

2008/2009 õa keemiaolümpiaadi
LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

9. ja 10. klass

Vask(II) sisalduse jodomeetriline määramine

Sissejuhatus

Jodomeetria on titrimetriiliste meetodite grupp, mis baseeruvad joodi redutseerumisreaktsioonil, mille tulemusel tekivad jodiidioonid või jodiidi oksüdeerumisreaktsioonil, mille tulemusena tekib elementne jood. Nii on jodomeetriliselt võimalik tiitrida nii oksüdeerijaid kui redutseerijaid.

Vask(II)-ioonide määramine asendusmeetodil jodomeetrilisel tiitrimisel

Põhimõte

Vask(II)soolad reageerivad jodiidiga, mille tulemusena eraldub jood. Eraldunud jood tiitritakse naatriumtiosulfaadiga.

Töö käik

Analüüsitud vask(II)sool on antud nummerdatud kaaluklaasis. Kaaluklaasist kanda sool kvantitatiivselt üle 100,0 cm³ mõõtkolbi. Mõõtkolbi lisada tsentrifuugiklaasi abil 6 cm³ 2 M äädikhappelahust. Seejärel täita mõõtkolb destilleeritud veega märgini ja loksutada.

10,00 cm³ valmistatud lahust pipeteerida 300 cm³ mahuga koonilisse kolbi, lisada 10 cm³ 20% KI lahust ja lasta reaktsioonisegul 5 minutit pimedas seista. Lahuse ruumala viia destilleeritud veega umbes 100 cm³-ni. Eraldunud jood tiitrida naatriumtiosulfaadilahusega. Indikaator (2 cm³ värsket tärkliselahust) lisada õlgkollase värvuse saabumisel. Tiitrimine lõpetatakse joodi tärklisekompleksi sinakasvioletse värvuse kadumisel.

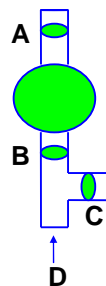
Tiitrida kolme kokkulangeva tulemuse saamiseni.

Täitke vastuste leht.

Näpunäiteid

1. Selleks, et vältida anumate segiminekut, tähistage markeri abil oma klaasnõud (eriti kooniline kolb, mille viite kappi seisma).
2. Pärast büreti täitmist võtke lehter büreti otsast ära!
3. Mõelge hoolega läbi, milliseid klaasvahendeid on vaja töö käigus pesta destilleeritud veega ja milliseid on vaja loputada järgmise lahusega.
4. Kitlit ja kaitseprille tuleb kanda kogu laboris viibimise ajal!

Pipetipumba (kummipirni) kasutamine



1. Avame sulguri **A** ja vajutame pumbast õhu välja. Sulguri **A** sulgemisel jääb pumba vaakum.
 2. Asetame pipeti avasse **D**.
 3. Asetame pipeti mõõtekolvis olevasse lahusesse, avame sulguri **B**. Hõrenduse (vaakumi) tõttu täitub pipett lahusega. Kui vedeliku tase jõuab märgist umbes sentimeetri võrra kõrgemale, sulgeme sulguri **B**. Alles seejärel võtame pipeti kolvist välja.
 4. Sulguri **C** ettevaatliku avamise ja sulgemisega laseme vedeliku meniski täpselt kriipsu peale. (Väljavoolav lahus lasta jääkide nõusse.)
 5. Asetame pipeti kolbi nõnda, et pipett toetuks kolvi seina vastu või puudutaks lahuse pinda. Avame sulguri **C** ja laseme vedelikul pipetist välja voolata.
- Tähelepanu!** Pumba hoidke nii, et vedelik sinna sisse ei pääseks.

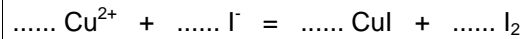
Praktilise voo vastuste leht. 9. klass

KOOD:

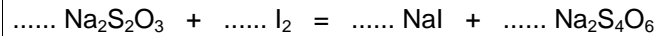
1. Proovi tiitrimiseks kulunud naatriumtiosulfaadi lahuse keskmine ruumala (cm^3).

2. Arvutatud vaseioonide kontsentratsioon (mol/dm^3).

3. Kirjutage välja vask(II)-ioonide ja jodiidioonide vahel kulgenud reaktsiooni võrrand. Tasakaalustage.



4. Kirjutage välja joodi ja naatriumtiosulfaadi vahelise reaktsiooni võrrand. Tasakaalustage.



5. Tiitrimisnõusse tekkis hägu (sade), millisest ainest on see tingitud?

6. Miks on vaja enne tiitrimist hoida reaktsiooninõud pimedas? Miks on vaja 5 minutit oodata?

Praktilise voo vastuste leht. 10. klass

KOOD:

1. Proovi tiitrimiseks kulunud naatriumtiosulfaadi lahuse keskmine ruumala (cm^3).

2. Arvutatud vaseioonide kontsentratsioon (mol/dm^3).

3. Kirjutage välja vask(II)-ioonide ja jodiidioonide vahel kulgenud reaktsiooni võrrand. Tasakaalustage.

4. Kirjutage välja joodi ja naatriumtiosulfaadi vahelise reaktsiooni võrrand. Tasakaalustage.

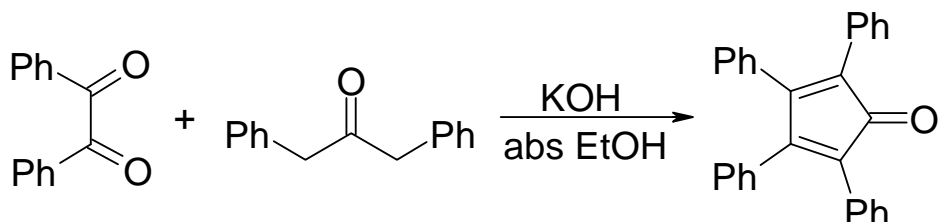
5. Tiitrimisnõusse tekkis hägu (sade), millisest ainest on see tingitud?

6. Miks on vaja enne tiitrimist hoida reaktsiooninõud pimedas? Miks on vaja 5 minutit oodata?

2008/2009 õa keemiaolümpiaadi
LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

11. ja 12. klass

Tetrafenüültsüklopentadienooni süntees



Sünteesi eeskiri

Kinnitage 50 cm³ ümarkolb statiivi külge ning pange sinna **200 mg bensiili** ja magnetsegajapulk. Lisage bensiilile **200 mg dibensüülketooni** ja **1,5–2,0 cm³ absoluutset etanooli**.

Asetage kolvile püstjahuti. Tõstke temperatuuri ettevaatlikult, kuni etanool hakkab jahuti otsast kolbi tagasi tilkuma ja **lisage seejärel tilkhaaval** süstlaga läbi jahuti ca **0,3 cm³ 1,8 M KOH** lahust absoluutsetes etanoolis.

15 minuti möödumisel lülitage küte välja, **jahutage** reaktsioonisegu toatemperatuurini ja seejärel 5 minutit jäävannis.

Eraldage sade vaakumfiltrimise teel ja pange plastikvannikesele. Loputage reaktsioonikolb ja filter 95% etanooliga puhtaks.

Paigutage saadud aine plastikvannikeselt spaatli abil tagasi pestud kolbi. Asetage sinna ka magnetsegaja pulk. **Kristallige** produkt ümber tolueni–95% etanooli (1:1) segust.

Eraldage kristallid vaakumfiltrimise teel. **Peske** neid minimaalse koguse jääkülma 95% etanooliga. Asetage kristallid puhtale plastikvannile ja laske neil õhu käes kuivada.

Kaaluge kuiv produkt ja arvutage selle saagis protsentides.

Planaarkromatograafia (TLC)

Kontrollige aine puhtust planaarkromatograafiaga silikageeliplaadil, kasutades **eluendina heksaani ja etüülatsetaadi segu (3:1)**. Määrake produkti ja mistahes lisandi (kui neid TLC-plaadil näha on) R_f väärtused.

Vastake järgmistele küsimustele

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады
по химии 2008/2009 уч. г.

9 и 10 классы

Иодометрическое определение содержания меди(II)

Введение

Иодометрия объединяет титриметрические методы анализа, которые базируются на реакции восстановления иода, в результате которой образуются иодид-ионы, или на реакции окисления иодида, в результате которой образуется свободный иод. Таким образом, иодометрически можно титровать как окислители, так и восстановители.

Определение ионов меди(II) иодометрическим титрованием методом замещения

Основной принцип

Соли меди(II) реагируют с иодидами, в результате чего выделяется иод. Выделившийся иод титруют тиосульфатом натрия.

Ход работы

Взятая для анализа соль меди(II) выдается в пронумерованной бюксе. Из бюксы соль количественно перенести в мерную колбу объемом 100,0 см³. В мерную колбу с помощью центрифугальной пробирки прилить 6 см³ 2 М раствора уксусной кислоты. Затем заполнить мерную колбу дистиллированной водой до метки и взболтать.

10,00 см³ приготовленного раствора отпипетировать в коническую колбу объемом 300 см³, прибавить 10 см³ 20% раствора KI и дать постоять реакционной смеси 5 минут в темноте.

Объем раствора довести дистиллированной водой примерно до 100 см³. Выделившийся иод титровать раствором тиосульфата натрия. Индикатор (2 см³ свежего раствора крахмала) прибавить при получении соломенно-желтой окраски. Титрование заканчивают при исчезновении сине-фиолетовой окраски комплекса крахмала с иодом.

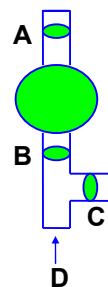
Титруют до получения трех совпадающих результатов.

Заполните лист для ответов.

Подсказки

1. Для того, чтобы не перепутать посуду, пометьте маркером **свои** колбы (особенно коническую колбу, которую помещаете в шкаф).
2. После заполнения бюретки уберите с нее воронку.
3. Тщательно продумайте, какую стеклянную посуду вам нужно в ходе работы мыть дистиллированной водой и какие - ополаскивать следующим раствором.
4. Халат и защитные очки нужно носить в течение всего времени нахождения в лаборатории!

Использование насоса для пипетки



1. Откроем зажим **A** и выдавим воздух из насоса. При закрытии зажима **A** в насосе остается вакуум.

2. Поместите пипетку в отверстие **D**.

3. Поместите пипетку в раствор, находящийся в мерной колбе, откройте зажим **B** и заполните пипетку раствором с помощью вакуума. Когда уровень жидкости будет примерно на сантиметр 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 (вытекающему раствору дайте стечь в отдельную посуду для отходов)

5. Поместите пипетку в колбу таким образом, чтобы пипетка касалась стенки колбы или поверхности раствора. Откроем зажим **C** и дадим жидкости вытечь из пипетки.

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

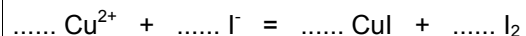
Лист для ответов экспериментальной работы. 9 класс

Код:

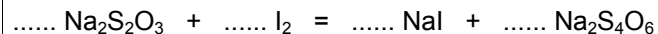
1. Средний объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование пробы (в см³).

2. Рассчитанная концентрация ионов меди (моль/дм³).

3. Напишите уравнение реакции между ионами меди(II) и иодид-ионами. Расставьте коэффициенты.



4. Напишите уравнение реакции между иодом и тиосульфатом натрия. Расставьте коэффициенты.



5. В колбе для титрования появилась муть (осадок). Каким веществом это обусловлено?

6. Почему до титрования нужно титруемую смесь держать в темноте? Почему нужно ждать 5 минут?

Лист для ответов экспериментальной работы. 10 класс

Код:

1. Средний объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование пробы (в см³).

2. Рассчитанная концентрация ионов меди (моль/дм³).

3. Напишите уравнение реакции между ионами меди(II) и иодид-ионами. Расставьте коэффициенты.

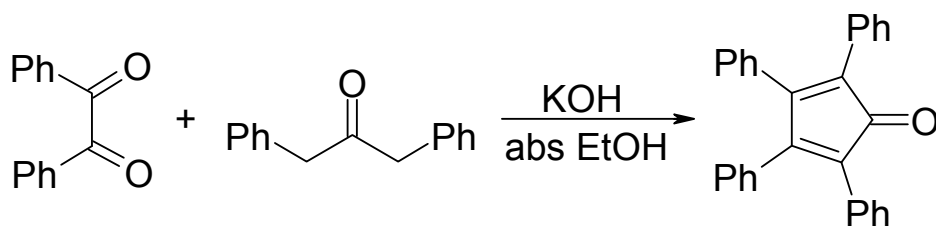
4. Напишите уравнение реакции между иодом и тиосульфатом натрия. Расставьте коэффициенты.

5. В колбе для титрования появилась муть (осадок). Каким веществом это обусловлено?

6. Почему до титрования нужно титруемую смесь держать в темноте? Почему нужно ждать 5 минут?

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады
по химии 2008/2009 уч. г.
11 и 12 классы

Синтез тетрафенилциклопентадиенона



Ход работы

Закрепите на штативе 50 см³ круглодонную колбу и поместите в нее **200 мг бензила** и палочку для магнитной мешалки. Прибавьте к к бензилу **200 мг дибензилкетона** и **1,5–2,0 см³ абсолютного этанола**.

Установите на колбу вертикальный холодильник. Осторожно повышайте температуру до тех пор, пока этанол не будет капать с холодильника обратно в колбу и **после этого прибавьте по каплям** через холодильник с помощью шприца **~ 0,3 см³ 1,8 М раствора КОН** в абсолютном этаноле.

По истечению 15 минут выключите нагрев и **охлаждайте** реакционную смесь сначала до комнатной температуры, затем в течение 5 минут на ледяной ванне.

Отделите осадок вакуумным фильтрованием и поместите его в пластмассовую ванночку. Ополосните реакционную колбу и фильтр 95% раствором этанола.

С помощью шпателя перенесите полученное вещество из пластмассовой ванночки обратно в вымытую колбу. Поместите туда же и палочку для магнитной мешалки. **Перекристаллизуйте** продукт из смеси толуол–95% этанол (1:1).

Отделите кристаллы вакуумным фильтрованием. **Промойте** их минимальным количеством ледяным 95% этанолом. Поместите кристаллы в чистую пластмассовую ванночку и дайте им высохнуть на воздухе.

Взвесьте сухой продукт и рассчитайте его выход (в процентах).

Планарная хроматография (TLC)

Чистоту вещества проверьте с помощью планарной хроматографии на силикагельной пластинке, используя **в качестве элюента смесь гексана и этилацетата (3:1)**. Рассчитайте значения факторов R_f продукта и возможных примесей (если их можно определить визуально на TLC-пластинке).

Ответьте на следующие вопросы: