



OLIMPIADA NAȚIONALĂ DE CHIMIE DEVA, 2-7 aprilie 2023 Ediția a LVI-a

Proba practică Clasa a X-a

Subiect

(100 de puncte)

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 preîntâmpina impurificarea acestora.
- Soluțiile de reactivi pentru analiză se manipulează astfel încât să nu fie impurificate.
- Lichidele inflamabile și volatile (acetat de etil, etanol, diclorometan, toluen, pentan etc.) se manipulează cu atenție.

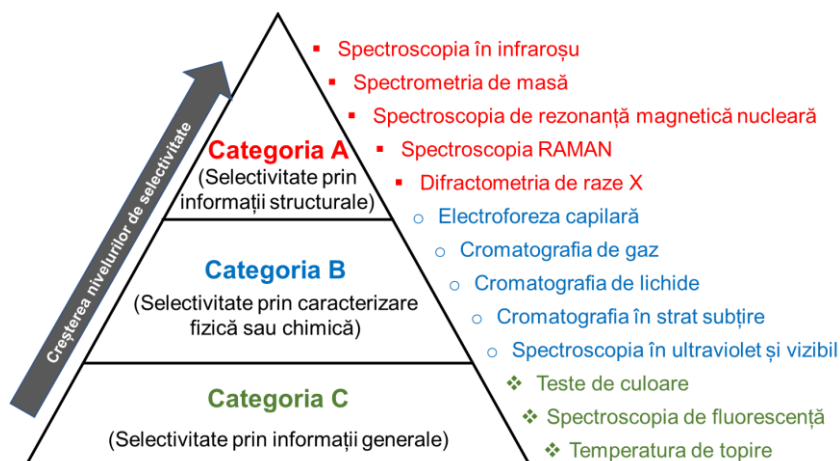
Substanțe, sticlărie, ustensile și echipamente de laborator necesare pentru realizarea experimentului

Experimentul I	Sticlărie, ustensile și echipamente	Buc	Substanțe
	Flacon cu comprimat P	1	Comprimat probă necunoscută P Metanol
	Vas Petri etichetat Probă	1	
	Spatulă	1	
	Baghetă	1	
	Pahar Erlenmayer etichetat P	1	
	Seringă 5 mL	2	
	Eprubetă cu dop etichetată P în pahar Erlenmayer ca suport	1	
	Stativ eprubete	1	
	Flacon cu metanol	1	
	Hârtie de filtru	2	
	Pâlnie conică de filtrare	1	
	Sticlă de ceas etichetată IFA	1	
	Punga cu fermoar	1	
	Balanță cu trei zecimale	<u>Disponibilă la comun</u>	
Experimentul II			
	Eprubete etichetate plastic 5 mL	4	Proba P NaHCO ₃ soluție saturată NaOH 20% FeCl ₃ 1% în H ₂ O/MeOH=1/1
	Eprubete neetichetate plastic 5 mL	4	
	Eprubete neetichetate sticlă 5 mL	8	
	Piseta cu apă distilată	1	
	Pipete Pasteur	4	
	Pară pentru pipete Pasteur	2	
	Sticlute picurătoare	3	
		<u>Disponibile la comun</u>	Proba A Proba B Proba C
Experimentul III			
	Flacon cu capac 1,5 mL	4	Proba P Solvent Eter de petrol Acetat de etil
	Eprubetă etichetată Solvent 5 mL	1	
	Pahar Berzelius 100 mL	1	
	Sticlă de ceas neetichetată	1	
	Capilare	1	
	Punga cu fermoar	3	
	Pensetă	1	
	Creion	1	
	Riglă	1	
	Șervețele	2	
	Plăcuțe cromatografice de silicagel	3	
	Flacoane cu solvenți	2	
	Cilindri gradați etichetați pentru solvenți 10 mL	1	
	Lampă UV	<u>Disponibile la comun</u>	Proba A Proba B Proba C

Analiza unei substanțe necunoscute, ingredient farmaceutic activ

Conform *Grupului de lucru pentru analiza substanțelor confiscate* (Scientific Working Group for the Analysis of Seized Drugs, <https://swgdrug.org/>), schema de analiză urmată de chimistul criminalist care analizează o substanță necunoscută presupune realizarea unor teste preliminare, urmate de un test de confirmare.

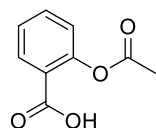
Fiecare tehnică are un anumit grad de discriminare. Exemple de tehnici realizate în analiza substanțelor, în ordinea capacității de discriminare de la **C** la **A** sunt prezentate în figura de mai jos. Spre exemplu, reacțiile de identificare ale grupelor funcționale, precum reacția fenolilor cu FeCl_3 , care dau complecși de culoare verde, albastră sau roșie pot fi folosite ca teste de culoare.



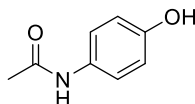
Când schema de analiză include o tehnică din categoria **A** (de confirmare), trebuie realizată cel puțin una dintre celelalte tehnici (din categoriile **A**, **B** sau **C**). Dacă în schema de analiză nu este inclusă nicio tehnică din categoria **A**, cel puțin trei metode din categoriile **B** sau **C** trebuie folosite. Rezultatele din categoriile **A** sau **B** trebuie să poată fi revăzute (spectre imprimate, cromatograme, poze ale plăcuțelor CSS etc.). Acestea sunt standardele minimale pentru identificarea substanțelor necunoscute.

Imaginează următorul experiment: Ești un chimist criminalist care analizează probe. Un tânăr a fost găsit inconștient pe o alee întunecată. Analizele toxicologice preliminare nu au indicat prezența unei substanțe străine, însă polițiștii au recuperat un comprimat (pastilă) din preajma victimei și suspectează că tânărul ar fi putut fi victima unui medicament ingerat greșit. Rolul tău este să asisti polițiștii prin identificarea compusului ingredient farmaceutic activ (IFA) al comprimatului pentru a elucida cazul.

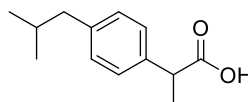
Ai la dispoziție un comprimat necunoscut în flaconul etichetat **P**. De asemenea, ai la dispoziție substanțele de referință, probele **A**, **B** și **C** care conțin soluții în metanol ale următoarelor substanțe: aspirină, paracetamol și ibuprofen, cu următoarele structuri:



aspirina



paracetamol



ibuprofen

Cerință: Identifică ingredientul farmaceutic activ (IFA) din comprimatul necunoscut notat P și asociază probele A B și C cu structurile de mai sus prin efectuarea experimentelor I II și III.

Citește cu atenție întreaga fișă înainte de a te apuca de lucru!

I. Extracția ingredientului farmaceutic activ (AFI)

50 puncte

Mod de lucru:

1. Cântărește vasul Petri etichetat cu **Probă** și notează valoarea obținută.
2. Adaugă comprimatul în vasul Petri, cântărește din nou și notează valoarea obținută. **Calculează prin diferență greutatea comprimatului.**
3. Folosește spatula și/sau bagheta pentru a mărunți comprimatul până la obținerea unei pulberi omogene.
4. Transferă solidul folosind spatula în paharul Erlenmayer de 25 mL etichetat cu **P**.
5. Măsoară cu seringă 5 mL metanol și adaugă în paharul Erlenmayer etichetat cu **P**.
6. Preia întreaga cantitate din vasul Petri folosind încă 2 mL de metanol.
7. Filtrează suspensia în eprubeta cu dop notată cu **P**.
8. Spală solidul pe pâlnie cu încă 3 mL metanol.
9. Cântărește sticla de ceas etichetată **IFA** și notează valoarea obținută.
10. Transferă cu cilindrul 3 mL din probă pe sticla de ceas etichetată **IFA** și lasă pe masa de lucru până la obținerea unui solid (90-120 minute).
11. După cele 90-120 minute, cântărește din nou sticla de ceas etichetată **IFA** și notează valoarea obținută. **Calculează prin diferență valoarea solidului obținut.**
12. **Produsul IFA se transferă în punga cu fermoar și se capsează pe foaia de concurs în locul special destinat.**

a) Indică observațiile pe care le-ai notat de-a lungul experimentului și completează informațiile lipsă în foaia de concurs.

! Absența produsului în punga cu fermoar conduce la neacordarea punctajului.

II. Teste de reactivitate

20 puncte

Realizează următoarele teste ale probelor **A, B, C** și **P**:

1. Transferă în fiecare dintre eprubetele etichetate **A, B, C** 1- 2 mL (o pipetă Pasteur disponibilă pe flacon) soluții ale probelor **A, B, C** disponibile la comun în flacoanele **Proba A – Teste, Proba B- Teste, Proba C – Teste**.
2. Transferă în eprubeta etichetată **P** de 5 mL din stativ 2 mL (aproximativ 2 cm înălțime) proba **P** din eprubeta cu dop etichetată **P**.
3. În câte patru eprubete neetichetate de pe masa de lucru transferă câte 0.5 mL din fiecare probă **A, B, C** și **P** (înălțimea lichidului să fie de 7-10 mm – folosește rigla de pe masa de lucru).
4. Adaugă peste eprubetele de la punctul 3 următoarele soluții folosind sticlulele picurătoare și **notează observațiile**:
 - 1) NaHCO_3 (soluție saturată)
 - 2) $\text{FeCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (1% într-un amestec echimolecular apă/etanol)
 - 3) NaOH (concentrație 20%).

b) Indică observațiile pe care le-ai notat de-a lungul experimentului și completează informațiile lipsă în foaia de concurs.

c) Asociază proba **P** cu una dintre probele **A, B** sau **C**.

III. Realizarea și interpretarea experimentelor de analiză cromatografică

30 puncte

Realizează următoarele probe pentru analiza cromatografică utilizând cele 4 flacoane cu capac de 1,5 mL etichetate **A, B, C** și **P**:

- 1) Transferă între 0,2-0,5 mL proba **A** în flaconul etichetat **A** utilizând pipeta Pasteur a flaconului conținând soluția stoc disponibilă la comun (vezi gradația de pe flaconul cu capac).
- 2) Transferă între 0,2-0,5 mL proba **B** în flaconul etichetat **B** utilizând pipeta Pasteur a flaconului conținând soluția stoc disponibilă la comun (vezi gradația de pe flaconul cu capac).

- 3) Transferă între 0,2-0,5 mL proba **C** în flaconul etichetat **C** utilizând pipeta Pasteur a flaconului conținând soluția stoc disponibilă la comun (vezi gradația de pe flaconul cu capac).
- 4) Transferă în eprubeta etichetată **Solvent** 1-2 mL (1/4 din volumul eprubetei sau o pipetă Pasteur) din flaconul etichetat Solvent disponibil la comun. În eprubetă se găsește un capilar cu care se realizează depunerea probelor și **care trebuie spălat bine cu solvent între depuneri**, prin imersarea capilarului în solvent și eliminarea solventului pe un șervețel disponibil pe masa de lucru.

Realizează următoarele experimente **de cromatografie în strat subțire** (vezi materialul suplimentar), conținând probele **A, B, C** și **P**:

Fiecare plăcuță conține trei spoturi

- 1) **Plăcuța proba A, proba P** – conține proba A, amestec proba A și proba P și proba P (A, AP, P)
- 2) **Plăcuța proba B, proba P** – conține proba B, amestec proba B și proba P și proba P (B, BP, P)
- 3) **Plăcuța proba C, proba P** – conține proba C, amestec proba C și proba P și proba P (C, CP, P)

Pentru plăcuțele cromatografice nr. 1-3 – se utilizează ca sistem de eluție un amestec de acetat de etil : eter de petrol = 1:1 raport volumetric. Pentru măsurarea volumelor se folosește cilindrul gradat etichetat Solvent CSS. Experimentele cromatografice se realizează în paharele Berzelius de 100 mL prevăzute cu sticle de ceas, disponibile pe masa de lucru. Vizualizarea plăcuțelor se face sub lampa UV, unde se marchează cu creionul spoturile observate.

!Citește cu atenție materialul suplimentar pentru realizarea experimentului CSS

- d) Desenează pe foaia de concurs rezultatele obținute la cromatografie (câte o reprezentare a fiecărei plăcuțe cu spoturile observate). Calculează R_f pentru proba **A, B, C** și **P** în sistemul de eluție.
- e) Indică structurile probelor **A, B** și **C**.
- f) Indică formula de structură a probei necunoscute **P** și justifică atribuirea.
- g) Comentează diferențele de dintre factorii de retenție.

! Plăcuțele cromatografice se introduc în pungile cu fermoar și se capsează în zonele indicate pe foaia de concurs. Absența plăcuțelor conduce la neacordarea punctajului.

Notă: Timp de lucru 3 ore.

**Comisia Centrală
a Olimpiadei Naționale de Chimie
Vă urează**

Subiecte elaborate de:

Conf. dr. habil. Mihaela Matache – Universitatea din București
Daniel Radu - Colegiul Economic „Ion Ghica” Târgoviște
Carmen Nechita – Liceul Teoretic „Grigore Antipa” Botoșani
Luminița Doicin – Colegiul Național „Gheorghe Lazăr” București
Cristina Adela Marioane – Colegiul Național „Mihai Eminescu” Petroșani

Succes!