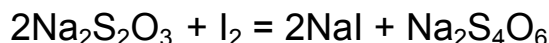


2004/2005 õa keemiaolümpiaadi
LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ
9. ja 10. klass

Naatriumtiosulfaadi jodomeetriline tagasitiitrimine



Kandke kaaluklaasis olev naatriumtiosulfaat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) lehtri ja klaaspulga abil üle 100 cm^3 mõõtekolbi. Et tagada aine kadudeta ülekandmine, loputage kaaluklaasi vähemalt kolm korda väikeste koguste (2-3 ml) destilleeritud veega, mis valage mõõtekolbi. Täitke mõõtekolb umbes pooleni ja loksutage ettevaatlikult, kuni sool on lahustunud. Seejärel täitke see kriipsuni, sulgege korgiga ja segage hoolikalt kontsentratsiooni ühtlustumiseni.

Tiitrimiseks pipeteerige $10,0 \text{ cm}^3$ naatriumtiosulfaadi lahust koonilisse kolbi, lisage $25,0 \text{ cm}^3$ $5,00 \cdot 10^{-3} \text{ M}$ I_2 lahust, katke kolvi avaus kilega ja jätke seisma umbes 5 minutiks.

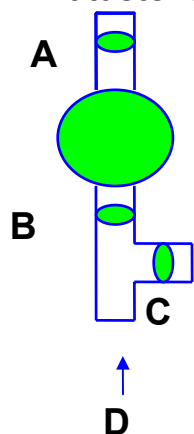
Bürett täitke teadaoleva kontsentratsiooniga naatriumtiosulfaadi lahusega ja märkige protokollis lahuse algnivoo lugem.

Tiitrimislahust lisage uuritavale lahusele aeglaselt, kolbi pidevalt loksutades. Õlgkollase värvuse saabumisel lisage 1-2 cm^3 tärkliselahust. Jätkake tiitrimist, kuni tumesinine lahus muutub värvituks. Tiitrimise lugem püüdke määrata $0,02 \text{ cm}^3$ täpsusega.

Tiitrimist korrake seni, kuni vähemalt kolmes paralleelkatses kulunud $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ lahuse ruumalad ei erine üle $0,05 \text{ cm}^3$. Kokkulangevatest tulemustest arvutage tiitrimiseks kulunud lahuse keskmine ruumala.

$$M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 248,2 \text{ g}$$

Arvutuste lõpptulemus andke 4 tüvenumbriga!



Pipetipumba kasutamine

1. Avame sulguri **A** ja vajutame pumbast õhu välja. Sulguri **A** sulgemisel jääb pompa vaakum.
2. Asetame mahtpipeti avasse **D**.
3. Asetame mahtpipeti mõõtekolvis olevasse lahusesse, avame sulguri **B** ja täidame vaakumi jõul pipeti lahusega. Kui vedeliku tase jõuab märgist paar sentimeetrit kõrgemale, sulgeme sulguri **B**. Alles seejärel võtame pipeti kolvist välja.
4. Sulguri **C** ettevaatliku avamise ja sulgemisega laseme vedeliku meniski täpselt kriipsu peale.
5. Asetame pipeti koonilisse kolbi nõnda, et pipett toetuks kolvi seinale vastu. Avame sulguri **C** ja laseme vedelikul pipetist välja voolata.

Tähelepanu! Pumpa hoidke nii, et vedelik sinna sisse ei pääseks.

Osavõtja kood

Kaaluklaasi nr

Esitage:

1. Tiitrimiseks kulunud $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ lahuse ruumala milliliitrites
(3 kokkulangeva katse keskmine)

Katse number	I	II	III	IV	V	Keskmine
Lahuse lõppnivoo büretis						
Lahuse algnivoo büretis						
Tiitrimiseks kulunud $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ lahuse ruumala (cm^3)						

2. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ lahuse molaarse kontsentratsiooni arvutus.

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$

3. Kaaluklaasis olnud $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ massi arvutus (grammides 4 tüvenumbriga)

$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$

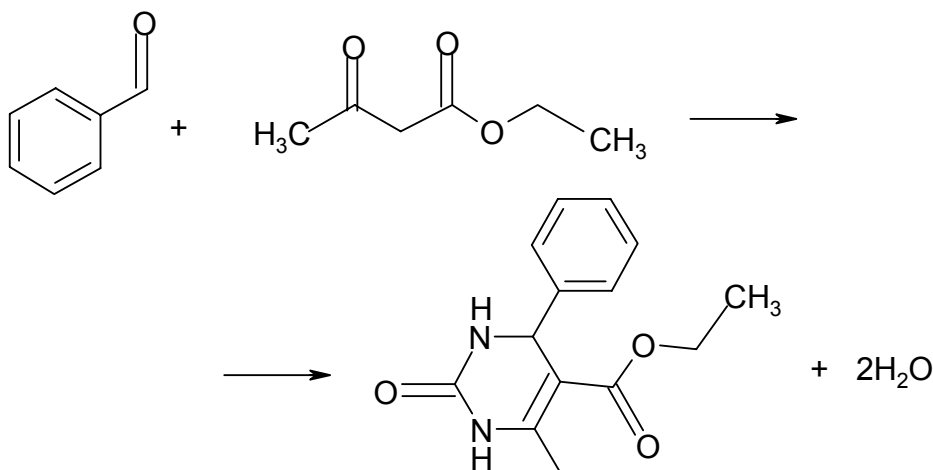
2004/2005 õa keemiaolümpiaadi
LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ
11. ja 12. klass

Biginelli reaktsioon

Sissejuhatus

Tänapäeval on mitmesuguste bioloogiliselt aktiivsete ainete efektiivseks sünteesiks võetud kasutusele nn multikomponentsed sünteesimeetodid. Selliste meetodite tüüpilisteks näideteks on Biginelli reaktsioon, Ugi reaktsioon ja mitmed teised.

Käesolevas töös tuleb Teil valmistada 3,4-dihüdropürimidinooni derivaat, mille süntees kulgeb vastavalt järgmisele võrrandile:



Eeskiri

Kinnitage 10 milliliitrine kolb statiivi külge ja viige plastiksüstalde abil sinna 0,25 ml (2,5 mmol) bensaldehüüdi, 0,49 ml (3,8 mmol) atsetoäädikhappe etüülestrit, 150 mg (2,5 mmol) Teile valmiskaalutud ureat ning 1 ml etanooli. Pange magnetsegaja pulk kolbi, asetage kolvile lihviga varustatud toru õhkjahutiks ja asetage see magnetsegajale mõne millimeetri kõrgusele segajaplaadist.

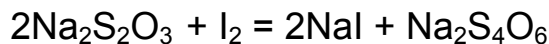
Ettevaatust! Magnetsegaja plaat on kuumutatud ca 90-100 °C.

Käivitage segaja, katke kolb fooliumiga ning kuumutage reaktsioonisegu segades 1-1,5 tundi. Seejärel lülitage magnetsegaja välja, nihutage kolb koos statiiviga magnetsegajalt kõrvale ning jahutage reaktsioonisegu jääveega 0 °C-ni (ca 10 min). Filtrige eraldunud sade ning peske seda 2-4 ml jäävees jahutatud etanooliga. Eemaldage sade filtrilt spaatli abil Petri tassile, laske sademel kuivada 15 minutit ning seejärel kaaluge. Petri tassi mass on toodud kleebisel.

Arvutage teoreetiline saagis ja Teie poolt tehtud sünteesi saagise protsent.

Экспериментальная работа III тура олимпиады по химии 2004/2005 уч. г.
9 и 10 класс

Иодометрическое определение тиосульфата натрия обратным титрованием



Находящуюся в бюксе навеску тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) с помощью воронки и стеклянной палочки перенесите в мерную колбу объемом 100 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. Заполните мерную колбу примерно до половины и осторожно перемешайте, пока соль не растворится. После этого заполните колбу дистиллированной водой до метки, закройте пробкой и тщательно перемешайте для выравнивания концентрации.

Для титрования отпипетируйте в коническую колбу $10,0 \text{ см}^3$ раствора тиосульфата натрия, прибавьте $25,0 \text{ см}^3$ $5,00 \cdot 10^{-3} \text{ М}$ раствора I_2 , закройте отверстие колбы пленкой и оставьте стоять примерно на 5 минут.

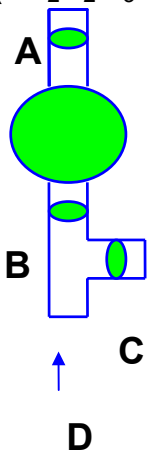
Заполните бюретку раствором тиосульфата натрия известной концентрации и запишите в протокол точное значение начального уровня раствора.

Раствор из бюретки прибавляйте к исследуемому раствору медленно, непрерывно перемешивая раствор в колбе. При получении соломенно-желтой окраски прибавьте $1-2 \text{ см}^3$ раствора крахмала. Продолжите титрование до тех пор пока темно-синий раствор не станет бесцветным. Постарайтесь определить значение уровня раствора в бюретке с точностью до $0,02 \text{ см}^3$.

Титрование нужно делать до тех пор, пока по крайней мере в трех параллельных опытах объем израсходованного раствора $\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3$ будет различаться меньше, чем на $0,05 \text{ см}^3$.

Из совпадающих результатов титрования рассчитайте среднее значение объема израсходованного на титрование раствора.

$M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 248,2 \text{ г}$ Ответ дайте с точностью до **четырёх** значащих цифр.



Использование насоса для пипетки

1. Откроем зажим **A** и выдавим воздух из насоса. При закрытии зажима **A** в насосе остается вакуум.
2. Поместите объемную пипетку в отверстие **D**.
3. Поместите объемную пипетку в раствор, находящийся в мерной колбе, откройте зажим **B** и заполним пипетку раствором с помощью вакуума. Когда уровень жидкости будет на пару сантиметров выше уровня метки, закроем зажим **B**. Только после этого вынем пипетку из колбы.
4. Осторожно открывая и закрывая зажим **C** доведем мениск уровня раствора до метки.
5. Поместите пипетку в коническую колбу таким образом, чтобы пипетка касалась стенки колбы. Откроем зажим **C** и дадим жидкости вытечь из пипетки.

Внимание! Насос держать таким образом, чтобы жидкость в него не втекала.

Код участника.

Номер бюксы.

Напишите:

1. Значение объема израсходованного на титрование раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в миллилитрах (среднее значение по трем совпадающих опытов)

Номер опыта	I	II	III	IV	V	Среднее значение
Конечный уровень раствора в бюретке						
Начальный уровень раствора в бюретке						
Объем израсходованного на титрование раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (cm^3)						

2. Расчет молярной концентрации раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$

3. Расчет массы $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, находившегося в бюксе (в граммах с точностью до четырех значащих цифр)

$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$

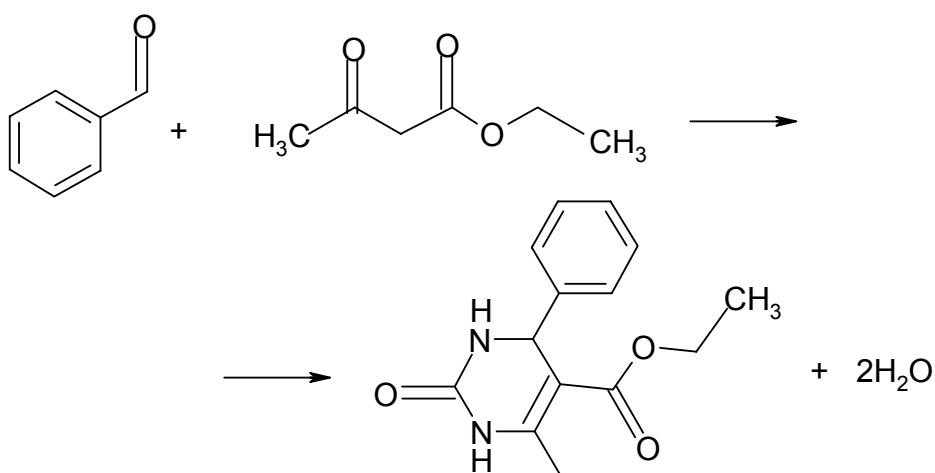
**Экспериментальная работа III тура олимпиады по химии
2004/2005 уч. г.
11–12 класс**

Реакция Бигинелли

Введение

В настоящее время для эффективного синтеза многих биологически активных веществ используются так называемые мультикомпонентные методы синтеза. Их типичными примерами являются реакция Бигинелли, реакция Уги и многие другие.

В данной работе Вам предстоит получить производное 3,4-дигидропиримидинона, синтез которого протекает по следующему уравнению.



Методика

Прикрепите 10 мл колбу к штативу и при помощи пластмассового шприца поместите в нее 0,25 мл (2,5 ммоль) бензальдегида, 0,49 мл (3,8 ммоль) этилового эфира ацетоуксусной кислоты, 150 мг (2,5 ммоль) взвешенного карбамида и 1 мл этанола. Поместите палочку магнитной мешалки в колбу и трубку со шлифом на колбу сверху в качестве воздушного холодильника, установите колбу на высоте нескольких миллиметров над плиткой магнитной мешалки.

Осторожно! Плитка магнитной мешалки нагрета до ~ 90-100 °С.

Включите мешалку, закройте колбу фольгой и нагревайте реакционную смесь 1-1,5 часа. Затем выключите мешалку, отодвиньте колбу со штативом от мешалки и охладите ее ледяной водой до 0 °С (примерно 10 мин). Выделите осадок фильтрованием и промойте его 2-4 мл этанола, заранее охлажденного льдом. Отделите осадок с фильтра при помощи шпателя на чашку Петри, сушите его на воздухе 15 мин и взвесьте. Масса чашки Петри приведена на этикетке.

Вычислите теоретический выход и выход (в %) полученного Вами продукта.