

2005/2006 õa keemiaolümpiaadi
LÖPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

9. klass

**Fe(II)ioonide kontsentratsiooni määramine
permanganatomeetrilisel tiitrimisel**



Fe(II)ioonide kontsentratsiooni määramiseks vajalik proov on kaalutud 100 cm³ mõõtekolbi. Sinna on lisatud ka 20 cm³ 2 M väävelhapet ja 8 cm³ 2 M fosforhapet. Väävelhape on vajalik selleks, et redoksreaktsioon kulgeks vastavalt ülaltoodud reaktsioonivõrrandile. Fosforhape maskeerib reaktsioonil tekkivate Fe(III)-ioonide kollaka värvuse.

Kontrollige, kas sool on täielikult lahustunud. Kui ei ole, siis loksutage lahust ettevaatlikult ja seejärel täitke mõõtekolb destilleeritud veega kriipsuni. Lahuse kontsentratsiooni ühtlustamiseks on tarvis kolvi sisu hoolikalt segada. Tiitrimise alustamiseks pipeteerige 10,00 cm³ uuritavat lahust koonilisse kolbi (kasutades pipetipumpa).

Bürett on täidetud teadaoleva kontsentratsiooniga KMnO₄ lahusega. Enne tiitrima asumist kontrollige, et büreti alumises osas ei oleks õhumulle. Fikseerige lahuse tase näit lahuse meniski ülemise ääre järgi.

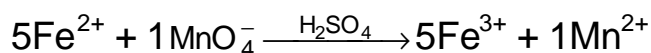
Tiitrimise vältel segage lahust pidevalt. Tiitrite, kuni lillakas-roosa värvus jääb püsima 20 sekundiks. Tiitrimist korrake seni, kuni vähemalt kolmes katses kulunud KMnO₄ lahuse ruumalad ei erine üle 0,05 cm³.

Tähelepanu: Pipetiga vedeliku mõõtmisel peab selle tase alumine kaar puudutama mõõtekriipsu. Tühjendamisel hoidke pipeti ots vastu kolvi seina ja jätke sellesse asendisse pärast pipeti tühjenemist veel umbes 10 sekundiks. Enne järgnevat lahuse pipeteerimist loputage tiitrimiskolbi paar korda destilleeritud veega. Kui büreti täitmiseks kasutate lehtrit, eemaldage see enne, kui fikseerite lahuse algnivoo näidu.

**2005/2006 õa keemiaolümpiaadi
LÖPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ**

10. klass

**Permanganatomeetriline Fe(II)ioonide molaarse kontsentratsiooni ja
Mohri soola massi määramine**

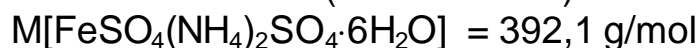


Fe(II)ioonide kontsentratsiooni määramiseks puistake kaaluklaasis olev tahke sool lehtri abil 100 cm³-sse mõõtekolbi. Selleks, et oleks tagatud aine kadudeta ülekandmine, loputage kaaluklaasi vähemalt kolm korda väikese hulga (~3 cm³) destilleeritud veega ja viige need kogused üle mõõtekolbi (kasutage klaaspulka). Kolb täitke umbes poolest saadik destilleeritud veega, seejärel lisage 20 cm³ 2 M H₂SO₄ lahust ja 8 cm³ 2 M H₃PO₄ lahust. Väävelhape on vajalik selleks, et redoksreaktsioon kulgeks vastavalt ülaltoodud reaktsioonivõrrandile. Fosforhape maskeerib reaktsioonil tekkivate Fe(III)-ioonide kollaka värvuse. Peale hapete lahuste lisamist loksutage lahust soola lahustumiseni. Nüüd täitke mõõtekolb destilleeritud veega mõõtekriipsuni ja segage lahuse kontsentratsiooni ühtlustumiseni.

Tiitrimiseks pipeteerige (kasutades pipetipumpa!) 10,00 cm³ uuritavat lahust koonilisse kolbi.

Bürett on täidetud teadaoleva kontsentratsiooniga KMnO₄ lahusega. Enne tiitrima asumist fikseerige lahuse tase näit lahuse meniski ülemise ääre järgi. Tiitrimislahust lisage uuritavale lahusele aeglaselt, pidevalt segades, kuni nõrga roosa värvuse püsijäämiseni.

Paralleelkatsetes büretist lisatud lahuse ruumalad ei tohiks erineda üle 0,05 cm³. Kokkulangevatest tiitrimistulemustest arvutage tiitrimiseks kulunud keskmine KMnO₄ ruumala ja selle kontsentratsiooni järgi Fe(II)ioonide molaarne kontsentratsioon mõõtekolvis (4 tüvenumbrit) ja kaaluklaasis olnud Mohri soola mass (3 tüvenumbrit).



2005/2006 õa keemiaolümpiaadi LÖPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

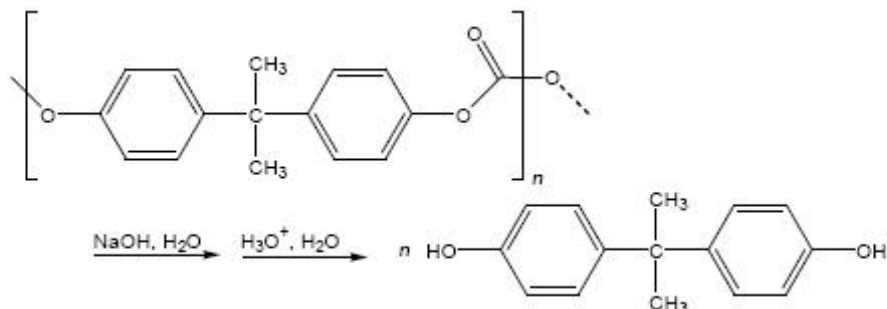
11. ja 12. klass

Orgaaniline süntees säästva keemia teenistuses

Sissejuhatus

Maailmas toodetakse aastas väga suurel hulgal CD-plaate, mis põhiosas koosnevad polükarbonaadist. Samas muutub väga suur hulk neid plaate mitmetel põhjustel pidevalt kasutuskõlbmatuteks. Kuna CD-de valmistamiseks on summarselt kasutatud palju materjali, siis on seda võimalik uuesti kasutusele võtta ja sellega vähendada mitmesuguseid keskkonna saastamise probleeme.

Käesolevas praktilises töös avaneb teil suurepärane võimalus teostada esimene etapp sellistest ümbertöötamise protsessist ning saada selle tulemusena vastav bisfenool. Reaktsioon toimub vastavalt järgmisele skeemile:



Tähelepanu! Te kasutate oma töös kontsentreeritud NaOH ja kontsentreeritud vesinikkloriidhappe lahust, mis on tugeva sööbiva ja nahka ärritava toimega. Hoiduge nende ainete sattumise eest nahale. Lahuste sattumise korral nahale peske seda kohe rohke veega ning informeerige samaaegselt juhendajat.

Süntees

Kinnitage 100 ml lihviga Erlenmeyeri kolb statiivi külge, viige sinna sisse magnetsegaja pulk ning 2,5 g polükarbonaati (peenestatud CD; täpne kaalutis on antud teile vastustelehel), 4 g NaOH ja 3 ml destilleeritud vett. Asetage kolvile jahuti ning segage segu ca 4 - 5 minutit kuni NaOH on lahustunud. Seejuures täheldatakse segu tugevat soojenemist. Lisage seejärel läbi jahuti 20 ml etanooli ja kuumutage segu tagasijooksul 60 minutit. Selleks reguleerige magnetsegaja küte algul maksimaalsele võimsusele ning segu

keemahakkamisel vähendage võimsust nii, et segu korralikult keeks. Kuumutamisel moodustub valge sade.

Kuumutamise ajal vastake teoreetilistele küsimustele ja valmistage ette planaarkromatograafia vahendid.

Eraldamine

Kuumutamise lõppedes jahutage segu toatemperatuurini, eemaldage jahuti, lisage 25 ml destilleeritud vett ja viige segu 400 ml keeduklaasi. Loputage Erlenmeyeri kolbi 25 ml destilleeritud veega ja lisage see samuti keeduklaasi. Lisage lõpuks vett 150 ml-ni.

Kui segu ei ole selge, filtrige see läbi teile antud klaaskiu-filtri teise keeduklaasi. Lisage saadud filtraadile aeglaselt 15 ml 25%-list vesinikkloriidhapet, segu samal ajal segades, mille tulemusel eraldub sade. Küsige kristallisatsiooni kiirendamiseks vajadusel juhendajalt mõni kristallike produkti. Segage segu, katkestage segamine aegajalt, veendumaks, et kristallumist enam ei toimu.

Filtrige sade klaasfiltril vaakumi abil, peske sadet kaks korda 10 ml destilleeritud veega ja viige seejärel kaalutud ja sildiga varustatud Petri tassile.

Laske segul ca 15 minutit õhu käes kuivada, kaaluge see ja arvutage saagise protsent. Kuivamise ajal tehke oma produktile planaarkromatograafiline analüüs.

Selleks võtke paar kristallikest oma produkti, lahustage see ca 0,25 ml voolutis, kandke planaarkromatograafia plaadile ning voolutage kaanega suletud voolutusnõus hekseeni-etüülatsetaadi seguga (1:1). Voolutussegu on antud grupi jaoks ning see paikneb sildiga tähistatud kolvis iga töölaua otsa juures. Kuivatage plaat pärast voolutamist ning visualiseerige UV-lambi all. Arvutage kromatogrammilt retentsioonifaktorite (R_f) väärtused.

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады по химии
2005/2006 уч. г.

9 класс

Определение концентрации ионов Fe(II) перманганатометрическим
титрованием



Проба для определения концентрации ионов Fe(II) отмерена в 100 см³ мерной колбе. Туда уже прибавлено 20 см³ 2 М серной кислоты и 8 см³ 2 М фосфорной кислоты. Серная кислота необходима для того, чтобы окислительно-восстановительная реакция протекала в соответствии с приведенным уравнением реакции. Фосфорная кислота маскирует желтую окраску ионов Fe(III), образующихся в реакции.

Проверьте, растворилась ли соль полностью. Если нет, то осторожно взболтайте раствор и затем заполните мерную колбу дистиллированной водой до метки. Тщательно перемешайте раствор для выравнивания концентрации.

Для титрования отпипетируйте 10,00 см³ исследуемого раствора в коническую колбу (используйте **насос** для пипетки!).

Бюретка заполнена раствором KMnO₄ известной концентрации. Перед началом титрования проследите, чтобы в нижней части бюретки не было пузырька воздуха. Уровень раствора зафиксируйте по верхнему уровню мениска.

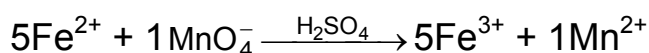
Во время титрования постоянно перемешивайте раствор. Титруйте до тех пор, пока фиолетово-розовая окраска раствора будет оставаться на 20 секунд. Параллельные опыты нужно проводить до тех пор, пока по крайней мере в трех опытах объем израсходованного раствора KMnO₄ будет различаться не больше, чем на 0,05 см³.

Внимание: При измерении объема жидкости пипеткой нижний мениск уровня раствора должен касаться метки. При выпуске раствора из пипетки ее конец должен касаться внутренней стенки сосуда и после опорожнения пипетки оставаться в таком положении еще на 10 секунд. После каждого титрования перед пипетированием следующего количества раствора колбу для титрования ополоснуть дистиллированной водой. Если для заполнения бюретки использовали воронку, то уберите ее до фиксирования уровня жидкости.

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады по химии
2005/2006 уч. г.

10 класс

Перманганатометрическое определение молярной концентрации
Fe(II)-ионов и определение массы соли Мора



Для определения концентрации Fe(II)-ионов находящуюся в бюксе твердую соль с помощью воронки пересыпают в 100 см³ мерную колбу.

Для количественного переноса вещества бюкс нужно ополоснуть по крайней мере 3 раза небольшим количеством дистиллированной воды (~3 см³) и добавить ее (используя стеклянную палочку) в мерную колбу. Колбу заполните наполовину дистиллированной водой, затем прибавьте 20 см³ 2 М раствора H₂SO₄ и 8 см³ 2 М раствора H₃PO₄.

Серная кислота необходима для того, чтобы окислительно-восстановительная реакция протекала по приведенному выше уравнению. Фосфорную кислоту прибавляют для того, чтобы замаскировать желтый цвет образующихся Fe(III)-ионов.

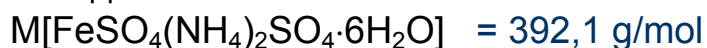
После прибавления растворов кислот перемешайте раствор до растворения соли. Теперь заполните мерную колбу дистиллированной водой до метки и перемешайте раствор для выравнивания концентрации.

Для титрования отмерьте пипеткой (используя **насос!**) 10,00 см³ исследуемого раствора в коническую колбу.

Бюретка заполнена раствором KMnO₄ известной концентрации. Перед началом титрования зафиксируйте уровень раствора по верхнему уровню мениска.

Во время титрования прибавляйте медленно при постоянном перемешивании раствор KMnO₄ к исследуемому раствору. Титруйте до появления бледно-розовой окраски. Параллельные опыты нужно проводить до тех пор, пока объем израсходованного раствора KMnO₄ будет различаться не больше, чем на 0,05 см³.

Из совпадающих результатов титрования рассчитайте среднее значение израсходованного на титрование объема раствора KMnO₄ и по известной молярной концентрации KMnO₄ рассчитайте молярную концентрацию Fe(II)-ионов в мерной колбе (4 значащие цифры) и массу находившейся в бюксе навески соли Мора (3 значащие цифры).



Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады по химии 2005/2006 уч. г.

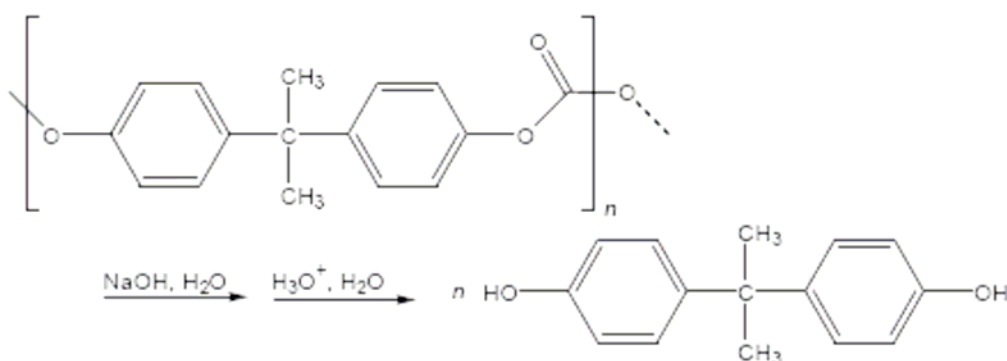
11 и 12 класс

Органический синтез и охрана окружающей среды

Введение

Во всем мире производится огромное количество CD-пластинок, которые в основном состоят из поликарбоната. В то же время большая часть этих пластинок по многим причинам становится непригодной к эксплуатации. Для изготовления CD используют много различных материалов, их можно повторно использовать и тем самым разрешить некоторые проблемы загрязнения окружающей среды.

В данной практической работе вам откроется замечательная возможность провести первый этап такой переработки и в результате получить соответствующий бисфенол. Реакция проходит по схеме:



Внимание! Вы используете в работе концентрированную NaOH и концентрированный раствор хлороводородной кислоты, обладающие сильным разъедающим и раздражающим действием. Избегайте попадания этих веществ на кожу. При попадании на кожу сразу же промойте проточной водой и информируйте об этом руководителя.

Синтез

Закрепите 100 мл колбу Эрленмайера (со шлифом) на штативе, поместите в нее палочку для магнитной мешалки и 2,5 г поликарбоната (измельченная CD; точное значение указано на вашем листе ответов), 4 г NaOH и 3 мл дистиллированной воды. Установите на колбу

холодильник и перемешивайте смесь примерно 4 - 5 минут, пока NaOH не растворится. При этом наблюдается значительный нагрев смеси. После этого прибавьте через холодильник 20 мл этанола и нагревайте смесь, используя обратный холодильник, в течение 60 минут. Для этого нагрев магнитной мешалки сначала установите на максимальную мощность; при закипании смеси уменьшите мощность так, чтобы смесь достаточно интенсивно кипела. При нагревании образуется белый осадок.

Во время нагревания смеси ответьте на теоретические вопросы и приготовьте оборудование для планарной хроматографии.

Отделение

После окончания нагревания охладите смесь до комнатной температуры, снимите холодильник, прибавьте 25 мл дистиллированной воды и перенесите смесь в 400 мл химический стакан. Промойте колбу Эрленмайера 25 мл дистиллированной воды и прибавьте ее в химический стакан. Прилейте после этого воды до метки 150 мл.

Если смесь непрозрачна, профильтруйте ее через выданный вам фильтр из стекловолокна в другой химический стакан. К полученному фильтрату прибавьте медленно 15 мл 25% раствора хлороводородной кислоты, постоянно помешивая смесь; в результате выделится осадок. При необходимости для ускорения кристаллизации попросите у руководителя кристаллик продукта. При перемешивании смеси временами прекращайте помешивать, чтобы убедиться, не закончилась ли кристаллизация.

Отфильтруйте осадок на стеклянном фильтре с помощью вакуума, промойте осадок два раза 10 мл дистиллированной воды. Затем осадок поместите на взвешенную и снабженную этикеткой чашку Петри.

Дайте смеси просохнуть на воздухе в течение ~ 15 минут, взвесьте и рассчитайте процент выхода. Во время сушки проведите планарно-хроматографический анализ своего продукта.

Для этого возьмите пару кристаллов своего продукта, растворите их в ~ 0,25 мл элюента, нанесите на TLC пластинку и элюируйте в закрытом крышкой сосуде для элюирования со смесью гексан -этилацетат (1:1). Смесь для элюирования дана одна на группу и находится в колбе с этикеткой в конце каждого рабочего стола. После элюирования высушите пластинку и под УФ-лампой визуализируйте (отметьте) пятна компонентов на пластинке.

Рассчитайте значения факторов ретенции (R_f) по визуализированным пятнам на данной хроматограмме.