

2006/2007 õa keemiaolümpiaadi LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

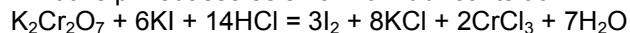
9. klass

Na₂S₂O₃ lahuse täpse kontsentratsiooni määramine

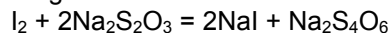
Na₂S₂O₃ kasutatakse titrandina redokstiitrimisel. Selleks valmistatakse tavaliselt lahus kasutades tahket Na₂S₂O₃·5H₂O. Na₂S₂O₃·5H₂O näol pole aga tegemist väga stabiilse ühendiga, nimelt kaotab ta kergelt oma kristallvett. Samuti võib ta lisaks sisaldada teisi aineid. Seetõttu on alati vajalik Na₂S₂O₃ täpse kontsentratsiooni määramine, milleks kasutatakse järgnevat meetodit.

Na₂S₂O₃ kontsentratsioon määratakse teadaoleva kontsentratsiooniga K₂Cr₂O₇ lahust kasutades. Selleks valmistatakse 100,0 cm³-sse mõõtkolbi 0.005000 M (mol/dm³) K₂Cr₂O₇ lahus (kantserogeenne!). Lahus valmistatakse kasutades destilleeritud vett. Vajalik K₂Cr₂O₇ kogus arvutada ja kaaluda. Kaalutis kantakse kvantitatiivselt leetri abil mõõtkolbi. Selleks, et oleks tagatud aine kadudeta ülekandmine, loputada kaaluklaasi vähemalt kolm korda väikese hulga (3 cm³) destilleeritud veega ja viia need kogused üle mõõtkolbi (kasutada klaaspulka). Sool lahustatakse mõnigases koguses destilleeritud vees. Kui sool on lahustunud, siis täidetakse mõõtkolb destilleeritud veega kriipsuni ja suletakse korgiga. Lahuse kontsentratsiooni ühtlustamiseks on tarvis kolvi sisu hoolikalt segada.

Tiitrimine. Na₂S₂O₃ lahusega loputada büretti ning täita see sobiva kõrguseni. Enne tiitrima asumist kontrollida, et büreti alumises osas ei ole õhumulle. Lahuse nivoo näit fikseeritakse lahuse meniski alumise ääre järgi. 300 cm³-sse Erlenmeyeri kolbi pipeteeritakse 10,00 cm³ eelnevalt valmistatud K₂Cr₂O₇ lahust, millele lisatakse tsentrifuugiklaasiga 7–10 cm³ 6 M HCl lahust (söövitav ja ääritav!) ja 7–10 cm³ 10% KI lahust. Kolb kaetakse uuriklaasiga ning jäetakse 5–10 minutiks pimedasse seisma. Toimub reaktsioon:



5–10 minuti möödumisel loputatakse uuriklaas veega, vesi kogutakse tiitrimiskolbi ning kolbi lisatakse destilleeritud vett umbes 100 cm³-ni. Lahust tiitritakse õlgkollase värvuse saabumiseni. Tiitrimise vältel loksutatakse lahust pidevalt. Seejärel lisatakse 1–2 cm³ tärklielahust, misjärel toimub lahuse tumesiniseks värvumine. Tiitrimine lõpetatakse nõrga roheka värvuse ilmumisel. Toimub reaktsioon:

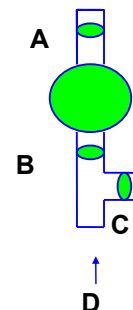


Tiitrimist korratakse seni, kuni vähemalt kolmes katses kulunud Na₂S₂O₃ lahuse ruumalad ei erine üle 0,05 cm³.

Tähelepanu! Pipetiga vedeliku mõõtmisel peab selle nivoo alumine kaar (menisk) puutuma mõõtekriipsu. Tühjendamisel hoidke pipeti ots vastu kolvi seina ja jätke sellesse asendisse pärast pipeti tühjendamist veel 15 sekundiks. Enne järgnevat lahuse pipeteerimist loputage tiitrimiskolbi paar korda destilleeritud veega. Kui büreti täitmiseks kasutatakse letrit, siis eemaldatakse see enne lahuse algnivoo fikseerimist.

Milline on vajalik K₂Cr₂O₇ (M_r = 294,2) hulk nõutud kontsentratsiooniga lahuse valmistamiseks?

Kokkulangevatest tiitrimistulemustest arvutage tiitrimiseks kulunud keskmine Na₂S₂O₃ lahuse ruumala ja täpne molaarne kontsentratsioon (4 tüvenumbrit).



Pipetipumba kasutamine

1. Avame sulguri **A** ja vajutame pumbast õhu välja. Sulguri **A** sulgemisel jääb pumba vaakum.
2. Asetame mahtpipeti avasse **D**.
3. Asetame mahtpipeti mõõtekolvis olevasse lahusesse, avame sulguri **B** ja täidame vaakumi jõul pipeti lahusega. Kui vedeliku nivoo 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 seina vastu.

Avame sulguri **C** ja laseme vedelikul pipetist välja voolata.

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

2006/2007 õa keemiaolümpiaadi
LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

10. klass

Naatriumtiosulfaadi jodomeetriline tagasitiitrimine

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kasutatakse titrandina redokstiitrimisel. Selleks valmistatakse tavaliselt lahus kasutades tahket $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ näol pole aga tegemist väga stabiilse ühendiga, nimelt kaotab ta kergelt oma kristallvett. Samuti võib ta lisaks sisaldada teisi aineid. Seetõttu on alati vajalik $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ täpse kontsentratsiooni määramine, milleks kasutatakse järgnevat meetodit.

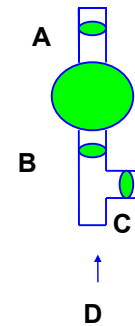
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kontsentratsioon määratakse teadaoleva kontsentratsiooniga $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ lahust (kantserogeenne!) kasutatades. Selleks valmistatakse 100,0 cm^3 -sse mõõtkolbi 0.005000 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ lahus. Lahus valmistatakse kasutades destilleeritud vett. Vajalik $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ kogus arvutada ja kaaluda.

Tiitrimine. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ lahusega loputada bürett ning täita see sobiva kõrguseni. 300 cm^3 -sse Erlenmeyeri kolbi viiakse 10,00 cm^3 eelnevalt valmistatud $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ lahust, millele lisatakse tsentrifuugiklaasiga 7–10 cm^3 6 M HCl lahust (söövitav ja ääritav!) ja 7–10 cm^3 10% KI lahust. Kolb kaetakse uuriklaasiga ning jäetakse 5–10 minutiks pimedasse seisma. 5–10 minuti möödumisel loputatakse uuriklaas veega, vesi kogutakse tiitrimiskolbi ning kolbi lisatakse destilleeritud vett umbes 100 cm^3 -ni. Lahust tiitritakse õlgkollase värvuse saabumiseni. Seejärel lisatakse 1–2 cm^3 tärglilahust, misjärel toimub lahuse tumesiniseks värvumine. Tiitrimine lõpetatakse nõrga roheka värvuse ilmumisel.

Milline on vajalik $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ hulk nõutud kontsentratsiooniga lahuse valmistamiseks?

Millised reaktsioonid toimuvad? (2)

Milline oli $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ lahuse täpne molaarne kontsentratsioon?



Pipetipumba kasutamine

1. Avame sulguri **A** ja vajutame pumbast õhu välja. Sulguri **A** sulgemisel jääb pumba vaakum.
2. Asetame mahtpipeti avasse **D**.
3. Asetame mahtpipeti mõõtekolvis olevasse lahusesse, avame sulguri **B** ja täidame vaakumi jõul pipeti lahusega. Kui vedeliku nivoo 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! Pumba hoidke nii, et vedelik sinna sisse ei pääseks.

2006/2007 õa keemiaolümpiaadi LÖPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

11.-12 klass

Glükoosi pentaatsetaadi süntees

Mitmete sahhariidide derivaatide esmaseks lähteaineks on vastav peratsetüülitud sahhariid. Viimastel aastatel on pööratud tõsist tähelepanu solvendivabade sünteesimeetodite ja lahustumatute katalüsaatorite intensiivsele kasutamisele. Ka käesolev eksperiment käsitleb sünteesis olulise aine, glükoosi pentaatsetaadi solvendivaba sünteesi lahustumatu katalüsaatori juuresolekul.

Kinnitage reaktsioonikolb käpa abil statiivi külge, pange kolbi magnetsegajapulvalage sinna punase korgiga varustatud katseklaasist 2.00 cm³ (d = 1.082) etaanhappe anhütriidi. Puistake sinna seejärel 744 mg (4 mmol) valmiskaalutud glükoosi. Tsentreerige kolb magnetsegajale ja lisage segatavale reaktsioonisegule 30 mg valmiskaalutud 50%-list H₂SO₄/SiO₂. Selle tulemusel reaktsioonisegu soojeneb. Asetage kolvile õhkjahuti ja segage segu 15 minutit. Lisage seejärel 20 cm³ diklorometaani ja ettevaatlikult 25 cm³ NaHCO₃ küllastunud lahust ning segage segu mõni minut magnetsegajal. Valage segu koos magnetsegaja pulgaga kraaniga varustatud 50 cm³ plastküüslaske-ekstraktorisse, mis on eelnevalt käpaga kinnitatud statiivi külge. Loputage reaktsioonikolbi ca 2-3 cm³ diklorometaaniga ja lisage samuti küüslaske, laske kihtidel eralduda ning laske alumine kiht tähisega P (produkt) varustatud 100 ml Erlenmeyeri kolbi. Küüslaskejäänud vedelik laske teise kolbi tähisega J (jääd). Valage produktikolvi (P) sisu uuesti küüslaske, lisage sinna 25 cm³ küllastunud NaCl lahust ja käivitage paariks minutiks magnetsegaja. Laske seejärel kihtidel eralduda ja laske alumine kiht produktikolbi ning lisage sinna teile antud magneesiumsulfaat. (Küüslaskejäänud vedelik laske jääkide kolbi) Loksutage kolvi sisu ja jätke ca 10 minutiks seisma. Filtrige saadud segu läbi vatiga varustatud leetri teile antud kaalutud ümarkolbi. Peske leetritele jäänud magneesiumsulfaati 2-3 cm³ diklorometaaniga. Võtke kolvist pipetiga ca 0,5 cm³ lahust ja pange see planaarkromatograafilise analüüsi jaoks korgiga plastiktopsi. Viige kolb produkti lahusega juhendaja kätte solvendi eemaldamiseks rotaatoraurustil. Tehke samal ajal produkti lahusele planaarkromatograafiline analüüs. Kandke selleks proov kapillaari abil silikageelplaadile ja voolutage teile antud etüülatsetaadi-etanooli seguga (3:1). Kromatogrammi ilmutamiseks kastke plaat korraks pintsettide abil ilmutisse (5% H₂SO₄ lahus etanoolis), kuivatage filterpaberil ning ilmutage kuumaõhu joas. Arvutage laikude R_f väärtused. Kui olete saanud juhendajalt kolvi koos produktiga tagasi, siis kaaluge see ja arvutage produkti saagis.

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады по химии 2006/2007 уч. г.

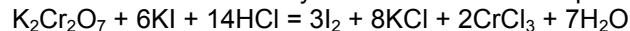
9 класс

Определение точной концентрации раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

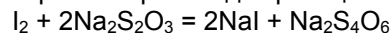
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ используется в качестве титранта при окислительно-восстановительном титровании. Для этого обычно готовят раствор, используя твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Соединение $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ является не очень стабильным, оно легко теряет кристаллизационную воду. Кроме этого твердое вещество может содержать в качестве примесей другие вещества. Поэтому всегда необходимо проводить определение точной концентрации $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, для чего используют следующий метод.

Концентрацию $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ определяют, используя раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ известной концентрацией. Для этого в мерную колбу объемом 100,0 см³ готовят 0.005000 М (моль/дм³) раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (канцерогенный!). Раствор готовят, используя дистиллированную воду. Необходимо рассчитать и взвесить нужную навеску $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Навеску количественно переносят с помощью воронки в мерную колбу. Для того чтобы избежать потери вещества, бюксу по крайней мере, три раза ополоснуть небольшим количеством дистиллированной водой (3 см³) и добавить эти растворы в мерную колбу, используя стеклянную палочку. Соль растворяют в некотором количестве дистиллированной воды. Когда соль растворится, мерную колбу заполняют дистиллированной водой до метки и закрывают пробкой. Для выравнивания концентрации раствора после этого нужно содержимое колбы тщательно перемешать.

Титрование. Раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ополоснуть бюретку и заполнить ее раствором до нужного уровня. До начала титрования проверить, нет ли пузырька воздуха в нижней части бюретки. Уровень раствора фиксируют по нижнему краю мениска. В колбу Эрленмайера объемом 300 см³ пипетируют 10,00 см³ заранее приготовленного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, добавляют с помощью centrifужной пробирки 7–10 см³ 6 М раствора HCl (разъедающий и раздражающий!) и 7–10 см³ 10% раствора KI . Колбу накрывают стеклом и оставляют на 5–10 минут стоять в темноте. Происходит реакция:



После 5–10 минут стекло ополаскивают водой (эту воду добавляют в колбу для титрования) и в колбу добавляют дистиллированной воды примерно до 100 см³. Раствор титруют до получения желто-соломенного цвета. Во время титрования раствор постоянно перемешивают взбалтыванием. Затем прибавляют 1–2 см³ раствора крахмала, после чего раствор окрашивается в темно-синий цвет. Титрование заканчивают при получении слабой зеленой окраски. Происходит реакция:



Титрование повторяют до тех пор, пока, по крайней мере, в трех опытах объем израсходованного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ будет различаться не больше, чем на 0,05 см³.

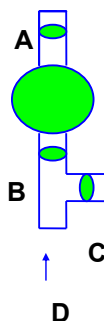
Внимание! При измерении объема жидкости пипеткой нижний край мениска должен касаться метки пипетки. При выпуске раствора из пипетки ее конец должен касаться внутренней стенки колбы и после опорожнения пипетки должен оставаться в таком положении еще 15 секунд.

Перед каждым новым пипетированием раствора пару раз ополосните колбу для титрования дистиллированной водой.

Если для заполнения бюретки использовали воронку, то уберите ее до фиксации уровня жидкости.

Чему равна навеска $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ($M_r = 294,2$) для приготовления раствора нужной концентрации?

Из совпадающих результатов титрования рассчитайте среднее значение израсходованного на титрование объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и точную молярную концентрацию (с точностью до 4 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 стенок колбы. Откроем зажим **C** и дадим жидкости вытечь из пипетки.
- Внимание!** Насос держать таким образом, чтобы жидкость в него не втекала.

Экспериментальная работа заключительного тура
олимпиады по химии 2006/2007 уч. г.

10 класс

Иодометрическое обратное титрование раствора
тиосульфата натрия

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ используется в качестве титранта при окислительно-восстановительном титровании. Для этого обычно готовят раствор, используя твердый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Соединение $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ является не очень стабильным, оно легко теряет кристаллизационную воду. Кроме этого твердое вещество может содержать в качестве примесей другие вещества. Поэтому всегда необходимо проводить определение точной концентрации $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, для чего используют следующий метод. Концентрацию $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ определяют, используя раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ известной концентрацией (канцерогенный!). Для этого в мерную колбу объемом $100,0 \text{ см}^3$ готовят $0,005000 \text{ М}$ раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Раствор готовят, используя дистиллированную воду. Необходимо рассчитать и взвесить нужную навеску $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

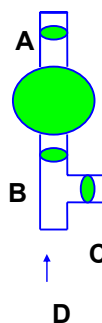
Титрование. Раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ополоснуть бюретку и заполнить ее раствором до нужного уровня. В колбу Эрленмайера объемом 300 см^3 пипетируют $10,00 \text{ см}^3$ заранее приготовленного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, добавляют с помощью центрифужной пробирки $7-10 \text{ см}^3$ 6 М раствора HCl (разъедающий и раздражающий!) и $7-10 \text{ см}^3$ 10% раствора KI . Колбу накрывают стеклом и оставляют на $5-10$ минут стоять в темноте.

После $5-10$ минут стекло ополаскивают водой (эту воду добавляют в колбу для титрования) и в колбу добавляют дистиллированной воды примерно до 100 см^3 . Раствор титруют до получения желто-соломенного цвета. Затем прибавляют $1-2 \text{ см}^3$ раствора крахмала, после чего раствор окрашивается в темно-синий цвет. Титрование заканчивают при получении слабой зеленой окраски.

Чему равна навеска $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ для приготовления раствора нужной концентрации?

Какие реакции протекают (2)?

Чему равна точная молярная концентрация раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$?



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.

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады по химии 2006/2007 уч. г.

11 и 12 классы

Синтез пентаацетата глюкозы

Исходным веществом для получения различных производных сахаридов является соответствующий перацетилированный сахарид.

В последние годы особое внимание обращается на бессольвентные методы синтеза и на интенсивное применение нерастворимых катализаторов. В данном эксперименте рассматривается бессольвентный синтез пентаацетата глюкозы в присутствии нерастворимого катализатора. Закрепите реакционную колбу с помощью зажима на штативе, поместите в колбу палочку магнитной мешалки и налейте в реакционную колбу из пробирки с красной пробкой 2.00 мл ($d = 1.082$) ангидрида этановой кислоты. Затем насыпьте туда 744 мг (4 ммоль) заранее взвешенной глюкозы.

Установите колбу над магнитной мешалкой и прибавьте к перемешиваемой реакционной смеси 30 мг заранее взвешенного 50% H_2SO_4/SiO_2 . В результате этого реакционная смесь нагреется. Установите на колбу воздушный холодильник и перемешивайте смесь 15 минут. Затем прибавьте 20 мл дихлорометана и осторожно 25 мл насыщенного раствора $NaHCO_3$; перемешивайте смесь магнитной мешалкой несколько минут. Перелейте смесь вместе с палочкой магнитной мешалки в снабженный краном 50 мл пластмассовый шприц-экстрактор, который предварительно закреплен зажимом на штативе. Ополосните реакционную колбу примерно 2-3 мл дихлорометана и прибавьте этот раствор тоже в шприц, дайте слоям разделиться и выпустите нижний слой в 100 мл колбу Эрленмайера, на которой обозначена буква **P** (продукт). Оставшуюся в шприце жидкость слейте в другую колбу с обозначением **J** (jägid - остатки). Перелейте содержимое колбы с продуктом (**P**) снова в шприц, прибавьте туда 25 мл насыщенного раствора $NaCl$ и включите на пару минут магнитную мешалку. Дайте затем слоям разделиться, слейте нижний слой в колбу с продуктом и прибавьте к нему выданный вам сульфат магния. (Жидкость, оставшуюся в шприце, вылейте в сосуд с остатками). Взболтайте содержимое колбы и оставьте стоять примерно на 10 минут. Отфильтруйте полученную смесь в выданную вам взвешенную круглодонную колбу. Промойте оставшийся на фильтре сульфат магния 2-3 миллилитрами дихлорометана. Возьмите из колбы пипеткой примерно 0,5 мл раствора и поместите их для анализа планарной хроматографией в пластмассовый стаканчик с крышкой.

Отдайте колбу с раствором продукта руководителю практикума для испарения сольвента на ротаторном испарителе.

Одновременно с этим проделайте анализ раствора продукта с помощью планарной хроматографии. Для этого с помощью капилляра нанесите пробу на силикагельную пластинку и элюируйте ее выданной вам смесью этилацетат-этанол (3:1). Для проявления хроматограммы опустите пластинку с помощью пинцета на короткое время в проявитель (5% раствор H_2SO_4 в этаноле), высушите на фильтровальной бумаге и проявите в потоке горячего воздуха.

Рассчитайте значения факторов R_f пятен на хроматограмме.

После того, как от руководителя получите обратно свою колбу с продуктом, взвесьте ее и рассчитайте выход продукта.