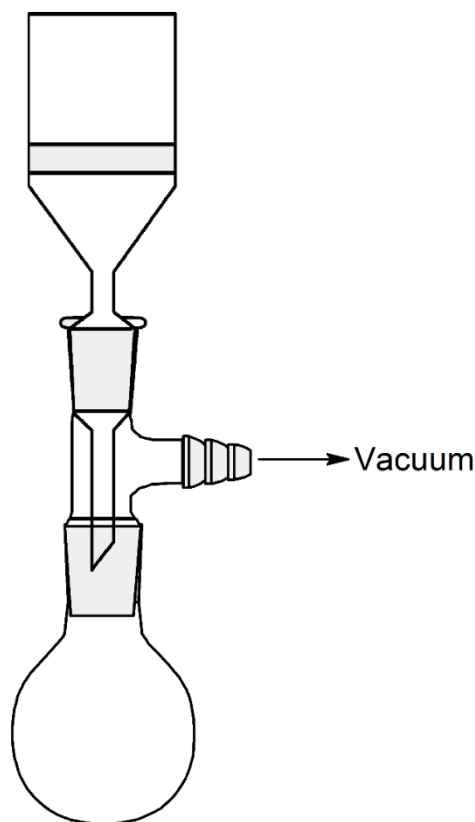
Ülesanne EXP1. (–)-mentooli oksüdeerimine



Töö käik

1. Vii (–)-mentool ja jää-äädikhape kolme kaelaga ümarkolbi, millesse on lisatud magnetsegaja pulk.
2. Sule üks külgmistest kaeltest korgiga ja teine kummist septumiga (voldi septumi ääred üle kolvi kaela). Kolvi kesksesse kaela vii termomeeter. **Termomeeter on habras. Käsitse seda õrnalt ja ettevaatlikult. Veendu, et termomeeter ei ulatu magnetsegaja pulgani, sest muidu võib pulk termomeetri lõhkuda.**
3. Sukelda kolb jäävanni. Lülita sisse magnetsegaja.
4. Tõmba nõelaga süstlasse 15 cm³ kaltsiumhüpokloriti lahust, torka nõel läbi septumi ja lisa kaltsiumhüpokloriti lahust tilkhaaval ~20 minuti jooksul. Hoia reaktsioonisegu temperatuur vahemikus 15–20 °C. (Vaata joonist 1.)
5. Pärast Ca(ClO)₂ lahuse lisamist sega reaktsioonisegu toatemperatuuril veel täiendavalt 60 minutit.
6. Jahuta segu jäävannis maha, eemalda kork, ja kahjutusta Ca(ClO)₂ liig, lisades tilkhaaval Pasteuri pipetiga naatriumvesiniksulfiti küllastunud lahust. Lõpeta lisamine, kui temperatuur enam ei tõuse ja segu kollane värv on kadunud.
7. Filtri reaktsioonisegu (kasuta selleks klaasfiltrit, filtrimisvahetükki ja märgistamata 100 cm³ kolbi). (Vaata joonist 2.)
8. Pese sadet mitu korda dietüüleetriga. Samuti loputa kolbi dietüüleetriga. Ära kasuta kokku rohkem kui 10–15 cm³ dietüületrit.
9. Lisa filtraadile paar tilka indikaatori tümoolsinise lahust. Veekiht peaks muutuma punaseks või kollaseks.
10. Jahuta segu jäävannis maha ja lisa tilkhaaval 6 M NaOH lahust, kuni veekiht muutub püsivalt helesiniseks.
11. Lisa segule tahket NaCl, kuni see moodustab küllastunud lahuse.

12. Aseta jaotuslehter metallrõngasse ja paiguta selle alla üks Erlenmeyeri kolb. Filtri reaktsioonisegu läbi filterpaberi jaotuslehtrisse.
13. Ekstraheeri kaks korda 15 cm³ dietüüleetriga. Orgaanilised kihid kogu ühte Erlenmeyeri kolbi kokku. Kuivata orgaanilist kihti veevabal magneesiumsulfaadil umbes 10 minutit. Filtri kasutatud kuivatusaine läbi filterpaberi ja kogu filtraat eelkaalutud ümarkolbi, mis on tähistatud kui **“Product”**. Anna kolb koos orgaanilise kihiga laboriassistendile. Saaduse saab filtraadist eraldada, kui aurustada solvent rotaatoraurustiga. Märgi üles saagis.
14. Tee TLC analüüs. Saaduse laiku on mugav kanda TLC analüüsi jaoks plaadile siis, kui see on endiselt lahustatud dietüüleetris. Analüüsi TLC plaadil nii saadust kui ka lähteainet erinevatel „radadel“. Lahusta lähteaine (**“SM”**) etüülatsetaadis Eppendorfi tuubi sees. Kasuta TLC voolutina sinu jaoks eelnevalt valmistatud 9:1 petrooleetri/etüülatsetaadi (v/v) segu (**“TLC eluent”**). Lähteaine ja saaduse ilmutamiseks TLC plaadil kasta see hetkeks pintsettide abil fosfomolübddeenhappe lahusesse (**“PMA”**). Võta plaat välja, lase sel mõnda aega kuivatuspaberil kuivada ja seejärel kuumuta seda kuumaõhupüstoliga. **Kuumaõhupüstol kuumutab väljuva õhu kuni 500 °C-ni. Ära suuna kuuma õhku süttivatele materjalidele või kehaosade peale.** Tõmba ring ümber kõigile ilmutatud laikudele ja arvuta neile R_f väärtused. Kirjuta oma võistleja kood TLC plaadi ülemisse äärde ja jäta plaat oma töökohale.

**Joonis 1.** Seade sünteesiks**Joonis 2.** Seade filtrimiseks

Ülesanded ja vastused

EXP1. 1. Saagise arvutused.

Tühja kolvi mass, märgitud kui " Product ":		g
Saadusega kolvi mass:		g
Saaduse mass:		g
Arvutused:		
Sinu sünteesi saagis:		%

EXP1. 2. TLC analüüs.

Põhinedes TLC analüüsile sisaldab sinu sünteesiprodukt:

JAH EI

lähteainet (**SM**);

saadust (**A**).

$R_f(\text{SM})$ arvutus:

$R_f(\text{SM}) =$

$R_f(\text{A})$ arvutus:

$R_f(\text{A}) =$

EXP1. 3. Joonista saaduse **A** struktuur, näidates ära ka stereookeemia.

EXP1. 4. Kirjuta keemilise reaktsiooni võrrand, mis toimub $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ liia kahjutustamisel.

EXP1. 5. Mitu stereoisomeeri ja diastereomeeride paari on olemas **a)** mentoolil, **b)** saadusel **A**?

a) mentoolil:	b) saadusel A :
----------------------	-------------------------------

EXP1. 6. 2,4-dinitrofenüülhüdrasiin on tuntud TLC ilmuti fosfomolübddeenhappe kõrval. Kas see sobib mentooli või saaduse **A** ilmutamiseks? Kirjuta reaktsiooni(de) võrrandid mis toimuvad nende ühendite ilmutamisel 2,4-dinitrofenüülhüdrasiiniga.

2,4-dinitrofenüülhüdrasiini saab kasutada selleks, et ilmutada:

JAH EI

mentooli.

saadust (**A**).

Reaktsioon(id):

EXP1. 7. Kas mentool või saadus **A** sulab madalamal temperatuuril? Põhjenda oma vastust.

☐

Mentoolil

☐

Saadusel **A** on madalam sulamistemperatuur.

Põhjendus:

Ülesanne EXP2. Soola ja äädikhappe määramine majoneesis

Majonees on tavaliselt tehtud õlist, veest, munast, söödavatest hapetest ja maitseainetest. Tiitrimisega on võimalik määrata majoneesi happesust ja soolasisaldust.

I osa: Majoneesi happesus

Töö käik

1. Kaalu ligikaudu 2 g majoneesi tiitrimiskolbi. Lisa 50 cm³ deioniseeritud vett ja tümoolsinise indikaatori. Sega korralikult magnetsegajaga.
2. Tiitri naatriumhüdroksiidi lahusega seni, kuni esimene nähtav indikaatori värvimuutus on toimunud. Vajadusel korda.

Ülesanded ja vastused

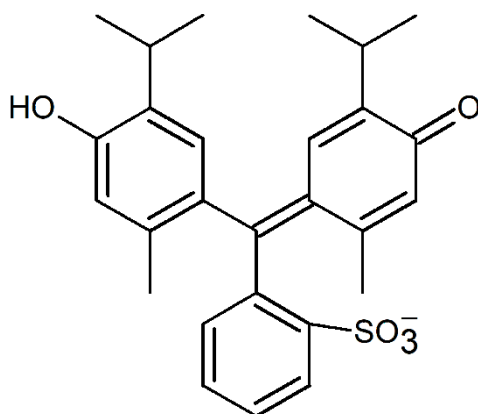
EXP2. 1. Kirjuta tabelisse arvesse võetud tiitrimiste andmed. (Sa ei pea täitma kõiki ridu)

Analüüsi nr	Majoneesi mass (g)	NaOH lahuse kulu (cm ³)
1		
2		
3		

EXP2. 2. Arvuta hapete sisaldus (väljendatud äädikhappena) g 100 g majoneesi kohta.

Hapete sisaldus:

EXP2. 3. Teine tümoolsinise värvimuutus toimub väga happelistes (pH vahemikus 1,2–2,8) lahustes. Kirjuta teised kaks tümoolsinise struktuuri (kui $\text{pH} < 1,2$ ja $\text{pH} > 9,6$), kui pH väärtusega 2,8–8,0 lahustes on tümoolsinise struktuur:



pH < 1,2

pH > 9,6

II osa: NaCl määramine majoneesis

Mohri meetod, mille käigus kloriide määratakse tiitrimisel AgNO_3 -ga, on üks vanimaid siiani kasutusel olevaid tiitrimismeetodeid. Kloriide tiitritakse hõbenitraadi lahusega kaaliumkromaadi juuresolekul. Seda meetodit saab kasutada ka bromiidide ja teiste halogeeniidide sisalduse määramiseks.

Töö käik

1. Titrandiks valmista 100 cm^3 AgNO_3 lahust ligikaudse kontsentratsiooniga $0,030 \text{ M}$. Kirjuta üles kaalutud AgNO_3 kogus edasisteks arvutusteks.
2. Valmista 10% kaaliumkromaadi vesilahus, mida saad kasutada indikaatorina.
3. Kaalu tiitrimiskolbi ligikaudu 2 g majoneesi. Lisa 50 cm^3 deioniseeritud vett ja $\sim 0,5 \text{ cm}^3$ kaaliumkromaadi indikaatorlahust. Sega korralikult magnetsegajaga.
4. Tiitri hõbenitraadi lahusega seni, kuni esimene nähtav indikaatori värvimuutus on toimunud. Vajadusel korda.

Ülesanded ja vastused

EXP2. 4. Kirjuta tabelisse arvesse võetud tiitrimiste andmed. (Sa ei pea täitma kõiki ridu)

Analüüsi nr	Majoneesi mass (g)	AgNO_3 lahuse kulu (cm^3)
1		
2		
3		

EXP2. 5. Arvuta titrandi täpne kontsentratsioon (mol/dm^3).

AgNO ₃ mass:	g
Titrandi täpne kontsentratsioon:	

EXP2. 6. Arvuta kloriidide sisaldus (väljendatuna NaCl sisaldusena) g 100 g majoneesi kohta.

Kloriidide sisaldus:

EXP2. 7. Kirjuta reaktsioonivõrrandid, mis toimuvad tiitrimisel.

EXP2. 8. Kirjuta dissotsiatsioonireaktsiooni võrrand ühendile, mis näitab tiitrimise lõppu. Arvuta sama ühendi molaarne lahustuvus (lahustuvuskorrutis K_{LK} on $1,1 \cdot 10^{-12}$).