



OLIMPIADA NAȚIONALĂ DE CHIMIE
BAIA MARE, 14-18 aprilie 2022
Ediția a LV-a

Proba practică
Clasa a X -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 (recipienti);
- 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;
- Recipientii 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 integritatea 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 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.

Citiți întreaga fișă de lucru înainte de a începe să lucrați.

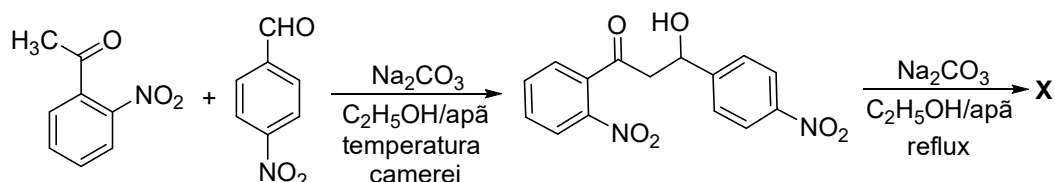
Solicitarea de noi cantități de materii prime se poate face doar în primele 90 minute și se depunează cu 10 puncte.

Spargerea unei piese de sticlărie se penalizează cu 5 puncte.

Obținerea unei β -hidroxiketone prin reacția dintre o aldehydă și o cetonă

Reacția de condensare a compușilor carbonilici care conțin hidrogen la atomul de carbon din poziția α față de gruparea carbonil este o metodă importantă de formare de legături carbon – carbon. În funcție de condițiile de reacție, în urma sintezei se pot obține compuși diferiți.

Reacția de condensare dintre 4-nitrobenzaldehydă și 2-nitroacetofenonă, realizată în mediu bazic, conduce la alcoolul **I** atunci când reacția are loc la temperatura camerei sau la produsul **X** atunci când reacția se realizează la temperatură ridicată.

**Cerințe:**

Realizați reacția dintre 4-nitrobenzaldehydă și 2-nitroacetofenonă urmând procedura descrisă mai jos, analizați produsul obținut prin cromatografie în strat subțire și răspundeți la întrebări

A. Sinteza organică**55 puncte****Mod de lucru:**

În eprubeta de 20 mL etichetată cu **1** se află 55 mg (0,33 mmoli) 2-nitroacetofenonă. Peste aceasta se adaugă 2 mL soluție etanolică de 4-nitrobenzaldehydă 165 mM (disponibilă pe masa comună) cu ajutorul unei seringi de 2 mL (disponibilă pe masa comună) preluând eventualele urme de 4-nitrobenzaldehydă de pe pereții eprubetei. Se agită timp de câteva secunde până la omogenizare completă, după care se adaugă 1 mL soluție apoasă de Na_2CO_3 de concentrație 165 mM (disponibilă pe masa comună) cu ajutorul unei seringi de 2 mL (disponibilă pe masa comună). Amestecul de reacție astfel obținut se agită ocazional timp de 30 minute. Precipitatul format se filtrează la presiune atmosferică. Instalația de filtrare este formată dintr-un pahar Erlenmeyer, o pâlnie conică de filtrare și hârtie de filtru (disponibile pe masa de lucru). Pentru a realiza filtrarea asamblați instalația de filtrare prin așezarea pâlniei de filtrare în paharul Erlenmeyer, iar hârtia de filtru pe pâlnia de filtrare, și umectați cu 2-3 picături de amestec etanol-apă = 2/1, raport volumetric, disponibil în pisete la masa comună. Pentru preluarea integrală a precipitatului din eprubetă adăugați, în eprubeta în care a fost realizată reacția, 1-2 mL amestec etanol:apă, astfel încât înălțimea solventului în eprubetă să fie de 1-1,5 cm. Operația se repetă de 3 ori. După filtrare precipitatul se transferă, împreună cu hârtia de filtru, în vasul Petri/sticla de ceas cu etichetată „**produs**” și se lasă la uscat 10 minute înainte de realizarea analizei prin cromatografie în strat subțire.

! Produsul se va introduce cu o spatulă, 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 corespunzător sintezei.

B. Realizarea și interpretarea investigațiilor cromatografice**20 puncte**

În stativul de pe masa personală aveți 4 eprubete mici etichetate cu A, B, C și Solvent în care trebuie să adăugați 3 soluții pentru analiza cromatografică:

- soluția A (2-nitroacetofenonă, aproximativ 1 mL, disponibilă pe masa comună, măsurată cu o seringă de 5 mL,) se plasează în eprubeta A;
- soluția B (4-nitrobenzaldehydă, aproximativ 1 mL, disponibilă pe masa comună, măsurată cu o seringă de 5 mL, se plasează în eprubeta B);

- o soluție diluată de produs de reacție (câteva granule se dizolvă în 1-2 mL solvent, disponibil pe masa comună, măsurat cu o seringă de 5 mL), se introduce în eprubeta C;
- 1-2 mL solvent, măsurat cu o seringă de 5 mL, pentru spălarea capilarelor în eprubetă etichetată **Solvent** în care se găsește o capilară.

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: 2-nitroacetofenona (din eprubeta **A**), 4-nitrobenzaldehida (din eprubeta **B**) și produsul (din eprubeta **C**). Sistemul de eluție utilizat este AcOEt : eter de petrol = 1 : 2 (disponibil pe masă comună), în volum de aproximativ 4 mL, măsurat cu seringă de 5 mL de pe masa personală. Vizualizarea plăcuțelor se face sub lampa UV, unde se marchează cu creionul spoturile observate.

! Plăcuța cromatografică se introduce în cea de-a doua pungă cu fermoar și se capsează în zona indicată pe foaia de concurs. Absența plăcuței conduce la neacordarea punctajului corespunzător experimentului de cromatografie.

C. Răspundeți la următoarele cerințe și întrebări

25 puncte

1. Scrieți formula de structură a compusului **X**
2. Determinați cantitățile de 4-nitrobenzaldehida și Na_2CO_3 utilizate în reacție, exprimate în mmoli și mg.
3. Calculați masa teoretică de produs de reacție exprimată în grame.
4. Reprezentați, pe foaia de concurs, prin desen rezultatul obținut la cromatografie (o copie a plăcuței cu spoturile observate).
5. Calculați R_f -urile pentru 2-nitroacetofenonă, 4-nitrobenzaldehidă și produsul de reacție.
6. Comentați evoluția reacției și puritatea produsului sintetizat analizând plăcuța cromatografică.

Se dau masele atomice: C-12, H-1, O-16, Na-23

**Comisia Centrală
a Olimpiadei Naționale de Chimie**

Notă: Timp de lucru 3 ore.

**Vă urează
Succes!**

Subiecte elaborate de:

Conf. Dr. Niculina Daniela Hădăde – Universitatea Babeș-Bolyai, Cluj-Napoca

Prof. Silvia Petrescu – Colegiul Național Nicolae Bălcescu, Brăila

Prof. Daniel Radu – Colegiul Economic Ion Ghica, Târgoviște

Prof. Ana Cristina Timotin – Complexul Educațional Laude-Reut, București

Prof. Iulia-Daniela Vlad – Liceul Teoretic Alexandru Ioan Cuza, Corabia