

2009/2010 õa keemiaolümpiaadi
LÖPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

9. ja 10. klass

Raud(II) sisalduse määramine

Sissejuhatus

Permanganatomeetria on titrimetriiliste meetodite grupp, mis põhineb KMnO_4 oksüdeerivatel omadustel. KMnO_4 on tugev oksüdeerija ja reageerib paljude redutseerijatega.

Raud(II)-ioonide määramine tiitrimisel kaaliumpermanganaadiga

Põhimõte

Raud(II) määratakse otseselt. Raud(II) reageerib KMnO_4 -ga ja toimub redoksreaktsioon.

Töö käik

Analüüsitava raud(II) lahus on antud nummerdatud kolvis. Kolvist kanda lahus kvantitatiivselt üle 100 cm^3 mõõtkolbi. Täita mõõtkolb destilleeritud veega märgini ja loksutada.

10 cm^3 valmistatud lahust pipeteerida 100 cm^3 mahuga koonilisse kolbi, lisada $7\text{-}10 \text{ cm}^3$ väävel- ja fosforhappe segu (segu on valmistatud võrdsete ruumalade $1:4$ lahjendatud H_2SO_4 ja kontsentreeritud H_3PO_4 segamisel).

Segu tiitrida KMnO_4 lahusega kuni nõrga roosa värvuse püsijäämiseni.

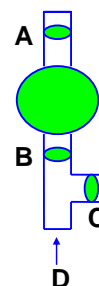
Tiitrimist korrata kolme kokkulangeva tulemuseni.

Täitke vastuste leht.

Näpunäiteid

1. Selleks, et vältida anumate segiminekut, tähistage markeri abil oma klaasnõud.
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:

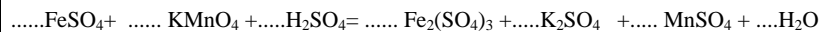
Proovi nr:

1. Proovi tiitrimiseks kulunud KMnO_4 lahuse kolm ruumala ja keskmine ruumala (ml).

1.	2.	3.
Keskmine:		

2. Arvutatud raud(II) kogus (g).

3. Tasakaalustage raud(II) määramise reaktsioonivõrrand.



4. Miks on vajalik fosforhappe lisamine reaktsioonisegusse?

5. Miks viiakse tiitrimine läbi tugevalt happelises keskkonnas?

Praktilise voo vastuste leht. 10. klass

Kood:

Proovi nr:

1. Proovi tiitrimiseks kulunud KMnO_4 lahuse kolm ruumala ja keskmine ruumala (ml).

1.	2.	3.
Keskmine:		

2. Arvutatud raud(II) kogus (g).

3. Kirjutage raud(II) määramise reaktsioonivõrrand.

4. Miks on vajalik fosforhappe lisamine reaktsioonisegusse?

5. Miks viiakse tiitrimine läbi tugevalt happelises keskkonnas?

2009/2010 õ/a keemiaolümpiaadi lõppvoor
PRAKTILINE TÖÖ
13. märts 2010

1,4-di-tert-butüül-2,5-dimetoksübenseeni süntees

Ohutustehnika

Kõik kasutatavad kemikaalid on tervisele ohtlikud ained. Selle tõttu **vältige nende sattumist nahale, silma ja lauale**. Kogu eksperimendi vältel tuleb teil kanda **kitlit, kaitsekindaid ja -prille**. Ohutustehnika nõuete rikkumise eest võidakse teil vähendada punktide arvu.

Probleemide korral pöörduge koheselt juhendaja poole.

Reagendid ja vahendid

360 mg 1,4-dimetoksübenseeni	kaaluklaasis	diMeOBs
1,5 cm ³ äädikhapet	punase korgiga katseklaasis	CH₃COOH
~1 cm ³ tert-butüülalkoholi (d 0,79)	korgiga plastiktopsis	t-BuOH
~2 cm ³ konts. väävelhapet	mõõtudega katseklaasis	H₂SO₄
jää	ühistes nõudes kõikide võistlejate jaoks	
destilleeritud vesi	10 cm ³ korgita katseklaasis, lisaks pesupudelites	
heksaan	TLC eluendi komponent, 2 kolbi kõikide võistlejate jaoks	
etüülatsetaat	TLC eluendi komponent, 2 kolbi kõikide võistlejate jaoks	
50 cm ³ ümarkolb	plastiklehter	
magnetsegaja ja segajapulk	statiiv, käpp, muhv	
jäävanniks plastikkarp		
1 ml plastiksüstal	tert-butüülalkoholi mõõtmiseks ja lisamiseks	
Pasteuri klaaspiipett	konts. H₂SO₄ lisamiseks, mõõtudeta katseklaasis	
klaasfilter		
vaakumfiltrimiseseade	üks 4 võistleja jaoks	
Petri tass produkti jaoks		
Pasteuri plastikipett dest. vee	lisamiseks	
kaanega voolutusnõu	kapillaarid (2 tk)	
silikageeliplaat	spaatel, pintsetid, pliats, joonlaud	
plastiktopsisid (Eppendorfid)	lähteaine (L) ja produkti (P) lahuste valmistamiseks	
Pasteuri pipetid	produkti ja lähteaine lahustamiseks (asuvad vooluti kolbide juures)	
UV-lamp	2 tk, ühine kõikide võistlejate jaoks	
kaalud	2 tk, ühine kõikide võistlejate jaoks	

Eksperimendi kirjeldus

Lahustage magnetsegajal segades 50 cm³ ümarkolvis **360 mg 1,4-dimetoksübenseeni 1,5 cm³ äädikhappes**.

Mõõtke ja lisage 1 cm³ plastiksüstlaga **0,6 cm³ tert-butüülalkoholi**. Jälgige, et süstlasse ei jääks õhumulle.

Jahutage segu jäävannis, jätkates samal ajal segamist, ja lisage segule tilkhaaval Pasteuri pipetiga kontsentreeritud väävelhapet (~1,3 – 1,5 cm³) **kuni tekib kahvatukollakas sade**. Väävelhapet Pasteuri pipetiga lisades peab olema veendunud, et enne järgmise tilga lisamist oleks eelmine tilk väävelhapet hoolikalt reaktsiooniseguga segatud. Kasutatud pipett asetage tagasi tühja katseklaasi.

Eemaldage segu jäävannist, laske soojeneda toatemperatuurini ja segage seejärel veel 25 minutit.

Jahutage segu jälle jäävannis (0°C), misjärel lisage väga ettevaatlikult aeglaselt segades 3 tilka vett. Algab produkti kristallumine.

Lisage jahutades ja segades ettevaatlikult tilkhaaval veel **7,5 cm³** jäävannis jahutatud destilleeritud vett.

Pärast vee lisamist segage reaktsioonisegu hoolikalt, et kolvi põhja ei jääks kleepunud kollast ainet. Veenduge, et kogu sademe kollakas värvus on kadunud.

Laske produktil 10 minutit segamata kristalluda ja filtrige seejärel tekkinud kristallid vaakumfiltrimisseadmega. Vajadusel kasutage aine ülekandmiseks destilleeritud vett. Peske sadet hoolikalt veega ja laske Petri tassil kuivada.

Kontrollige saadud aine puhtust planaarkromatograafiaga silikageeliplaadil, kasutades eluendina heksaani ja etüülatsetaadi segu (7:1).

Kandke TLC-plaadile eraldi laikudena produkti (P) ja lähteaine (L) lahused. Määrake produkti, lähteaine ja mistahes lisandi (kui neid TLC-plaadil näha on) **R_f väärtused**.

Kaaluge kuivanud saadus ja arvutage produkti saagis.

Täitke vastustelehed ja vastake teoreetilistele küsimustele.

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады
по химии 2009/2010 уч. г.

9 и 10 классы

Определение содержания железа(II)

Введение

Перманганометрия объединяет титриметрические методы анализа, которые базируются на окислительных свойствах KMnO_4 . KMnO_4 представляет собой сильный окислитель, который реагирует со многими восстановителями.

Определение ионов железа(II) титрованием перманганатом калия

Основной принцип

Железо(II) определяют прямым методом. Железо(II) реагирует с KMnO_4 (проходит окислительно-восстановительная реакция).

Ход работы

Взятый для анализа раствор железо(II) выдается в пронумерованной колбе. Из колбы раствор количественно перенести в мерную колбу объемом 100 см^3 . Заполнить мерную колбу дистиллированной водой до метки и взболтать.

10 см^3 приготовленного раствора отпипетировать в коническую колбу объемом 100 см^3 , прибавить $7-10 \text{ см}^3$ смеси серной и фосфорной кислот (смесь приготовлена смешиванием равных объемов разбавленной $1:4 \text{ H}_2\text{SO}_4$ и концентрированной H_3PO_4).

Смесь титруют раствором KMnO_4 до появления слабой розовой устойчивой окраски.

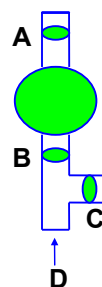
Титруют до получения трех совпадающих результатов.

Заполните лист для ответов.

Подсказки

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

Использование насоса для пипетки



1. Откройте 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 выньте пипетку из колбы.
4. Осторожно открывая и закрывая зажим **C** доведите 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. Откройте зажим **C** и дайте жидкости вытечь из пипетки.

Внимание! Насос держите таким образом, чтобы жидкость в него не вытекала.

Заключительный тур олимпиады по химии 2009/2010 уч. г.

Лист для ответов экспериментальной работы. 9 класс

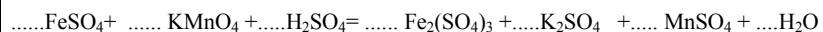
Код: Номер пробы:

1. Три значения объема раствора KMnO_4 , израсходованного на титрование пробы, и среднее значение объема раствора KMnO_4 (в мл)

1.	2.	3.
Среднее:		

2. Рассчитанное значение массы железа(II) (в г)

3. Расставьте коэффициенты в уравнении реакции, на которой основывается определение железа(II)



4. Зачем необходимо к реакционной смеси добавлять фосфорную кислоту?

5. Почему титрование проводят в сильно подкисленной среде?

Заключительный тур олимпиады по химии 2009/2010 уч. г.

Лист для ответов экспериментальной работы. 10 класс

Код: Номер пробы:

1. Три значения объема раствора KMnO_4 , израсходованного на титрование пробы, и среднее значение объема раствора KMnO_4 (в мл)

1.	2.	3.
Среднее:		

2. Рассчитанное значение массы железа(II) (в г)

3. Напишите уравнение реакции, на которой основывается определение железа(II)

4. Зачем необходимо к реакционной смеси добавлять фосфорную кислоту?

5. Почему титрование проводят в сильно подкисленной среде?

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады
по химии 2009/2010 уч. г.

13 марта 2010

11 и 12 классы

Синтез 1,4-ди-трет-бутил-2,5-диметоксибензена

Техника безопасности

Все используемые в синтезе реактивы являются опасными для здоровья веществами. Поэтому **избегайте попадания их на кожу, в глаза и на стол.** Во время всего эксперимента вам необходимо носить **халат, защитные перчатки и очки.**

За нарушение правил безопасности вас могут оштрафовать, снизив баллы. При возникновении проблем без промедления обращайтесь к руководителю.

Реагенты и приспособления

360 мг 1,4-диметоксибензена в бюксе **diMeOB**
1,5 см³ уксусной кислоты в пробирке с красной пробкой **CH₃COOH**
~1 см³ *третичного* бутилового спирта (d = 0,79) в пластиковом стаканчике с пробкой **t-BuOH**
~2 см³ конц. серной кислоты в градуированной пробирке **H₂SO₄**
лед в общей для всех участников посуде
дистиллированная вода в пробирке (10 см³) без пробки и в промывалке
гексан (компонент TLC элюента) 2 колбы на всех участников
этилацетат (компонент TLC элюента) 2 колбы на всех участников
круглодонная колба объемом 50 см³ пластмассовая воронка
магнитная мешалка и палочка для магнитной мешалки
штатив, зажим, муфта
ванна для льда (пластмассовая коробка)
1 мл пластмассовый шприц для измерения и добавления *трет*-бутилового спирта
стеклянная пипетка Пастера для прибавления конц. **H₂SO₄**
пробирка без градуировки
стеклянный фильтр
устройство для вакуумного фильтрования, одно на 4 участника
чашка Петри для продукта
пластиковая пипетка Пастера для прибавления **дистиллированной воды**
сосуд для элюирования с крышкой
капилляры (2 шт)
силикагельная пластинка
шпатель, пинцет, карандаш, линейка
пластиковые стаканчики Эппендорфа для приготовления растворов исходного вещества (**L**) и продукта (**P**)
пипетки Пастера для растворения продукта и исходного вещества (расположены рядом с колбами для элюента)
UV-лампа 2 шт, общие для всех участников
весы 2 шт, общие для всех участников

Ход работы

Растворите в круглодонной колбе объемом 50 см³, перемешивая магнитной мешалкой, **360 мг 1,4-диметоксибензена** в **1,5 см³** уксусной кислоте.

Отмерьте и прибавьте 1 мл пластмассовым шприцом **0,6 см³ трет**-бутилового спирта. Следите за тем, чтобы в шпиге не было пузырьков.

Охладите смесь на ледяной ванне, продолжая перемешивать, и прибавьте к смеси по каплям пипеткой Пастера **концентрированную серную кислоту (~1,3 – 1,5 см³) до образования бледно-желтого осадка.** При прибавлении серной кислоты пипеткой Пастера нужно убедиться, что до прибавления каждой следующей капли кислоты предыдущая была бы тщательно перемешана с реакционной смесью. Использованную пипетку поместите обратно в пустую пробирку.

Снимите смесь с ледяной ванны, дайте нагреться до комнатной температуры и перемешивайте после этого еще 25 минут.

Охладите смесь снова на ледяной ванне (0°C), затем прибавьте **очень осторожно медленно перемешивая 3 капли воды.** Начнется кристаллизация продукта.

Прибавьте, охлаждая и перемешивая, осторожно по каплям еще **7,5 см³** дистиллированной воды, охлажденной на ледяной ванне.

После прибавления воды тщательно перемешайте реакционную смесь, чтобы на дне колбы не осталось прилипшим желтого вещества. Убедитесь, **чтобы** желтая окраска всего осадка исчезла.

Дайте продукту в течение 10 мин кристаллизоваться без перемешивания, и затем образовавшиеся кристаллы отфильтруйте на устройстве для вакуумного фильтрования. При необходимости для переноса вещества используйте дистиллированную воду. Тщательно промойте осадок и дайте ему высохнуть на чашке Петри.

Чистоту полученного вещества проверьте с помощью планарной хроматографии на силикагельной пластинке (TLC-пластинка), используя в качестве элюента смесь гексана и этилацетата (7:1)

Нанесите на TLC- пластинку отдельными пятнами растворы продукта (P) и исходного вещества (L).

Определите **значения факторов R_f** продукта, исходного вещества и возможных примесей (если их можно определить визуально на TLC-пластинке).

Взвесьте высохший продукт и рассчитайте выход продукта

Заполните лист для ответов и ответьте на теоретические вопросы.