

Projekta numurs: 8.3.2.1/16/I/002

Nacionāla un starptautiska mēroga pasākumu īstenošana izglītojamo talantu attīstībai

KĪMIJAS 63. OLIMPIĀDES VALSTS POSMS

EKSPERIMENTĀLĀ KĀRTA

12. KLASE

Eksperimentālās kārtas laboratorijas darba uzdevums sastāv no 3 daļām:

- 1) Veikt vanādijs kompleksa sintēzi pēc dotā apraksta;
- 2) Pārbaudīt sintezētā vanādijs kompleksa spēju darboties kā katalizatoram oksidēšanas reakcijā, veicot aldehīda oksidēšanu;
- 3) Uzrakstīt prasītos reakciju vienādojumus, atbildēt teorētiskos jautājumus un noformēt laboratorijas darba protokolu.

1. VANĀDIJA KOMPLEKSA SINTĒZE

- 1.1. Iesver 100 ml koniskajā kolbā vanādijs pentoksīdu (0,8 g). Pievieno ūdeni (12 ml) un koncentrētu sālskābi (6 ml).
- 1.2. Maisot sildi 1.1. punktā iegūto suspensiju uz elektriskās plītiņas un siltam šķīdumam nelielās porcijās pievieno nātrijs sulfītu (1,8 gram).
Kādu krāsas maiņu novēro?
- 1.3. Kad nātrijs sulfīta pievienošana ir pabeigta, atdzesē šķīdumu līdz istabas temperatūrai.
- 1.4. Pievieno 1.3. punktā iegūtajam šķīdumam acetilacetonu (2,4-pentāndionu) (2,5 ml; 0.975 g/ml) un samaisi.
- 1.5. Enerģiski maisot, aptuveni 10 nelielās porcijās pievieno 1.4. punktā iegūtajam šķīdumam sausu nātrijs karbonātu (3,5 g). Darbojies uzmanīgi, jo šķīdums putosies. Šajā brīdī sāk parādīties nogulsnes. Kāda ir to krāsa?
- 1.6. Kad sauss nātrijs karbonāts ir pievienots, turpini bazificēt vidi ar piesātinātu nātrijs karbonāta ūdens šķīdumu tā, lai vides pH sasniegtu aptuveni 10. Nepieciešamais nātrijs karbonāta šķīduma tilpums var būt robežās no 3 līdz 20 ml.
- 1.7. Atdzesē 1.6. punktā iegūto maisījumu ledus vannā 15 minūtes. *Kamēr tas dzīst, sāk pildīt protokolu.* Filtrē iegūto auksto suspensiju uz Bihnera filtra. Nogulsnes uz filtra mazgā divas reizes ar aukstu ūdeni (katreiz 10 ml) un divas reizes ar aukstu etanolu (katreiz 2 ml).
- 1.8. Vielu žāvē žāvējamā skapī 60 °C 10-15 minūtes. *Kamēr viela žūst, turpini pildīt protokolu.*

2. ALDEHĪDA OKSIDĒŠANA

2.1. Iesver 1. darba daļā iegūto vanādija kompleksu (14 mg) pudelītē un izšķīdini 30% H₂O₂ ūdens šķīdumā (0,7 ml) (UZMANĪGI – KODĪGS !).*

Kādu krāsu maiņu novēro?

2.2. Divās pudelītēs iesver 4-hlorbenzaldehīdu (280 mg katrā) un izšķīdini acetonitrilā (etānnitrilā)** (2 ml).

2.3. Pievieno vienu no 2.2. punktā pagatavotajiem 4-hlorbenzaldehīda šķīdumiem pie 2.1. punktā pagatavotā vanādija kompleksa šķīduma. Samaisi, pudelīti sašūpojot. Turpini maisīšanu, laiku pa laikam pudelīti sašūpojot (Nr.1)

Otram benzaldehīda šķīdumam pievieno tikai 30% H₂O₂ ūdens šķīdumu (0,7 ml)*, bet nepievieno katalizatoru (Nr.2).

2.4. Reakcijas gaitā pudelītē Nr.1 pēc 5 minūtēm sāk parādīties oksidēšanas rezultātā iegūtā produkta nogulsnes. Turpini reakciju vismaz 30 min. Ja maisījums sakarsis, atdzesē to līdz telpas temperatūrai, ieliekot to uz brīdi auksta ūdens vannā. Filtrē iegūtās nogulsnes uz kroku filtra un noskalo tās ar acetonitrilu (3 reizes pa 1 ml). Pārnes iegūtās nogulsnes uz sausa filtrpapīra.

** - koncentrēts (30%) H₂O₂ ir ļoti kodīga viela. Obligāti jālieto cimdi. Nedrīkst pielaut H₂O₂ nonākšanu uz ādas.*

*** - acetonitrils (etānnitrils) ir organiskajā ķīmijā bieži izmantots šķīdinātājs ar formulu CH₃C≡N.*

2.5. Lietojot plānslāņa hromatogrāfijas metodi, salīdzini iegūto produktu ar izejvielu un produkta standartu.

Hromatogrāfija ir vielu maisījumu analīze un sadalīšana komponentos ***divfāzu sistēmā***, izmantojot organisko savienojumu dažādo sorbcijas spēju. Viena fāze ir ***nekustīgā fāze***, otra fāze ir ***kustīgā fāze***. Plānslāņa hromatogrāfijā nekustīgā fāze ir uznesta plānā slānī uz cietas virsmas, kustīgā fāze (eluentu) virzās tai cauri, nesot līdzī organiskās vielas ar dažādu ātrumu.

Darba gaita:

a) *Paraugu sagatavošana.*

- ***Standartvielas***, 4-hlorbenzaldehīdu (izejviela) un produkta standartu (2-3 mg) izšķīdina katru dotajā eluentā (1 ml)
- *Punktā 2.4. iegūto produktu* (2-3 mg) arī izšķīdina dotajā eluentā (1 ml)
- *Katrā šķīdumā ieliek savu kapilāru. Paraugus sanumurē.*
- *Reakcijas maisījumā pudelītē Nr.2 (no punkta 2.4.) arī ieliek kapilāru.*

b) *Sagatavo hromatogrāfijas plāksnīti un uznes paraugus (ir 4 paraugi).*

Uz hromatogrāfijas plāksnītes 5-6 mm attālumā no viena gala ar zīmuli novelk vieglu līniju (starta līniju). Uz tās ar zīmuli atzīmē paraugu uznešanas vietas un uzraksta paraugu numurus. Ar kapilāru katrā atzīmētajā vietā uznes savu paraugu un nožāvē šķīdinātāju. Jācenšas, lai aplītis neizplūstu, būtu pēc iespējas kompaktāks.

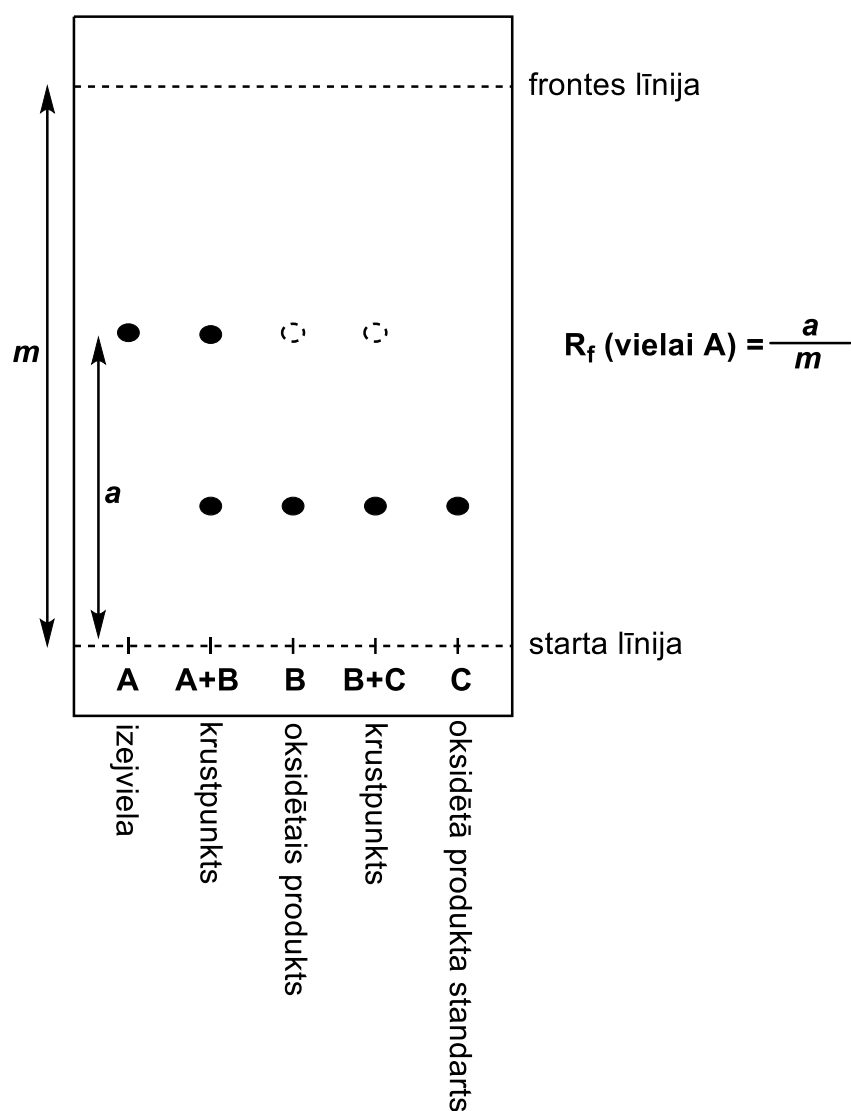
c) ***Eluēšana.*** *Plāksnīti ievieto traukā, kurā ieliets eluents: šajā gadījumā dihlormetāns, kurš satur 0.8% etiķskābi. Eluenta līmenim jābūt zemākam par starta līniju. Trauku noslēdz un ļauj šķīdinātājam kāpt uz augšu līdz gandrīz plāksnītes galam. Plāksnīti izņem un atzīmē eluenta frontes līniju.*

d) **Vizualizēšana.** Tā kā analizējamās vielas ir bezkrāsainas, vielu plankumi jāpadara redzami. Ir vairāki varianti. Vienkāršākais ir aplūkot plāksnīti UV gaismā. Analizējamās vielas satur aromātisko gredzenu, tāpēc absorbē UV starojumu, vielu plankumi kļūst redzami. Ar zīmulī apvelk to kontūras.

e) **Analīze.** Skaitliski katras vielas noieta attālumu raksturo ar koeficientu R_f . To nosaka, attālumu no starta punkta līdz plankuma centram (mm) dalot ar attālumu no starta punkta līdz frontes līnijai. Piemēram, vielai A $R_f = 0.56$, vielai B $R_f = 0.25$. Salīdzini vielu koeficientus R_f un plankumu intensitātes, izdari secinājumus.

Piezīme : 4-hlorbenzaldehīds var saturēt tā oksidēšanās produktu, kas rodas ilgstoši glabājot gaisa skābekļa klātbūtnē.

Plānslāņa hromatogrāfijas plāksnītes piemērs reakcijas maisījumam, kurš satur mazliet neizreagējušu izejvielu:





NACIONĀLAIS
ATTĪSTĪBAS
PLĀNS 2020



EIROPAS SAVIENĪBA
Eiropas Sociālais
fonds

atbalsts
izcilībai

IEGULDĪJUMS TAVĀ NĀKOTNĒ

Projekta numurs: 8.3.2.1/16/I/002

Nacionāla un starptautiska mēroga pasākumu īstenošana izglītojamo talantu attīstībai
ĶĪMIJAS 63. OLIMPIĀDES VALSTS POSMS
EKSPERIMENTĀLĀ KĀRTA
12. KLASE

VĀRDS, UZVĀRDS

3. EKSPERIMENTĀLĀS KĀRTAS PROTOKOLS

Elements vanādijs ir nosaukts par godu senskandināvu mīlestības un skaistuma dievietei *Vanadis*. Vanādijs raksturīgas vairākas oksidēšanas pakāpes (0, 2, 3, 4, 5), un tās pārstāvošiem savienojumiem ir skaisti izteiktas atšķirīgas krāsas.

Vanādija sāļiem ūdens šķīdumos ir raksturīgi veidot oksovanādija jonus, kuru raksturīgā formula ir $[\text{VO}_m]^{n+}$. Tātad papildus V^{2+} , V^{3+} , V^{4+} , V^{5+} joniem eksistē VO_2^+ , VO^{2+} , VO^+ , kas ūdens šķīdumos ir pat stabilāki.

Savukārt acetilacetons ir vāja skābe, kura pK_a ūdens šķīdumos ir ~ 9 (salīdzinājumam: fenola pK_a ūdens šķīdumā ir 9,8).

Lūdzu aizpildi protokola sagatavi:

<p style="text-align: center;">1. VANĀDIJA KOMPLEKSA SINTĒZE</p> <p><u>Novērojumi:</u></p> <p>Iegūtā vanādija kompleksa masa pirms žāvēšanas : _____ g</p> <p>Iegūtā vanādija kompleksa masa pēc žāvēšanas : _____ g</p>	Vērtējums (6 p)
---	--------------------

Jautājumi:

<p>1.1. Skatoties uz šķīduma krāsu, kāda oksidēšanas pakāpe ir vanādija savienojumam pēc izejvielas apstrādes ar Na_2SO_3 ?</p>	Vērtējums (1 p)
--	--------------------

<p>1.2. Uzraksti un vienādo reakcijas vienādojumu</p> <p>$V_2O_5 + Na_2SO_3 + HCl \rightarrow$</p>	<p>Vērtējums (4 p)</p>
---	----------------------------

<p>1.3. Kas notiek ar acetilacetonu ūdens šķīdumā pievienojot Na_2CO_3 ? Uzraksti reakcijas vienādojumu !</p>	<p>Vērtējums (1 p)</p>
--	----------------------------

<p>1.4. Iesaki vanādija kompleksa struktūru. Zināms, ka oksidēšanas reakcijā lietotais katalizatora iesvars 14 mg apmērā ir 2.65 mol% no lietotā 4-hlorbenzaldehīda 280 mg iesvara un ka katalizatora sintēzes gaitā acetilacetons ir lietots mazliet pārākumā.</p> <p>Parādi aprēķinu un uzzīmē kompleksa struktūru.</p>	Vērtējums (4 p)
---	--------------------

<p>1.5. Aprēķini vanādija kompleksa sintēzes iznākumu (% no teorētiskā iznākuma) !</p>	Vērtējums (2 p)
--	--------------------

2. ALDEHĪDA OKSIDĒŠANA

Novērojumi un secinājumi par aldehīda oksidēšanas procesu ar un bez katalizatora piedevas:

Vērtējums
(6 p)

Jautājumi:

<p>2.1. Uzraksti 4-hlorbenzaldehīda oksidēšanas reakcijas vienādojumu un aprēķini teorētisko šīs reakcijas produkta masu !</p>	<p>Vērtējums (3 p)</p>
--	----------------------------

<p>2.2. Pārzīmē šeit plānslāņa hromatogrāfijas ainu un parādi 4-hlorbenzaldehīda un iegūtā produkta R_f aprēķinu. Ko var secināt no iegūtā plānslāņa hromatogrāfijas rezultāta ?</p>	<p>Vērtējums (3 p)</p>
---	----------------------------

2.3.(BONUS PUNKTS)

Iesaki vanādija katalizatora darbības mehānismu 4-hlorbenzaldehīda oksidēšanas reakcijā, ja zināms, ka vanādijs var veidot peroksi-kompleksus.

Vērtējums
(1 p)