

40th International
Chemistry Olympiad

Praktični zadaci

15. srpnja 2008.
Budimpešta, Mađarska

Upute

- Ispitni zadaci imaju **10 stranica**, a obrasci za dgovore **5 stranica** (**8+4 za zadatke 1-2, 2+1 za treći zadatak**).
- Na raspolaganju imate **3 sata za zadatke 1 i 2**. Nakon toga slijedi kratki odmor. Za vrijeme pauze napustite laboratorij. U međuvremenu će asistenti izmjeniti pribor i kemikalije. Za zadatak broj 3 imate na raspolaganju **2 sata**.
- Počnite s radom na znak START, a završite čim je rečeno da prestanete. Ako zakasnите 3 minute i više ispit će biti poništen.
- Slijedite upute za **sigurnost u radu** dane u IChO propozicijama. Cijelo vrijeme dok ste u laboratoriju morate nositi **zaštitne naočale** ili vlastite naočale ako Vam je odobreno. Za pipetiranje morate koristiti **propipetu**. Dok rukujete s organskim otapalima morate nositi **zaštitne rukavice**.
- Ako prekršite pravila bit će **UPOZORENI SAMO JEDNOM**. Drugi put morat će napustiti laboratorij, a cijeli eksperimentalni rad bit će ocijenjen s nula bodova.
- Za sve nejasnoće u vezi sigurnosti u radu pitajte demonstratora. Ako morate napustiti laboratorij ne ustručavajte se pitati demonstratora.
- Koristite samo olovku i kalkulator koji ste dobili.
- Napišite svoje **ime i kod na svaki obrazac s odovorima**. Ne razdvajajte obrasce.
- Rezulate upisujte isključivo u predviđeni prostor u obrascima za odgovor. Sve što je napisano izvan predviđenog prostora u obrascima neće biti bodovano. Poledinu testa možete koristiti za izradu i vježbu.
- Pojedino stakleno suđe koristit će tijekom rada nekoliko puta. Prije sljedeće upotrebe operite ga pažljivo na najbližem izljevu.
- Otpadna organska otapala iz zadatka 1 i sve tekućine iz zadatka 3 odlažite u posudu s naznakom **waste containers** u digestoru.
- Broj **značajnih znamenki** u brojčanim rezultatima mora biti u skladu s eksperimentalnim greškama. U protivnom dobit ćeete kaznene poene, čak ako je eksperimentalni dio bez greške.
- Nije predviđena nadopuna kemikalija ili zamjena pribora koji ste dobili. Jedan takav incident će vam tolerirati, ali za svaki sljedeći izgubit ćeete **1 poen** od ukupno 40.
- Kada završite dio ispita, stavite obrasce s odgovorima u za to predviđenu kuvertu. Nemojte je zalijepiti.
- Ako postoje neke nejasnoće, na zahtjev možete dobiti službenu verziju na engleskom jeziku.

Aparatura

Za zajedničku upotrebu u laboratoriju:

Blok za grijanje podešen na 70 °C u digestoru

Destilirana voda (H_2O)

Lateks rukavice (ako ste alergični na lateks, tražite zamjenu)

Posuda za otpadna otapala za Zadatak 1 (organska otapala) i Zadatak 3 (sve tekućine)

Posuda za polomljeno staklo i kapilare

Na svakom radnom mjestu:

Zaštitne naočale

Fen (toplinski pištolj)

Marker za pisanje po staklu

Olovka i ravnalo

Stoperica (zaporni sat). Ako ne znate kako se s njom rukuje, pitajte. Možete je zadržati.

Pinceta

Spatula

Stakleni štapić

Keramička pločica

Staničevina (papirnate maramice)

Boca štrcalica s destiliranom vodom

9 Eppendorfica u stalku od pjenaste mase

TLC pločica u plastičnoj vrećici

Plastična šprica (100 cm³) s polipropilenskim filterom

Propipeta

14 graduiranih plastičnih Pasteurovih pipeta (plastičnih kapaljki)

Petrijevka s kodom natjecatelja

Bireta

Stalak i klema

Pipeta (10 cm³)

2 čaše (400 cm³)

Čaša sa satnim stakalcem i filter papirom za TLC

10 kapilara

2 menzure (25 cm³)

3 Erlenmeyerove tikvice (200 cm³)

Čaša (250 cm³)

2 čaše (100 cm³)

Lijevak

Odmjerna tikvica (100 cm³)

30 epruveta u stalku*

Indikator papir i pH skala u plastičnoj vrećici*

Drvena štipaljka za epruvete*

2 čepa za epruvete*

* Bit će vam uručeno samo za Zadatak 3

Kemikalije

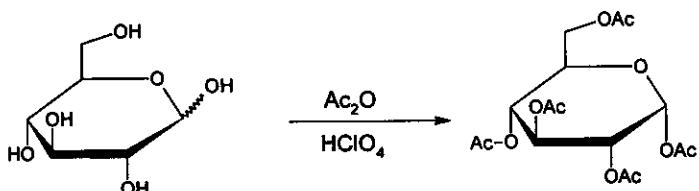
Set za 6 osoba	R fraze	S fraze
0,025 mol/dm ³ feroin otopina	52/53	
0,2 % difenilamin, (C ₆ H ₅) ₂ NH otopina u konc. H ₂ SO ₄	23/24/25-33-35- 50/53	26-30-36/37-45- 60-61
0,1 mol/dm ³ K ₃ [Fe(CN) ₆] otopina	32	
Kamenčići za vrenje		
Na svakom radnom stolu:		
50 mg bezvodnog ZnCl ₂ u epruvetici (na stalku od pjenaste mase, s oznakom vašeg koda)	22-34-50/53	36/37/39-26-45- 60-61
100 mg pentaacetata β-D-glukopiranoze (označeno s BPAG)		
3,00 g bezvodne glukoze, C ₆ H ₁₂ O ₆ (CH ₃ CO) ₂ O u Erlenmeyerovoj tikvici (12 cm ³)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
(CH ₃ CO) ₂ O (10 cm ³)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
CH ₃ COOH (15 cm ³)	10-35	23-26-45
CH ₃ OH (10 cm ³)	11-23/24/25-39	7-16-36/37-45
30 % HClO ₄ u CH ₃ COOH (1 cm ³)	10-35	26-36/37/39-45
1:1 izobutil-acetat – izoamil-acetat (20 cm ³), označen kao ELUENT	11-66	16-23-25-33
Cvrsti K ₄ [Fe(CN) ₆]·3H ₂ O s kodom	32	22-24/25
ZnSO ₄ otopina s oznakom koda i koncentracije (200 cm ³)	52/53	61
80 cm ³ otopine Ce ⁴⁺ (0,05136 mol/dm ³)	36/38	26-36
200 cm ³ otopine H ₂ SO ₄ (1,0 mol/dm ³)	35	26-30-45
Otopine uzoraka za Zadatak 3 (bit će uručene prije početka Zadatka 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		

Zadatak 1

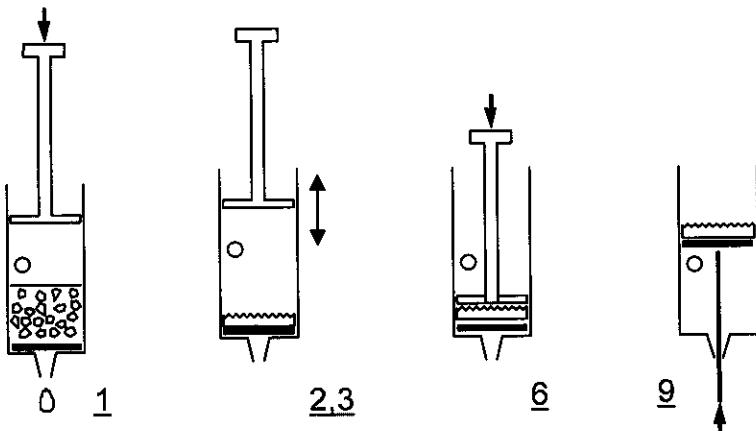
Sinteza pentaacetata α -D-glukopiranoze



Oprez: Koristite rukavice dok radite s octenom kiselinom i acetanhidridom. Obavijestite asistenta ako nešto prolijete.

U Erlenmeyerovu tikvicu s 12 cm^3 acetanhidrida dodajte i promiješajte 12 cm^3 čiste octene kiseline. Nakon toga dodajte 3,00 g glukoze (acetanhidrid je u suvišku). Pomoću Pasteurove pipete (plastične kapaljke) dodajte 5 kapi $30\% \text{ HClO}_4$ otopljljene u octenoj kiselini. Nakon dodatka katalizatora otopina se može znatno zagrijati. Ostavite reakcijsku smjesu pokrivenu 10 minuta i povremeno je promiješajte, a zatim je izlijite u čašu sa 100 cm^3 vode. Trljanjem sa staklenim štapićem inicirajte kristalizaciju. Ostavite smjesu da kristalizira tijekom 10 minuta. Odfiltrirajte produkt i isperite ga dva puta sa 10 cm^3 vode. Za to koristite špricu s poroznom polipropilenskom filter-pločicom (prema uputama danim ispod).

Filtriranje pomoću plastične šprice

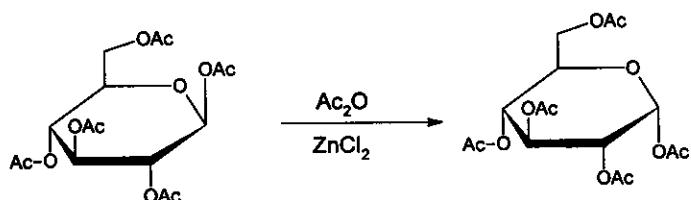


1. Izvucite klip. Napunite špricu sa suspenzijom koju treba filtrirati (možete je napuniti do razine rupice na šprici). Ponovo stavite klip.
 2. Pokrijte rupicu na šprici prstom i utisnite klip do preko rupice.
 3. Otvorite rupicu i povucite klip natrag. Ne provlačite zrak kroz filter.
 4. Ponovite nekoliko puta korake 2-3 da izbacite svu tekućinu.
 5. Ponovite korake 1-4 dok sav talog ne bude na filteru.
 6. Pritisnite klip do taloga koji filtrirate i istisnite tekućinu.
 7. Isperite produkt dva puta sa 10 cm^3 vode i ponovite korake 1-4.
 8. Pritisnite klip prema talogu koji filtrirate i istisnite vodu.
 9. Izvucite klip dok je rupica zatvorena i izvucite talog (koristite se drškom špatule)
- a) Stavite produkt u otvorenou Petrijevu posudicu s vašim kodom i ostavite na radnom stolu. Organizatori će ga osušiti, izvagati i kontrolirati čistoću.

- b) Izračunajte teorijsko iskorištenje (masu produkta u gramima). ($M(C) = 12 \text{ g/mol}$, $M(O) = 16 \text{ g/mol}$, $M(H) = 1,0 \text{ g/mol}$)

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

Alternativna sinteza pentaacetata α -D-glukopiranoze moguća je iz lako dostupnog pentaacetata β -D-glukopiranoze. U ovom eksperimentu pratit ćemo kinetiku reakcije pomoću tankoslojne kromatografije.



U epruvetu s 50 mg bezvodnog $ZnCl_2$ (sve je već izvagano) dodajte $1,5 \text{ cm}^3$ acetanhidrida, 100 mg čistog pentaacetata β -D-glukopiranoze (BPAG). Promučkajte dok se ne otopi i odvojite tri kapi smjese u Eppendorficu, dodajte $0,5 \text{ cm}^3$ metanola i spremite.

Stavite epruvetu u grijaći blok u najbližem digestoru uz prethodno podešenu temperaturu na 70°C . Povremeno promiješajte sadržaj epruvete. Za vrijeme reakcije uzmite nekoliko kapi reakcijske smjese pomoću plastične kapaljke nakon 2, 5, 10 i 30 minuta. Svaki uzorak odmah pomiješajte s $0,5 \text{ cm}^3$ metanola da zaustavite reakciju u Eppendorfici.

Pripremite pločicu za tankoslojnu kromatografiju (TLC pločicu) skupljenih uzoraka za praćenje kinetike reakcije. Nanesite i potrebne referentne spojeve (spojeve za usporedbu) u svrhu identifikacije mrlja na kromatogramu. Olovkom označite početni položaj i razvijte kromatogram u eluensu (izobutil-acetat / izoamil-acetat 1:1). Zagrijte pločicu fenom (u digestoru) za vizualizaciju mrlja (boja je stabilna). Ako trebate drugu pločicu, možete je dobiti bez kaznenih poena.

- c) Skicirajte kromatografsku pločicu u obrazac za odgovore i spremite je u plastičnu vrećicu s kodom.
- d) Interpretirajte eksperimentalna zapažanja odgovorima u obrascu za odgovore.

Zadatak 2

Uputa: Pipeta ima dvije oznake. Zaustavite istjecanje kod druge oznake da ispuštite točan volumen. Nemojte ispuštiti svu tekućinu.

Kada se otopina kalijeva heksacijanoferata(II), $K_4[Fe(CN)_6]$ doda otopini koja sadrži ion cinka odmah se stvara netopljivi talog. Vaš je zadatak odrediti sastav taloga koji ne sadrži nikakvu kristalnu vodu.

Reakcija precipitacije je kvantitativna i tako brza da se može primijeniti u titraciji. Završna se točka određuje redoks indikatorom, ali prethodno se mora odrediti koncentracija otopine kalijeva heksacijanoferata(II).

Priprava otopine $K_4[Fe(CN)_6]$ i određivanje njene točne koncentracije

Otopite uzorak čvrstog $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ ($M = 422,41$ g/mol) u maloj Erlenmeyerovoj tikvici i kvantitativno ga prenesite u odmjernu tikvicu od $100,00\text{ cm}^3$. Uzmite po $10,00\text{ cm}^3$ (alikvote) otopine heksacijanoferata(II). Dodajte 20 cm^3 sumporne kiseline (1 mol/dm^3) i dvije kapi otopine indikatora (ferroin) svakom uzorku prije titracije. Titrirajte otopinom iona Ce^{4+} ($c = 0,05136\text{ mol/dm}^3$). Ponovite titraciju koliko je potrebno. Cerij(IV) je jaki oksidans koji u kiselim uvjetima prelazi u cerij(III).

- Zabilježite volumene utrošene otopine Ce^{4+} .
- Napišite jednadžbu titracijske reakcije. Kolika je bila masa vašeg uzorka $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$?

Reakcija iona cinka s kalijevim heksacijanoferatom(II)

Uzmite $10,00\text{ cm}^3$ otopine heksacijanoferata(II) i dodajte 20 cm^3 1 mol/dm^3 sumporne kiseline. Dodajte tri kapi indikatorske otopine (difenilamin) i dvije kapi otopine $K_3[Fe(CN)_6]$. Indikator djeluje samo ako otopina sadrži nešto heksacijanoferata(III), $[Fe(CN)_6]^{3-}$. Polagano titrirajte otopinom cinka. Nastavite do pojave plavoljubičastog obojenja. Ponovite titraciju koliko je potrebno.

- Zabilježite volumene utrošene otopine cinka.
- Objasnite titraciju odgovorima na pitanja u obrascu za odgovore.
- Odredite formulu taloga.

Upozorenje: Maksimalni broj bodova ne dodjeljuje se nužno mjeranjima koja reproduciraju teorijski očekivane vrijednosti.

Zadatak 3

Oprez: Rukujte svim nepoznatim otopinama kao da su otrovne i korozivne. Odlažite ih u odgovarajuće posude za otpad.

Toplinski pištolj zagrijava ispušni zrak do 500 °C. Nemojte ispušni zrak usmjeriti prema zapaljivim tvarima ili dijelovima tijela. Budite oprezni s vrućom sapnicom.

Uvijek stavite kamenčić za vrenje (pumice) u tekućinu prije zagrijavanja da izbjegnete prskanje. Nikad ne usmjeravajte otvor epruvete koju grijete prema nekoj osobi.

Imate osam vodenih otopina nepoznatog sastava. Svaka otopina sadrži samo jedan spoj. Isti se ion može pojaviti u više otopina. Svaki se spoj sastoji od jednog tipa kationa i jednog tipa aniona sa sljedećeg popisa:

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^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, 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 raspolaganju imate epruvete, destiliranu vodu, pH papir i grijanje. Nemate nikakve dodatne reagense.

Identificirajte spojeve u otopinama 1-8. Možete upotrijebiti tablicu topljivosti za neke anione na sljedećoj stranici. Ako ne možete točno identificirati spoj, navedite nazuži izbor.

Napomene:

Nepoznate otopine mogu sadržavati manje nečistoće uslijed izlaganja zraku. Maseni udjeli svih otopina su oko 5 % tako da možete očekivati jasno uočljiva položenja glavnih sastojaka. U nekim slučajevima položenje ne pojavljuje odmah, neke tvari ostaju ukraće vrijeme u prezasićenim otopinama. Ne donosite preuranjeno negativne zaključke: pričekajte minutu dvije kad god je potrebno. Uvijek pažljivo promatrajte obilježja reakcije.

Imajte na umu da zagrijavanje ubrzava sve procese i povećava topljivost većine tvari, te da može potaknuti reakcije koje se ne zbivaju pri sobnoj temperaturi.

Tablica topljivosti 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⁺	Sn ²⁺	Ag ⁺	Sn ²⁺	Sb ³⁺	Ba ²⁺	Pb ²⁺	Bi ³⁺		
CH ₃ COO ⁻																								↓
C ₂ O ₄ ²⁻		3,6	↓			↓		↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	HR	1,0	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
NO ₂ ⁻		HR				HR		HR																↓
NO ₃ ⁻																								
F ⁻	0,13	↓	0,5	↓	4,0	1,0	↓	0,21		↓	1,4	2,6	↓	1,6	↓			↓	0,16	↓	↓			
SO ₄ ²⁻																		↓	0,84	↓	↓	↓	↓	
PO ₄ ³⁻	HR	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	(W)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
HPO ₄ ²⁻		↓		↓	↓	↓			↓	↓	↓	(W)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
H ₂ PO ₄ ⁻							HR	1,0	HR	HR	↓	HR	↓	↓	HR	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	
ClO ₄ ⁻							2,1																	
MnO ₄ ⁻		HR								HR	↓	R	HR				0,91	R	R	↓ R				
Br ⁻																								
I ⁻																								

Prazno polje: Topljivi spoj; ↓: Netopljivi spoj; R: Redoks reakcija pri sobnoj temperaturi;

HR: Topljiv pri sobnoj temperaturi. U vrućoj otopini dolazi do reakcije s vidljivim efektom (ne mora nužno biti taloženje);

Topljivosti u gramima tvari u 100 grama vode. Samo točno poznate vrijednosti između 0,1 i 4 su navedene.

Talozi čija se boja znatno razlikuje od boje njihovih hidratiziranih iona: (B) = crna, (P) = ljubičasta, (W) = bijela, ((Y)) = svjetlo žuta, (Y) = žuta.

Zadatak 1**10 % ukupnoga**

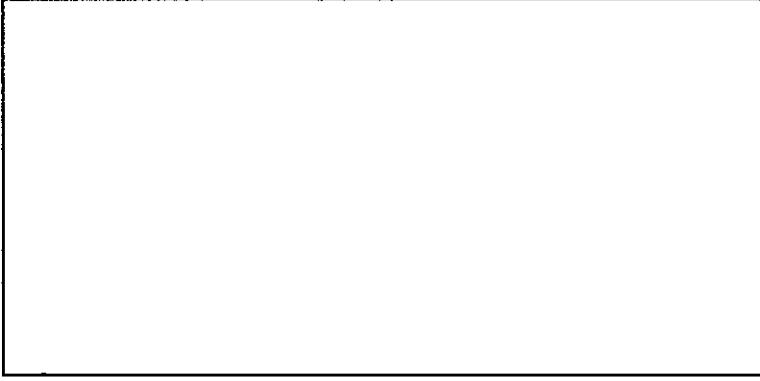
1a	1b	1c	1d	Zadatak 1
30	2	12	4	48

- a) Masa dobivenog produkta u gramima, izmjereno od organizatora:

- b) Izračunajte teorijsko iskorištenje produkta u gramima.

Teorijsko iskorištenje:

- c) Skicirajte razvijenu kromatografsku (TLC) pločicu i ostavite je na stolu za provjeru.



d) **Interpretirajte svoj pokus** i izaberite točan odgovor.

Reakcija acetiliranja glukoze je egzotermna.

- a) Da
- b) Ne
- c) Ne može se odrediti na temelju tog pokusa

Reakcija izomerizacije pentaacetata β -D-glukopiranoze može se upotrijebiti za pripravu čistog pentaacetata α -D-glukopiranoze.

- a) Da
- b) Ne
- c) Ne može se odrediti na temelju tog pokusa

Zadatak 2**15 % ukupnoga**

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

a) Utrošak Ce⁴⁺:Srednji utrošeni volumen (V_1):

b) Titracijska reakcija:

Izračun mase uzorka:

K₄[Fe(CN)₆].3H₂O masa (m):Srednji utrošeni volumen (V_2):

c) Utrošak cinka:

d) Označite točni odgovor.

Difenilamin mijenja boju u završnoj točki

- a) jer se koncentracija iona Zn²⁺ povećava.
- b) jer se koncentracija iona [Fe(CN)₆]⁴⁻ smanjuje.
- c) jer se koncentracija iona [Fe(CN)₆]³⁻ povećava.
- d) jer se indikator oslobađa iz kompleksa.

Ime:

Kod: CRO-

Koji oblik indikatora je prisutan prije završne točke?

- a) oksidirani
- b) reducirani
- c) kompleksno vezani uz metalni ion

Na početku titracije reduksijski potencijal sustava heksacijanoferat(II) - heksacijanoferat(III) niži je od redukcijskog potencijala indikatora difenilamina.

- a) Točno
- b) Netočno

e) Odredite formulu taloga. Prikažite cijeli postupak.

Formula taloga:

Zamijenjeni dijelovi ili dodatne kemikalije:

Potpis studenta:

Potpis aistenta:

Ime:

Kod: CRO-

Zadatak 3

15 % ukupnoga

Zadatak 3
108

Ispunite ovu tablicu tek kada odredite sastav svih uzoraka.

	1	2	3	4	5	6	7	8
Kation								
Anion								