

27. 5 – 28. 5. 2016. године

Београд и Нови Сад



NIS
GAZPROM NEFT

III Српска хемијска олимпијада

*A person that never made a mistake is the person
that never tried something new.*

Albert Einstein



Code:

3

Практични задатак 1

а	б	в	г	Принос, чистоћа	13 %
3	3	3	2	30	41



Синтеза боје Судан I

У овом експерименту, синтетисаћете боју Судан I (ово је само један од бројних комерцијалних назива који се за њу користе), која се примењује у индустрији. Користи се, на пример, за бојење свећа и лакова, па чак и појединих прехранбених производа. У многим земљама је, ипак, њена употреба у прехранбеној индустрији забрањена. Ово, и њему структурно сродна, интензивно обојена једињења, могу се лако добити реакцијом између одговарајуће диазонијум-соли и електронима богатог ароматичног једињења (реакција азо-купловања).

На крају експеримента, предајете гуч са супстанцом.

Синтеза боје Судан I

Реагенси А, Б и В су претходно одмерени.

У ерленмајеру од 100 cm^3 растворити око 1 g (1 молски еквивалент) 2-нафтола (нафтален-2-ол, А) у око 30 cm^3 раствора натријум-хидроксида концентрације 1 mol/dm^3 при чему се добија натријум-2-нафтолат (растварање се може значајно убрзати претходним уситњавањем супстанце у авану). Кад се супстанца раствори, у раствор додати мало уситњеног леда.

У другом, уклемљеном ерленмајеру од 100 cm^3 помеша се 1 молски еквивалент анилинијум-хлорида (Б), 3 cm^3 воде и око 10 g уситњеног леда. У тако припремљен раствор који се све време хлади у леденом купатилу и меша на магнетној мешалици, стакленом пипетом полако укапати $1,6\text{ cm}^3$ концентроване хлороводоничне киселине. У епрувети растворити око $0,5\text{ g}$ натријум-нитрита (В) у око 2 cm^3 дестиловане воде. Епрувету уронити у ледено купатило поред уклемљеног ерленмајера и сачекати да се раствор охлади. Тако охлађен раствор натријум-нитрита пластичном пастеровом пипетом укапати у раствор анилинијум-хлорида у ерленмајеру који се све време хлади. Термометром



Ерленмајер опремљен унутрашњим термометром и магнетном мешалицом за припрему диазонијум-соли

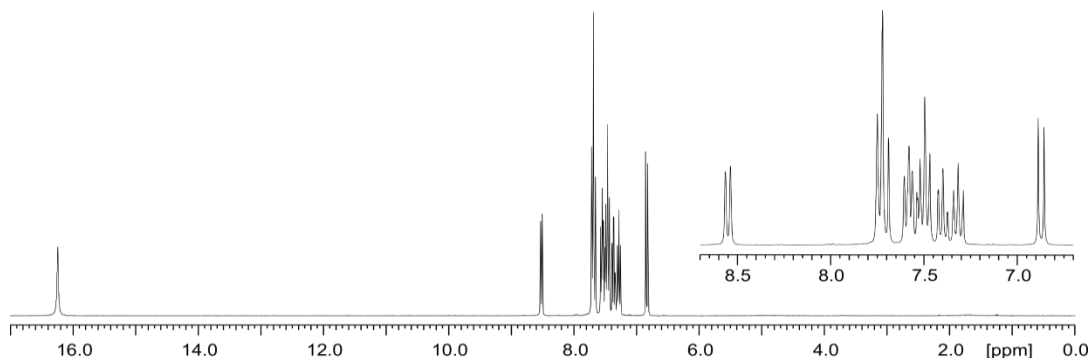
повремено проверавати температуру раствора, која мора бити 5 °C или мања (пре урањања термометра, обавезно искључити мешање). Када је овако добијени раствор бензендиазонијум-хлорида охлађен, искључити мешање и извадити магнет (за штапић за вађење магнета обратите се дежурном у лабораторији).

У раствор натријум-2-нафтолата, уз хлађење и мешање магнетом, пастеровом пипетом укапавати охлађени раствор бензендиазонијум-хлорида, при чему долази до издвајања производа у виду црвеноранцастих кристала.

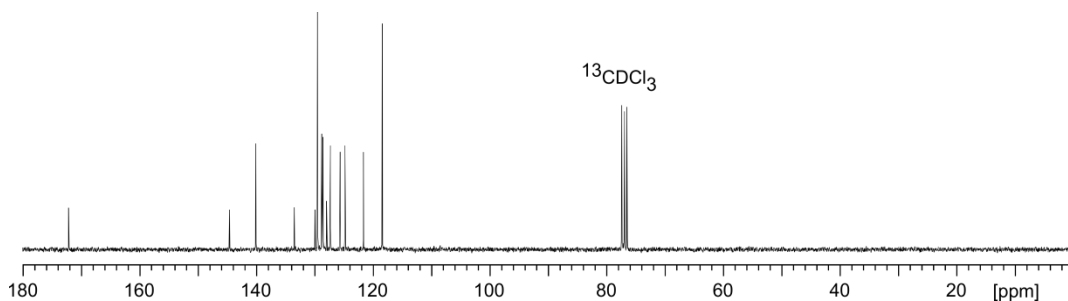
Након реакције се раствор процеди кроз гуч који је постављен на гуч-боцу прикључену на водену пумпу. Талог се испере двапут са мало воде и суши двадесетак минута под вакуумом (талог се може притискати шпатулом како би се додатно потпомогло сушење).



Гуч који је постављен на гуч-боцу и прикључен на водену пумпу



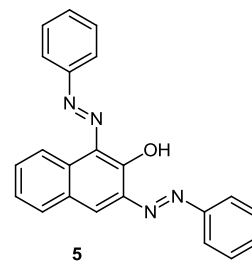
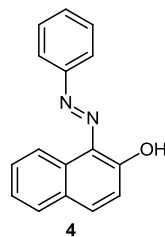
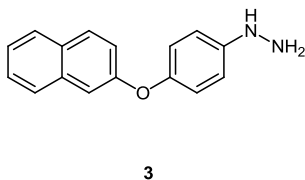
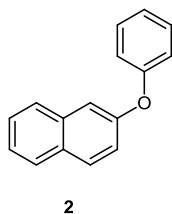
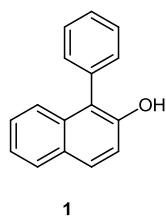
^1H -NMR-спектар боје Судан I (300 MHz, CDCl_3): δ = 6,84 (1 H), 7.29 (1 H); 7,37 (1 H), 7,41–7,61 (4 H), 7,62–7,77 (3 H), 8,52 (1 H), 16,24 (1 H).



^{13}C -NMR-спектар боје Судан I (75 MHz, CDCl_3): δ = 118,54 (CH), 121,73 (CH), 124,89 (CH), 125,73 (CH), 127,38 (CH), 128,05 (C), 128,63 (CH), 128,88 (CH), 129,60 (CH), 130,04 (C), 133,58 (C), 140,14 (CH), 144,66 (C), 172,16 (C).

Питања

а) Која од ниже наведених структура **1-5** одговара боји Судан I? Да бисте потврдили своју претпоставку, можете искористити горе дате спектралне податке (^1H - и ^{13}C -NMR-спектри). Неку/неке од ових структура можете лако елиминисати помоћу простог хемијског теста који можете извести коришћењем само хемикалија које су вам доступне на радном месту. Изведите овај тест и напишите хемијску реакцију на којој се заснива. **Немојте користити производ који сте синтетисали, већ узорак боје који вам је дат!**



б) Напишите реакцију синтезе боје Судан I. Којим механизмом се одвија ова реакција. Напишите га.

в) У току припреме бензендиазонијум-хлорида је неопходно температуру реакционе смеше одржавати испод 5 °C. У противном, долази до одвијања нежељених споредних реакција које су праћене издвајањем гаса. О ком гасу се ради? Напишите структуре бар два споредна производа која би овако могла настати. Образложите свој одговор.

г) Колики је принос синтезе боје ако је из 1 g β -нафтола добијено 1,5 g чистог производа?

Практични задатак 2

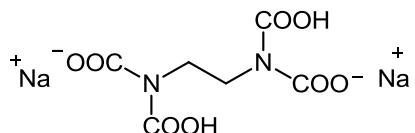
а	б	в	Запремина I	Запремина II	13,5 %
2	4	10	25	25	66



Комплексометријско одређивање бакра и цинка у смеси

Месинг је легура бакра и цинка која се користи у електротехници, као конструктивни и украсни материјал. Од ње се израђују музички инструменти, цеви, жице... Са променом међусобног односа бакра и цинка, и својства месинга се могу мењати у великом распону. Зато је важно знати његов тачан састав. Садржај бакра и цинка у месингу се може одредити простом комплексометријском титрацијом са $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$ (динатријум-дихидроген-етилendiаминтетраацетат; комплексон III). Овај поступак се заснива на чињеници да ови метали, под одговарајућим условима (нпр. рН 5-6), граде стабилне комплексе са етилендиаминтетраацетатним анјонима (реагују у односу 1:1). Да би се комплексометријски утврдио појединачни садржај више метала који се налазе у смеси, није их неопходно физички раздвајати, већ је довољно, на пример, један од метала „маскирати“ на одговарајући начин (тј. превести га у облик који не може да реагује са комплексом III).

Динатријум-дихидроген-
етилendiаминтетраацетат



Узорак који сте добили за анализу разблажите дестилованом водом до 100 cm^3 . Од њега одмерите 4-6 проба запремине $15 - 20 \text{ cm}^3$ за титрацију.

Експеримент I Подесите рН вредност одмерене пробе на 5-6, додавањем око 45 cm^3 ацетатног пуфера (рН проверите помоћу индикаторске хартије). Након тога додајте 10 капи индикатора ксиленол-оранжа. Титрујте пробу раствором комплексона III ($c = 0,05 \text{ mol/dm}^3$) до промене боје из љубичасте, преко плаве, у зелену (непосредно пред крај титрације, боја ће бити тиркизно плава). Забележите утрошену запремину комплексона III у доле дату табелу. Поновите титрацију још једном или два пута.

Експеримент II Подесите рН вредност одмерене пробе на 5-6, додавањем око 45 cm³ ацетатног пуфера (рН проверите помоћу индикаторске хартије). Након тога додајте толико раствора натријум-тиосулфата да се проба обезбоји (боја се из светлоплаве најпре мења у жуту; потребно је око 2 cm³ раствора натријум-тиосулфата). Након тога, додајте 5-6 капи ПАН-а (1-(2-пиридилазо)-2-нафтол; индикатор). Титрујте пробу раствором комплексона III (с = 0,05 mol/dm³) до промене боје из ружичасте у жуту. Забележите утрошену запремину у доле дату табелу. Поновите титрацију још једном или два пута.

Експеримент	Проба	Запремина пробе (cm ³)	Утрошено комплексона III (cm ³)	Утрошак комплексона III на 100 cm ³ узорка (cm ³)	Просечна потрошња комплексона III на 100 cm ³ узорка (cm ³)
<i>I</i>	1				
<i>I</i>	2				
<i>I</i>	3				
<i>II</i>	4				
<i>II</i>	5				
<i>II</i>	6				

Питања

а) Напишите сређене хемијске једначине реакција до којих долази у току експеримента I.

б) Константе стабилности (β) јона бакра и цинка са тиосулфатом се значајно разликују (супротно важи за комплексе бакар(II)-EDTA и цинк(II)-EDTA). На пример, $\log \beta$ тиосулфатних комплекса бакра(I)- и бакра(II)-јона више су од оних за јоне цинка. Поред тога, β за комплекс Cu(I) јона са тиосулфатом је већа од β за бакар(I)-EDTA комплекс. Имајући ово у виду, укратко објасните писањем хемијске једначине зашто се у току експеримента II додаје натријум-тиосулфат.

Стандардни потенцијали (E^0): $\text{Cu}^{2+}(\text{aq}) + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^+(\text{aq})$ ($E^0 = +0,16 \text{ V}$),

$\text{Zn}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Zn(s)}$ ($E^0 = -0,76 \text{ V}$),

$\text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ($E^0 = +0,08 \text{ V}$).

в) Израчунајте масу бакра(II) ($M_r=63,546$) и цинка(II) ($M_r=65,380$) у узорку који сте добили за анализу. Коначни одговор упишите у за то предвиђено место.

Бакар(II) (mg у 100 cm ³ узорка)	Цинк(II) (mg у 100 cm ³ узорка)

Практични задатак 3.

Укупно 13,5 % поена, сваки јон по 0,75

Доказивање јона

У овој вежби ћете доказати природу девет соли користећи ограничен избор реагенаса. У обзир долазе катјони: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^{2+} , Cu^{2+} , Sn^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , Na^+ и K^+ , а од анјона: Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , CO_3^{2-} , CH_3COOH^- , HSO_4^- , I^- , OH^- , O^{2-} . На располагању су вам све хемикалије који се налазе на радном месту.

Решење

1 =

2 =

3 =

4 =

5 =

6 =

7 =

8 =

9 =

