



OLIMPIADA NAȚIONALĂ DE CHIMIE CONSTANȚA, 21-25 MARTIE 2019 Ediția a LIII-a

Proba practică Clasa a XI-a

Echipamentul de protecție necesar în laboratorul de chimie

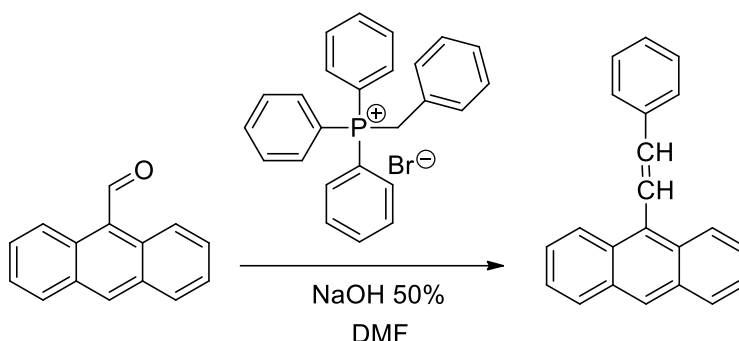
- Halat de laborator confecționat din bumbac.
- Pantofii de laborator trebuie să fie închiși și cu rizuri pe talpă pentru a se evita alunecarea.
- Mănușile din latex sau cauciuc, cu talc sau cu pudră, trebuie purtate în permanență.

Reguli de protecție și tehnica securității muncii

- În laboratoarele de chimie nu se poartă lentile de contact;
- În laboratoarele de chimie se va purta întotdeauna echipament de protecție;
- La primirea și la utilizarea substanțelor chimice pentru analizele chimice de laborator, trebuie citite cu atenție etichetele de pe flacoane (recipienți);
- Nu se gustă niciun fel de substanță de laborator;
- Pentru a mirosi o substanță, vaporii trebuie îndreptați spre utilizator prin mișcarea circulară a mâinii deasupra vasului deschis care o conține, cu mare precauție, neaplecând capul asupra vasului și fără a inspira adânc în plămâni;
- Este interzis ca utilizatorul să se aplece asupra vasului în care se transvazează sau se încălzește un lichid oarecare, ori să țină vasul înclinat spre sine sau spre alte persoane, pentru a evita stropirea cu picăturile lichidului;
- Întotdeauna se adaugă acizii în apă și niciodată apă în acizi;
- Recipienții cu reactivi se închid imediat după folosire;
- Reziduurile rezultate din activitățile desfășurate în laborator nu se aruncă în chiuvetă, ci se depozitează în recipiente speciale, destinate colectării reziduurilor chimice, etichetate corespunzător;
- Înaintea începerii experimentelor de laborator se verifică calitatea sticlăriei puse la dispoziție; elevii anunță imediat supraveghetorul în cazul în care observă piese de sticlărie care prezintă zgârieturi, crăpături sau alte defecte;
- Spălarea vaselor se face imediat după utilizare, cu lichide potrivite în care reziduurile sunt solubile, pentru a evita reacțiile violente;
- Manipularea reactivilor solizi se face cu spatule sau lingurițe curate, pentru a preveni impurificarea acestora.
- Soluțiile de reactivi pentru analiză se manipulează astfel încât să nu fie impurificate.
- Lichidele inflamabile și volatile (diclorometan, toluen, pentan etc.) se manipulează cu atenție.

Sinteza prin reacție de tip Wittig a unei diariletene

Sinteza Wittig se bazează pe o reacție importantă în chimia organică prin se formează noi legături carbon-carbon. Această reacție, apărută cu mult înaintea reacțiilor de cuplare catalizate de metale tranziționale a fost și este o sursă importantă de diversitate a scheletelor hidrocarbonate.



Cerințe:

Realizați reacția Wittig prin procedura descrisă mai jos, analizați produsul obținut prin cromatografie în strat subțire și răspundeți la o serie de întrebări.

A. Sinteza organică

55 puncte

Mod de lucru:

În paharul Berzelius de 25 mL etichetat cu **1** se află 300 mg (0,69 mmoli, 1 echiv.) bromură de benziltriphenilfosfoniu. Peste acest solid se adaugă 150 mg (0,73 mmoli, 1,05 echiv.) 9-formilantracen care se găsește pe masa de lucru individuală pe sticla de ceas etichetată „**9-formilantracen**”. Se amestecă substanțele cu o baghetă și peste amestec se adaugă 1 mL de *N,N*-dimetilformamidă (DMF) cu ajutorul unei seringi (disponibilă pe masa comună). Se continuă agitarea cu bagheta timp de 1-2 minute. Se adaugă în picături, cu ajutorul unei seringi, 0,4 mL soluție NaOH 50% (disponibilă pe masa comună). Se continuă agitarea timp de 30 de minute.

Produsul de reacție se izolează prin precipitarea cu 6 mL (măsurat cu cilindru disponibil pe masa comună) de amestec 1-propanol:H₂O= 1:1 (disponibil pe masa comună), urmată de filtrare la vid (se efectuează la punctele special amenajate în fiecare laborator). Precipitatul obținut se spală pe hârtia de filtru cu 1 mL de 1-propanol (măsurat cu o pipetă Pasteur, cât poate lua para disponibilă la punctul de filtrare) și se lasă la uscat 3-5 minute pe sticla de ceas etichetată „**produs brut**”.

Se reține aproximativ jumătate din cantitatea de produs brut pe sticla de ceas și cealaltă jumătate se recristalizează în modul următor: se introduce produsul în eprubeta de 20 mL etichetată „**recristalizare**” și se adaugă 5 mL 1-propanol (disponibil pe masa comună), măsurat cu cilindru gradat etichetat „**1-propanol**”; se încălzește eprubeta pe baie de nisip până la dizolvarea solidului (este posibil ca soluția să rămână puțin opalescentă), apoi se răcește eprubeta într-o baie de gheață (disponibilă la masa comună), până la cristalizarea produsului (se poate induce cristalizarea prin frecarea cu bagheta, având grijă de a nu sparge eprubeta); solidul obținut se separă prin filtrare la vid și se spală cu 1 mL de 1-propanol (măsurat cu o pipetă Pasteur, cât poate lua para disponibilă la punctul de filtrare). Se lasă la uscat 3-5 minute pe sticla de ceas etichetată „**produs recristalizat**”.

! Produsul recristalizat se va introduce la finalul probei într-una din pungile cu fermoar și se capsează pe foaia de concurs în locul special destinat. Absența produsului conduce la neacordarea punctajului.

B. Realizarea și interpretarea investigațiilor cromatografice

20 puncte

Într-un pahar aveți disponibile 4 eprubete mici etichetate în care trebuie să realizați 3 soluții pentru analiza cromatografică; 9-formil-antracen (aproximativ 1 mL soluție stoc disponibilă pe masa comună, măsurat cu pipeta Pasteur notată cu **1**) și soluții diluate (câteva cristale în 1 mL

de acetat de etil, măsurat cu pipeta Pasteur disponibilă pe masă comună) ale produsului brut și respectiv, produsului recristalizat; în cea de a patra eprubetă etichetată **Solvent** se găsesc trei capilare peste care adăugați 1-2 mL acetat de etil (măsurat cu pipeta Pasteur notată cu **2**, disponibil pe masa comună) pentru spălarea capilarelor.

Pentru analiza calitativă a reacției se realizează un experiment de cromatografie în strat subțire (vezi materialul suplimentar pentru modul de lucru detaliat) pe o placuță cromatografică de silicagel pe care aplicați 3 spoturi (9-formilantracen, produsul brut și produsul recristalizat). Sistemul de eluție utilizat este AcOEt:n-heptan=1:9 (disponibil pe masă comună), în volum de maxim 5 mL, măsurat cu un cilindru etichetat. Vizualizarea plăcuțelor se face sub lampa UV, unde se marchează cu creionul spoturile observate.

! Plăcuța cromatografică se introduce în punța cu fermoar și se capsează în zona indicată pe foaia de concurs. Absența plăcuței conduce la neacordarea punctajului.

C. Răspundeți la următoarele cerințe și întrebări

25 puncte

1. Desenați în lucrare rezultatele obținute la cromatografie (o copie a plăcuței cu spoturile observate).
2. Calculați R_f -urile pentru 9-formilantracen și pentru produsul de reacție (brut și recristalizat).
3. Arătați cum ați putea obține altfel alchena țintă, folosind tot reacția Wittig. Scrieți formulele reactivilor folosiți.
4. Scrieți formulele structurale ale stereoizomerilor compusului sintetizat.
5. Prezentați mecanismul reacției Wittig și structura produsului secundar de reacție.

Notă: Timp de lucru 3 ore.

Subiecte elaborate de:

Prof. dr. Ion Grosu, Universitatea Babeș-Bolyai din Cluj-Napoca

Lect. dr. Mihaela Matache, Universitatea din București

Prof. Rodica Băruță, Colegiul Național "Horea, Cloșca și Crișan", Alba-Iulia

Prof. Ruxanda Șerban, Colegiul Național "Vasile Alecsandri", Galați

Prof. Laura Moșteanu, Colegiul Național "Ion Minulescu", Slatina

Prof. Daniela Iftode, Colegiul Național "Costache Negruzzi", Iași

Comisia Centrală a Olimpiadei

Naționale de Chimie

Vă urează

Succes!