

Student code:



23. Baltijas Valstu Ķīmijas Olimpiāde

Daugavpils, Latvija

2015. gada 24.-26. aprīlis



University of Daugavpils
<http://du.lv/en>



University of Latvia
<http://www.lu.lv/eng/>



OlainFarm

JSC OlainFarm
<http://olainfarm.lv/en/>

PRAKTISKAIS PĀRBAUDĪJUMS LATVIEŠU VALODAS VERSIJA

"Scientia Vincet"

"Through knowledge you win"

Student code:

--	--	--

Ievads

Vispārīga informācija

- Strādājot laboratorijā, visu laiku lietojiet jūsu aizsargbrilles jeb optiskās brilles. Pipetes uzpildiet tikai ar gumijas baloniņu. Ēst un dzert laboratorijā ir stingri aizliegts!
- Dalībniekiem ir jāievēro drošības noteikumi, jābūt pieklājīgiem un jāuztur instrumenti un sava darba vieta tīra un kārtīga. Ja jums rodas kādi jautājumi saistībā ar drošības prasībām, droši prasiet savam laboratorijas asistentam.
- Pirms praktiskās daļas laika atskaites sākuma jums būs dotas 10 minūtes, lai iepazītos ar uzdevumiem. Šajā laikā jums nav atļauts itin neko pierakstīt. Šai laikā jūs varat pārbaudīt jums nodoto laboratorijas aprīkojumu, ja jūs pamanāt, ka kaut kas trūkst, nekavējoties par to laboratorijas asistentu. Šajā iepazīšanās laikā jums nav atļauts sākt eksperimentālo uzdevumu izpildi.
- **Strādāt varat sākt tikai pēc komandas SĀKT došanas.**
- **Eksperimentālo uzdevumu pabeigšanai un atbildes lapu aizpildīšanai jums ir dotas 4stundas.** 15 minūtes pirms eksperimentālā pārbaudījuma beigām jūs tiksiet par to brīdināti. Jums ir jāpārtrauc strādāt tiklīdz ir dots "STOP" signāls. Ja jūs pārsniedzat atļauto laiku par par 5 minūtēm vai vairāk, jūs tiksiet diskvalificēti un par praktisko pārbaudījumu jums tiks piešķirti 0 punkti.
- **Visās norādītajās vietās uz VISĀM jūsu atbilžu lapām uzrakstiet jūsu kodu**(to jūs atradīsiet savā darbavietā).
- Visi rezultāti ir jāraksta attiecīgajos atbilžu laukumos atbilžu lapā. Informācija, kas būs uzrakstīta jebkurā citā vietā atbilžu lapās, netiks vērtēta un ieskaitīta. Atbilžu lapu otra puse var tikt izmantota melnrakstam un piezīmēm, taču tā netiks vērtēta.
- Ja jums nepieciešama jauna tīra atbilžu lapu kopija, jautājiet laboratorijas asistentam, taču tā būs angļu valodā.
- Bez atļaujas nepametiet laboratoriju!
- Jūs varat izmantot tikai tos materiālus, kas jums ir izsniegti laboratorijā.
- Zīmīgo ciparu skaitam aprēķinos ir jābūt saskaņā ar eksperimentālajām kļūdām un datu analīzes principiem. Jums netiks piešķirts maksimālais punktu skaits, ja jūsu aprēķini būs neprecīzi, pat tad, ja jūsu eksperimentālās iemaņas ir nevainojamas.

Izbārstītu un izlietu ķīmisko vielu un saplēstu trauku utilizācija

- Visi organisko vielu filtrāti, skalošanas šķīdumi un citi atkritumi ir jāievieto attiecīgajā atkritumu konteinerā.
- Kad jūs atbrīvojaties no atkritumiem, atrodiat atbilstošo atkritumu konteineru.
- Saplēsti stikla trauki ir jāievieto attiecīgā atkritumu grozā.

Student code:

1. uzdevums. Hidrātu analīze (20 punkti)

Reāģenti un aprīkojums

Reāģenti / aprīkojums	Daudzums	Apzīmējums
100 mL mērkolba	2	
0.0500 M EDTA šķīdums	500 mL	0.0500 M EDTA
Amonija buferšķīdums pH = 10	100 mL	pH = 10
25 mL birete	1	
Laboratorijas statīvs	1	
Balts A5 papīrs	2	
Ērlenmeijera (konsikā) kolba, 250 mL	3	
10 mL Mora pipete	1	
Destilēts (dejonizēts) ūdens strūklenē	1	Clean H ₂ O
Papīra tīrīšanas dvieļi	5	
Sverglāzīte	1	
Sverglāzīte	1	Hydratemixture, precīza masa
Piltuve cietu vielu pārvešanai mērkolbā	1	
Piltuve bīretes uzpildīšanai	1	
Bumbierītis pipešu uzpildīšanai	1	
Indikatorseriohromamelnais T arlāpstiņu	1	
Ciets ZnSO ₄ · zH ₂ O	~ 2 g	Uz galda

Ievads

Magnijs ir astotais izplatītākais elements Zemes garozā, bet dabā tas atrodams tikai kombinācijā ar citiem elementiem, kur tam ir nemainīga oksidēšanās pakāpe +2. Lielu iegulu veidā tas ir atrodams magnēzītā, dolomītā un citos minerālos, kā arī minerālūdeņos. Viens no magnija minerāliem ir epsomīts jeb Epsomas sāls, kas ir magnija sulfāta hidrāts. Epsomas sāls tradicionāli tiek lietots kā viena no vannas sāļiem sastāvdaļām. Epsoma sāls arī var tikt lietots kā skaistumkopšanas produkts. Atlēti to izmanto lai remdētu sāpošus muskuļus, kamēr dārznieki to izmanto lai uzlabotu kultūraugu augšanu.

Cinks ir elements, kas ir ļoti līdzīgs magnijam, jo arī tam stabilākā oksidēšanās pakāpe ir +2 un tā jona rādiuss ir līdzīgs kā magnijam. Cinka sulfāts vēsturiski ir zināms kā "baltais vitriols". Tas ir bezkrāsaina cieta viela, kas ir plaši lietots šķīstošu cinka jonu avots. Cinka sulfāts tiek lietots kā cinka avots dzīvnieku barībā, mēslošanas un miglošanas līdzekļos.

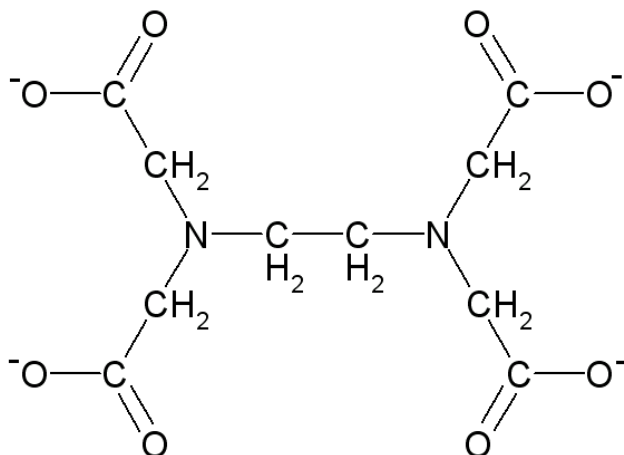
Šajā laboratorijas uzdevumā jums būs jāanalizē magnija sulfāta hidrāta un cinka sulfāta hidrāta maisījums. Pirmo laboratorijas uzdevuma daļu jau ir paveikuši organizētāji, kuri ir izanalizējuši magnija sulfāta hidrātu un cinka sulfāta hidrātu ar termogravimetrijas (TG) metodi. Hidrāti tika karsēti no laboratorijas temperatūras līdz 400 °C temperatūrai un masas izmaiņas tika pierakstītas. Iegūtie grafiki ir parādīti 1. attēlā, kas dots nākamajā lapā.

Student code:

Cinka sulfāta hidrāta sastāvs šķiet nereālistisks. Tamdēļ jums jānosaka cinka sulfāta sastāvs, izmantojot titrēšanu ar EDTA.



EDTA ir rhexadentātsligands. Tā strukturālā formula ir parādīta zemāk.



1.2. Augšā dotajā strukturā apvelciet atomus, kas saistās ar metāla joniem, kad EDTA anjonsreaģē ar metāla joniem.

Titrēšanas procedūra ZnSO₄ · z H₂O sastāva noteikšanai.

1. Uz analītiskajiem svāriem iesveriet aptuveni 2 gramus ZnSO₄ · z H₂O un pierakstiet parauga masu.

Precīza ZnSO₄ · z H₂O masa: _____ grammi

2. Kvantitatīvi pārnesiet iesvērto ZnSO₄ paraugu 100 mLmērkolbā un uzpildiet to līdz atzīmei ar destilētu/dejonizētu ūdeni.
3. Pārnesiet 10.0 mL no pagatavotā ZnSO₄ šķīduma uz Erlenmeijera (konisko) kolbu. Šķīdumam Erlenmeijera kolbā pievienojiet aptuveni 10 mL buferšķīduma (pH = 10).
4. Pievienojiet nelielu daudzumu indikatora eriohroma melnā T (tas ir pieejams cietā veidā maisījumā ar nātrija hlorīdu). Šķīdums nokrāsosies rozā krāsā.
5. Titrējiet iegūto šķīdumu ar 0.05000 M EDTA šķīdumu līdz krāsa mainās uz gaiši zilu. Pierakstiet savus titrēšanas rezultātus 1. tabulā.
6. Apvelciet tos trīs titrēšanas rezultātus, kurus izmantosit tālākos aprēķinos, un aprēķiniet z vērtību (ūdens molu skaitu). Zem tabulas vienam no titrēšanas rezultātiem parādiet z aprēķināšanas piemēru.

Student code:

1.tabula

Nr.	Sākotnējais tilpums, mL	Beigu tilpums, mL	Patērētais tilpums, mL	z vērtība
1.				
2.				
3.				
4.				

1.3. z aprēķināšanas piemērs (titrēšanas rezultātam Nr. ___)

1.4. Aprēķiniet vidējo z_{avg} vērtību (no trim rezultātiem) un z gadījuma rakstura nenoteiktību, apzīmētu ar Δz . Aizpildiet 1. tabulu. Ir zināms, ka:

$$\Delta z = \frac{S_n \cdot 4,30}{\sqrt{3}}, \text{ kur } S_n - \text{standartnovirze}$$

$$S_n = \sqrt{\frac{(z_1 - z_{avg})^2 + (z_2 - z_{avg})^2 + (z_3 - z_{avg})^2}{2}}$$

Table 2

Vidējā vērtība z_{avg} .	S_n	Δz

1.5. Aprēķiniet starpību starp z vērtību, kuru jūs šeit aprēķinājāt kā vidējo vērtību un vērtību, kas noteikta no TG mērījumiem.

Starpība=

1.6. Salīdziniet starpību, kas aprēķināta 1.5. punktā un gadījuma rakstura nenoteiktības Δz vērtību un izdariet komentārus par iespējamo sistemātisko kļūdu:

Salīdzinot titrēšanas rezultātus ar TG rezultātiem, var secināt, ka ir sistemātiskā kļūda: JĀ / NĒ (apvelciet pareizo).

Student code:

Trešā šī laboratorijas eksperimenta daļa ir $MgSO_4 \cdot x H_2O$ (x vērtība, kas tika aprēķināta 1.1. punktā) un $ZnSO_4 \cdot z H_2O$ (z vērtība, kas tika noteikta iepriekšējā titrēšanā) maisījuma sastāva noteikšana.

Titrēšanas procedūra maisījuma sastāva noteikšanai.

1. Pierakstiet jums izsniegtā hidratu parauga masu. Tā ir uzrakstīta uz sverglāzītes.

Precīza hidratu maisījuma masa: _____ grammi

2. Kvantitatīvi pārnēsiet hidratu maisījuma paraugu 100 mL mērkolbā un uzpildiet to līdz atzīmei ar destilētu/dejonizētu ūdeni.
3. Pārnēsiet 10.0 mL no pagatavotā šķīduma uz Erlenmeijera (konisko) kolbu. Šķīdumam Erlenmeijera kolbā pievienojiet aptuveni 10 mL buferšķīduma ($pH = 10$).
4. Pievienojiet nelielu daudzumu indikatora eriohroma melnā T (tas ir pieejams cietā veidā maisījumā ar nātrija hlorīdu). Šķīdums nokrāsosies rozā krāsā.
5. Titrējiet iegūto šķīdumu ar 0.05000 M EDTA šķīdumu līdz krāsa mainās uz gaiši zilu. Pierakstiet savus titrēšanas rezultātus 2. tabulā.
6. Apvelciet tos trīs titrēšanas rezultātus, kurus izmantosiet vidējās titrēšanas vērtības aprēķināšanā.

2. tabula

Nr.	Sākotnējais tilpums, mL	Beigu tilpums, mL	Patērētais tilpums, mL
1.			
2.			
3.			
4.			

1.7. Aprēķiniet vidējo patērēto EDTA šķīduma tilpumu.

Vidējais patērētā EDTA šķīduma tilpums: _____ mL

1.8. Aprēķiniet $ZnSO_4 \cdot z H_2O$ masas daļu maisījumā.

Student code:

$\text{ZnSO}_4 \cdot z \text{H}_2\text{O}$ masas daļa hidrātu maisījumā ir%

Student code:

2. uzdevums. β -naftoloranža sintēze (20 punkti)

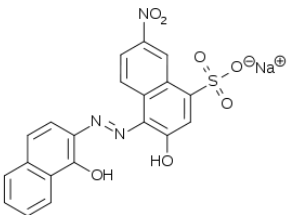
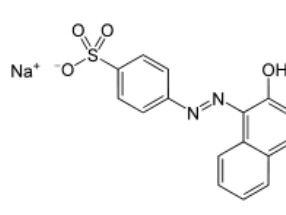
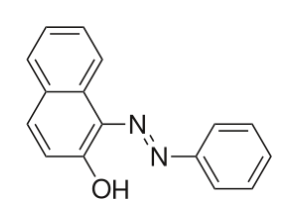
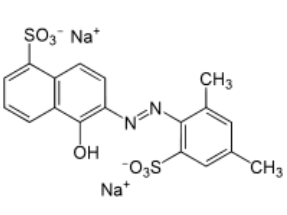
Reāģenti un aprīkojums

Reāģents / aprīkojums	Daudzums	Nosaukums
Cimdi	2 pāri	
Laboratorijassvari (d = ± 0.1 g)	1 uz galda	
100 mL koniskā kolba	1	
2 M NaOH šķīdums	Uz galda	2 M NaOH
Mērpipete 10 mL	1	
Universāllindikatora papīriši	..	Universal indicator
Stikla spieķītis	1	
Elektriskā plītiņa	1	
Mērcilindrs 25 mL	1	
2 M HCl	Uz galda	2 M HCl
NaNO ₂ ciets	Uz galda	NaNO ₂
Sulfanilskābe	Uz galda	Sulfanilic acid
Ledus	2 kg (vienam studentam) = 40 kg	
Pilināmā pipete	1	
Filtrpapīrs (precīza izmēra)	3 gab.	
Bihnera piltuve	1 uz galda	
Bunzena kolba	1 uz galda	
250 mL vārglāzes	2	
Termometrs	1	
2-naftols	Uz galda	2-naphtol / β -naphtol
NaCl ciets	Uz galda	NaCl
Petri trauciņš	1	

Ievads

Acid orange 7, zināms arī kā 2-naftoloranžs un *Orange II*, ir azokrāsviela. To var sintezēt no sulfanilskābes un neorganiskām vielām.

2.1. Izvēlies pareizo 2-naftoloranža struktūru no dotajām struktūrām. Atzīmē pareizo struktūru ar X.

Drošības informācija

- Sulfanilskābe kairina ādu, acis un gļotādu. Gadījumā, ja tā nonāk uz ādas, skalot ar lielu daudzumu ūdens. Lietot cimdus!
- Nātrija hidroksīds ir kodīgs un korozīvs, tas kairina ādu, gļotādu un acis. Gadījumā, ja tas nonāk uz ādas, skalot ar lielu daudzumu ūdens. Koncentrēta sālsskābe arī ir kodīga. Lietot cimdus!

Student code:

- Nātrija nitrīts ir bieži lietots kā konservants žāvētas gaļas produktos, tomēr lielās koncentrācijās, tas ir toksisks, kā arī kairina ādu un gļotādu. Jālieto cimdi!
- 2-naftols ir ļoti toksisks un viegli absorbējas caur ādu, tāpēc jālieto cimdi.
- Acetons un etanols ir uzliesmojoši organiskie šķīdinātāji.
- Produkts, *Orange II*, nav kaitīgs, tomēr tas nokrāsos ādu oranžu, tāpēc jālieto cimdi.

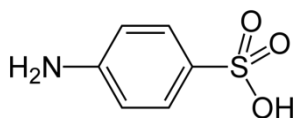
2.2.Sulfanilskābes diazotēšana

1. Nosver 2.5 g sulfanilskābes un pārnes to 100-mL Erlenmeijera (koniskajā) kolbā. Pievieno 6.5 mL 2 M NaOH šķīduma. Pārbauda iegūtā šķīduma pH ar universālindikatora papīrieti, šķīdumam jābūt bāziskam. Šķīdumu silda uz elektriskās plītiņas, līdz sulfanilskābe izšķīst.
2. Atdzesē kolbu zem tekoša ūdens.
3. Nosver stehiometrisku daudzumu (sulfanilskābei) nātrija nitrīta, izšķīdina to 12 mL ūdens un pievieno reakcijas maisījumam koniskajā kolbā.

a) Nātrija nitrīta masas aprēķināšana:

4. Pagatavo paskābinātu ledus maisījumu 250 mL vārglāzē, sajaucot kopā aptuveni 10-12 ledus gabaliņus ar 13 mL 2 M HCl šķīduma. Pa pilienam, nepārtraukti maisot ar stikla spieķīti, pievieno sulfanilskābes/nātrija nitrīta šķīdumu paskābinātajam ledus maisījumam. Seko temperatūras izmaiņām reakcijas gaitā. Nepieļauj, lai temperatūra palielinās vairāk par 10 °C.Ja nepieciešams, pievieno vēl ledu.
5. Novēro baltu nogulšņu rašanos. Ja nogulšņu veidošanos nevar novērot, pievieno dažus pilienus HCl, līdz kamēr nogulsnes sāk veidoties. Ir iegūta “diazonija suspensija”.

b) Uzrakstīt sulfanilskābes diazotēšanas reakcijas vienādojumu:



Student code:

2.3. Orange II sintēze

1. 250 mL vārglāzē atdzesē 22,5 mL 2 M NaOH šķīduma. Pievieno stehiometrisku daudzumu 2-naftola ($M = 114.17 \text{ g/mol}$) atdzesētajam NaOH šķīdumam un maisa ar stikla spieķīti, kamēr tas izšķīst.

a) 2-naftola masas aprēķināšana:

2. Maisot pievieno diazonija sāls suspensiju (no 2.2.5.) tikko pagatavotajam šķīdumam. Maisīšanu veic 5-10 minuētes, līdz vairs nav novērojama nogulšņu veidošanās.
3. Reakcijas maisījumam pievieno 12,5 g nātrija hlorīda un **atdzesē to ledus vannā 1 stundu**. Oranžās nogulsnes, kas veidojas, ir *Orange II*.
4. Produktu filtrē vakuumā un mazgā ar nelielām porcijām auksta ūdens, kamēr produkts joprojām ir filtrācijas iekārtā un vakuums ir pieslēgts.

Reakcijas vienādojum:

β -naftols (uzzīmēt struktūrformulu) +

5. Ja nav iespējams veikt 2.4. punktu (laika trūkuma vai citu iemeslu dēļ), pārnes nofiltrēto produktu iepriekš nosvērtā Petri trauciņā. Pieraksta produkta masu un jautā laborantam parakstu. Produktu žāvē diennakti. ŠIS PUNKTS NAV JĀDARA, JA IR IESPĒJAMS VEIKT SOLI 2.4. – PĀRKRIŠTALIZĀCIJU.

Produkta masa:

Laboranta paraksts:

Student code:

2.4. Pārkristalizācija

1. Izšķīdina 2.4. punktā iegūto produktu nelielā daudzumā karsta ūdens un karsē šķīdumu līdz viršanai. Ievieto trauku ar dzidro šķīdumu ledus vannā un novēro kristālu veidošanos.
2. Kristālus filtrē vakuumā un pārnes iepriekš nosvērtā Petri trauciņā. Pierakta produkta masu un jautā laborantam parakstu. Produktu žāvē diennakti.

Produkta masa:	Laboranta paraksts:
----------------	---------------------

2.5. Citi jautājumi

1. Aprēķināt produkta teorētisko iznākumu (gramos):

2. Aprēķināt iznākumu procentos, lietojot produkta masu punktā 2.3.5. vai 2.4.2.:

3. Temperatūrai šajā sintēzē ir liela loma, ņemot vērā to, ka tā jātura zem 10 °C. Kāpēc šis diazonija sāls ir tik nestabils, uzzīmēt savienojuma struktūrformulu, kas var rasties, ja temperatūra pieaug?

Peaktiskās daļas beigas.