

**2003/2004 õa keemiaolümpiaadi**  
**LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ**  
**9. klass**

**Naatriumhüdrosiidi massi määramine**  
**tiitrimisel  $H_2SO_4$  lahusega**

Koonilises kolvis olev kontroll-lahus viige üle  $100\text{ cm}^3$  mõõtekolbi. Koonilist kolbi loputage vähemalt kolm korda väikese hulga destilleeritud veega. Loputusvesi kandke üle mõõtekolbi. Seejärel täitke mõõtekolb destilleeritud veega kriipsuni, sulgege korgiga ja segage lahust hoolikalt kontsentratsiooni ühtlustumiseni.

Tiitrimiseks pipeteerige  $10,00\text{ cm}^3$  uuritavat lahust tiitrimiskolbi ja lisage 2-3 tilka indikaatorit – fenoolftaleiini lahust.

Bürett täitke kindla kontsentratsiooniga väävelhappe lahusega ja märkige protokollis lahuse algnivoo lugem. Tiitrimiseks lisage büretist aeglaselt tiitrimiskolbi happe lahust, samal ajal kolvi sisu pidevalt segades. Tiitrimise lõpu fikseerib lahuse roosa värvuse muutus värvituks. Kirjutage üles büreti lugem.

Korrake tiitrimist seni, kuni saate vähemalt kolm lubatud katsevea (erinevus mitte rohkem kui  $0,05\text{ cm}^3$ ) piires kokkulangevat tulemust. Edasisteks arvutusteks kasutage nende kolme tiitrimise alusel kulunud  $H_2SO_4$  lahuse ruumalade keskmist väärtust.

Kulunud  $H_2SO_4$  ruumala järgi arvutage NaOH lahuse molaarne kontsentratsioon ja kontroll-lahuses olnud NaOH mass. Vastus andke grammides nelja tüvenumbriga.

**Tähelepanu:** Enne järgnevat lahuse pipeteerimist loputage tiitrimiskolbi paar korda destilleeritud veega. Pipetiga vedeliku mõõtmisel peab selle nivoo alumine kaar puudutama mõõtekriipsu. Tühjendamisel peab pipeti ots olema vastu kolvi seinat ja jääma sellesse asendisse pärast pipeti tühjenemist veel umbes 10 sekundiks. Kui büreti täitmiseks kasutate lehtrit, eemaldage see enne, kui fikseerite lahuse algnivoo. Kontrollige, et büreti alumises osas ei oleks õhumulle.

**2003/2004 õa keemiaolümpiaadi  
LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ**

**10. klass**

**Oblikhape ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ ) massi määramine  
permanganatomeetrilisel tiitrimisel**

Viige kaaluklaasis olev tahke  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  leetri ja klaaspulga abil  $100\text{ cm}^3$  mõõtekolbi. Aine kvantitatiivse ülekandmise tagamiseks loputage kaaluklaasi vähemalt kolm korda väikeste hulkade ( $\sim 2\text{-}3\text{ ml}$ ) destilleeritud veega, kandes loputusvee kogused üle mõõtekolbi. Lahustage täielikult tahke aine ja alles seejärel täitke mõõtekolb destilleeritud veega kriipsuni. Lahuse kontsentratsiooni ühtlustamiseks on tarvis kolvi sisu hoolikalt segada.

Bürett täitke  $KMnO_4$  lahusega, mille kontsentratsioon on teada.

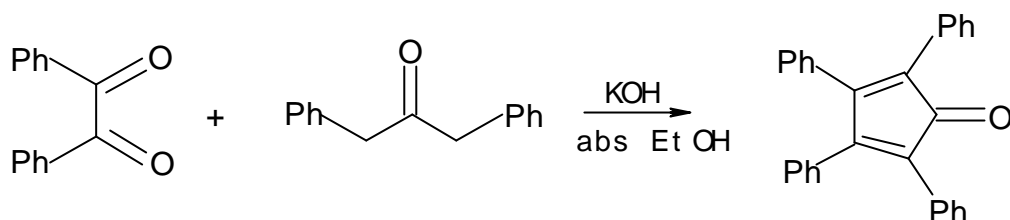
Tiitrimise alustamiseks pipeteerige esmalt automaatpipetiga  $5,00\text{ cm}^3$   $KMnO_4$  lahust koonilisse kolbi, lisage  $10,00\text{ cm}^3$  uuritavat oblikhappe lahust ja  $7\text{-}8\text{ cm}^3$   $1:4$  lahjendatud  $H_2SO_4$  lahust. Reaktsiooni kiiruse tõstmiseks manustage  $10\text{-}15$  tilka  $MnSO_4$  lahust. Seejärel sojendage lahust elektripliidil, mis on samuti vajalik reaktsiooni kiiruse tõstmiseks. Tiitrimise vältel segage lahust pidevalt. Tiitrige kuni lillakas-roosa värvus jääb püsima  $20$  sekundiks. Tiitrimist korrake seni, kuni vähemalt kolmes katses kulunud  $KMnO_4$  lahuse ruumalad ei erine üle  $0,05\text{ cm}^3$ .

Kirjutage reaktsiooni võrrand. Kokkulangevatest tulemustest arvutage tiitrimiseks kulunud  $KMnO_4$  lahuse keskmine ruumala ja kaaluklaasis olnud  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  mass grammides nelja tüvenumbriks.

2003/2004 õa keemiaolümpiaadi  
LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

11. ja 12. klass

Tetrafenüülsüklopentadienooni süntees



Reagendid ja sünteesi aparatuur

200 mg bensiiili kaalumispaberil

200 mg dibensüülketooni kaalumispaberil

Absoluutne etanool (3 ml korgiga suletud katseklaasis, märgistatud **abs EtOH**)

1,8 M KOH lahus absoluutses etanoolis (0,5 ml süstlaga varustatud eppendorfis, märgistatud **KOH**)

95% etanool sademe eraldamiseks (10 ml katseklaasis märgistatud **EtOH**)

Tolueeni–95% etanooli 1:1 segu ümberkristallimiseks (5 ml katseklaasis, märgistatud **PhMe/EtOH**)

Destilleeritud vesi (2 pesupudelit kõikide võistlejate jaoks)

Jää (kõikide võistlejate jaoks)

Ümarkolb 10 ml

Kern (kasutamiseks õhkJahutina)

Pasteuri pipett

Spaatel

Kuumutusplaadiga magnetsegaja

Magnetsegaja pulk

Klaasfilter

Statiiv

Petri tass kaalumiseks

Kaalumispaber

Vaakumfiltrimiseseade (2 võistleja peale)

Planaarkromatograafia vahendid

Kaanega voolutusnõu

Silikageeliplaat

Kapillaar

Pintsetid

Eppendorf saaduse lahuse valmistamiseks

Pasteuri pipett

Vooluti heksaan/EtOAc 6:1 (ühine kõikide võistlejate jaoks)

UV-lamp (ühine kõikide võistlejate jaoks)

Joonlaud

Harilik pliats

## **Sünteesi eeskiri**

Kinnitage ümarkolb statiivi külge. Asetage kolbi 200 mg bensiili, 200 mg dibensüülketooni, magnetsegaja pulk ja 1,5–2,0 ml absoluutset etanooli. Lülitage segaja sisse ning kuumutage, kuni kõik ained on lahustunud. Tõstke temperatuuri ettevaatlikult, kuni etanool hakkab kerni otsast kolbi tagasi tilkuma. Lisage süstlaga tilkhaaval läbi kerni ca 0,3 ml KOH lahust absoluutses etanoolis. 15 minuti möödumisel lülitage küte välja, jahutage reaktsioonisegu toatemperatuurini ja seejärel 5 minutit jäävannis. Eraldage sade vaakumfiltrimise teel.

Loputage ka ümarkolb 95% etanooliga. Paigutage spaatli ja kaalumispaberi abil saadus pestud ümarkolbi tagasi. Asetage sinna ka magnetsegaja pulk. Ümberkristalliseerige saadus tolueni–95% etanooli segus. Eraldage kristallid vaakumfiltrimisel. Peske neid minimaalse koguse 95% etanooliga. Asetage kristallid Petri tassile ja laske neil kuivada õhu käes. Kaaluge saadus.

## **Planaarkromatograafia (TLC)**

Kui mingil põhjusel ei õnnestunud soovitud aine süntees, siis küsige seda TLC jaoks juhendajalt. Lahustage mõned kristallid ainet eppendorfis ca 0,25 ml voolutis. Kandke vajalik kogus saadud lahust kapillaariga TLC plaadile. Voolutage plaati ja kuivatage seejärel õhu käes. Vaadeldage plaati UV lambi all. Märkige plaadil pliatsiga oma saaduse laigu piirjooned.

## Экспериментальная работа III тура олимпиады по химии 2003/2004 уч. г.

### 9 класс

#### Определение массы гидроксида натрия титрование раствором $H_2SO_4$

Находящийся в конической колбе контрольный раствор перенесите в мерную колбу объемом  $100\text{ см}^3$ . Коническую колбу ополосните по крайней мере три раза небольшим количеством дистиллированной воды и добавьте эту воду в мерную колбу. После этого заполните колбу дистиллированной водой до метки, закройте пробкой и тщательно перемешайте для выравнивания концентрации.

Для титрования отпипетируйте  $10,00\text{ см}^3$  исследуемого раствора в колбу для титрования и прибавьте 2-3 капли индикатора – раствора фенолфталеина.

Заполните бюретку раствором серной кислоты с известным значением концентрации и запишите в протокол начальный уровень раствора в бюретке. Из бюретки раствор кислоты медленно прибавляйте в колбу для титрования. Во время титрования раствор в колбе нужно постоянно перемешивать. Конец титрования фиксируется по моменту изменения окраски раствора от розового до бесцветного. Запишите уровень раствора в бюретке.

Титрование нужно делать до тех пор, пока не получите три совпадающих в пределах разрешенной ошибки результата (разница может быть не больше, чем  $0,05\text{ см}^3$ ). Для дальнейших расчетов используйте среднее значение объема израсходованного раствора  $H_2SO_4$ , полученное в трех параллельных опытах.

По объему израсходованного раствора  $H_2SO_4$  рассчитайте молярную концентрацию NaOH и массу NaOH в контрольном растворе. Ответ дайте в граммах с точностью до четырех значащих цифр.

#### **Внимание:**

Перед пипетированием следующей порции раствора ополосните коническую колбу пару раз дистиллированной водой.

При измерении объема жидкости пипеткой уровень жидкости фиксируют по его нижней точке дуги.

При выпуске раствора из пипетки ее конец должен касаться внутренней стенки сосуда и после опорожнения пипетки оставаться в таком положении еще на 10 секунд.

Если для заполнения бюретки пользуетесь воронкой, то ее нужно убрать до фиксации начального уровня жидкости. В нижней части бюретки не должно быть пузырька воздуха.

## Экспериментальная работа III тура олимпиады по химии 2003/2004 уч. г.

10 класс

### Определение массы щавелевой кислоты ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ ) перманганатометрическим титрованием

Находящуюся в бюксе навеску твердой  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  с помощью воронки и стеклянной палочки перенесите в мерную колбу объемом  $100 \text{ см}^3$ .

Для того, чтобы вещество перенести количественно, ополосните бюксу по крайней мере три раза небольшим количеством ( $\sim 2-3$  мл) дистиллированной воды и добавьте эту воду в мерную колбу.

Полностью растворите твердое вещество и только после этого заполните колбу дистиллированной водой до метки, закройте пробкой и тщательно перемешайте для выравнивания концентрации.

Заполните бюретку раствором  $KMnO_4$ , концентрация которого известна.

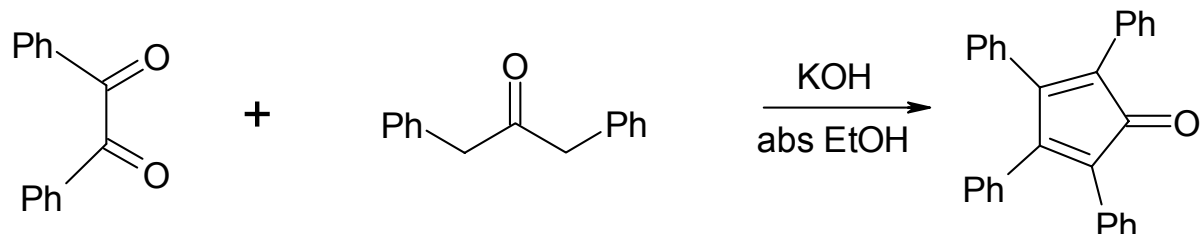
Для начала титрования сначала в коническую колбу отпипетируйте автоматической пипеткой  $5,00 \text{ см}^3$  раствора  $KMnO_4$ , прибавьте  $10,00 \text{ см}^3$  изучаемого раствора щавелевой кислоты и  $7-8 \text{ см}^3$  разбавленного 1:4 раствора  $H_2SO_4$ .

Для повышения скорости реакции добавьте 10-15 капель раствора  $MnSO_4$ . Затем нагрейте раствор на электрической плитке, что тоже необходимо для повышения скорости реакции. Во время титрования раствор нужно постоянно перемешивать. Титруйте до тех пор, пока лилово-розовая окраска будет оставаться на 20 секунд. Титрование нужно делать до тех пор, пока по крайней мере в трех параллельных опытах объемы прибавленного из бюретки раствора  $KMnO_4$  будут различаться не больше, чем на  $0,05 \text{ см}^3$ .

Напишите уравнение реакции. Из совпадающих результатов титрования рассчитайте среднее значение объема израсходованного на титрование раствора  $KMnO_4$  и массу (в граммах) находившейся в бюксе  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  с точностью до четырех значащих цифр.

Экспериментальная работа III тура олимпиады по химии 2003/2004 уч. г.  
11–12 класс

Синтез тетрафенилциклопентадиенона



Реагенты и аппаратура для синтеза

200 мг бензила на бумаге для взвешивания

200 мг дибензилкетона на бумаге для взвешивания

Абсолютный этанол (3 мл в закрытой пробирке, обозначенной **abs EtOH**)

1,8 М раствор KOH в абсолютном этаноле (в эппендорфе, снабжённом шприцом и обозначенный **KOH**)

95% этанол для выделения осадка (10 мл в пробирке, обозначенной **EtOH**)

Смесь толуол–95% этанол в соотношении 1:1 для перекристаллизации (5 мл в пробирке, обозначенной **PhMe/EtOH**)

Круглодонная колба 10 мл

Пипетка Пастера

Керн (используется как воздушный холодильник)

Палочка магнитной мешалки

Магнитная мешалка с нагревательной плиткой

Шпатель

Стеклянный фильтр

Аппаратура для вакуумного фильтрования (1 комплект на двоих)

Фольга для повышения эффективности нагревания

Бумага для взвешивания

Чашка Петри для взвешивания

Дистиллированная вода (2 промывалки на всех участников)

Лёд (на всех участников)

Штатив

## **Средства для планарной хроматографии**

Сосуд для элюирования с крышкой

Силикагельная пластинка

Капилляр

Пинцет

Эппендорф для приготовления раствора продукта

Пипетка Пастера

Элюент гексан/EtOAc 6:1 (один сосуд на всех участников)

УФ-лампа (одна на всех участников)

Линейка

Карандаш

## **Методика синтеза**

Прикрепите колбу к штативу. В колбу перенесите 200 мг бензила, 200 мг дибензилкетона, добавьте 1,5–2,0 мл абсолютного этанола, положите палочку магнитной мешалки. Включите мешалку и начните нагревать, подождите, пока всё не растворится. Осторожно повысьте температуру, так чтобы этанол начал медленно капать из керна обратно в реакционную колбу, и добавьте шприцом 0,3 мл раствора KOH в абсолютном этаноле. Через 15 минут выключите нагревание, охладите смесь до комнатной температуры, а затем в ледяной ванне 5 минут и выделите осадок фильтрованием.

Ополосните круглодонную колбу 95% этанолом. При помощи шпателя и бумаги для взвешивания перенесите свой продукт в промытую колбу. Поместите туда палочку магнитной мешалки. Перекристаллизуйте продукт из смеси толуол–95% этанол в соотношении 1:1. Отделите кристаллы вакуумным фильтрованием. Промойте их минимальным количеством 95% этанола. Поместите кристаллы в чашку Петри и дайте им высохнуть на воздухе. Взвесьте продукт.

## **Планарная хроматография (TLC)**

Если по каким-либо причинам Вам не удалось получить продукт, то Вы можете попросить небольшое количество для хроматографии у руководителя. В эппендорфе растворите несколько кристаллов продукта в ~0,25 мл элюэнта. Нанесите нужное количество полученного раствора капилляром на пластинку TLC. Проведите элюирование пластинки, после этого высушите ее на воздухе и рассмотрите под УФ-лампой. Карандашом обведите пятно своего продукта на пластинке.