

2010/2011 õ.a keemiaolümpiaadi LÕPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

9. ja 10. klass – Raua ja vase määramine jodomeetrilisel tiitrimisel

Sissejuhatus

Ligatuuride (sulam, mida lisatakse metallile soovitud koostisega sulami saamiseks; inglise keeles master alloy) saamiseks segatakse alusmetalli nagu Al, Ni või Cu suure protsendi ühe või kahe muu metalliga. Ligatuure kasutatakse laialdaselt metallitööstuses pooltootena. Metallurgiatehastes lisatakse ligatuure teistele sulametallide segudele, et muuta nende koostist, saavutamaks kindlat keemilist, elektrilist või mehhaanilist omadust lõpp-produktis.

Analüüsi põhimõte

Antud töös analüüsitakse rauda ja vase sisaldavat ligatuuri proovi lahust kahe-etapilisel tiitrimismeetodil. Cu(II) hulk määratakse lahusest, millest Fe(III) on sadestatud difosfaadiga. Teisest tiitrimisest saadakse Cu(II) ja Fe(III) summaarne hulk.

Kemikaalid ja reagentid

Vaske ja rauda sisaldava sulami (ligatuuri) lahus
Naatriumtiosulfaadi lahus, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,050 mol/dm³
Naatriumdifosfaadi lahus, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, 5,0 %
Vesinikkloriidhape, HCl, 4,5 mol/dm³
Kaaliumjodiidi lahus, KI, 10 %
Tärklise lahus, 5,0 %

Ohutusala teave

Aine	Faas	R fraas	S fraas
HCl lahus	4,5 mol/dm ³	23 25 34 38	26 36 37 39 45
KI lahus	10%	36 38 42 43 61	

Töövahendid

bürett, 50 cm³
graduateeritud silinder, 50 cm³
Erlenmyeri kolb, 250 cm³ (2 tk)
Pipett, 10 cm³
uuriklaas

Töö käik

A. Vask(II) ionide määramine

1. Kandke 10,0 cm³ proovi 250 cm³ Erlenmyeri kolbi ja lisage 50 cm³ vett. Segage hoolikalt.
2. Samasse kolbi lisage 20 cm³ 5,0 % difosfaadi lahust, 5,0 cm³ 4,5 mol/dm³ HCl ja 40 cm³ 10 % KI lahust. Lahus muutub tugevalt häguseks.
3. Katke kolb uuriklaasiga ja hoidke pimedas 3-5 min. Tekib valge sade.
4. Tiitriige kolvi sisu 0,050 mol/cm³ Na₂S₂O₃ lahusega kuni kahvatukollase värvuse tekkimiseni.
5. Lisage 5 cm³ tärglase lahust indikaatoriks ja tiitriige, kuni tumesinine värvus muutub püsivaks – piimjasvalgeks.
6. Märkige kulunud naatriumtiosulfaadi lahuse hulk vastuste lehele.

B. Summarse vask(II) ja raud(III) ionide hulga määramine

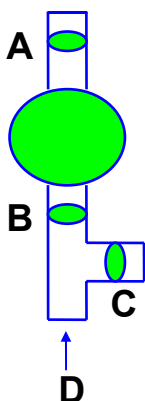
1. Kandke 10,0 cm³ proovi 250 cm³ Erlenmyeri kolbi ja lisage 50 cm³ vett. Segage hoolikalt.
2. Samasse kolbi lisage 2 cm³ 4,5 mol/dm³ HCl ja 40 cm³ 10 % KI lahust. Segage hoolikalt.
3. Katke kolb uuriklaasiga ja hoidke pimedas 3-5 min. Tekib valge sade.
4. Tiitriige kolvi sisu 0,050 mol/dm³ Na₂S₂O₃ lahusega kuni kahvatukollase värvuse tekkimiseni.
5. Lisage 5 cm³ tärglase lahust indikaatoriks ja tiitriige, kuni tumesinine värvus muutub püsivaks – piimjasvalgeks.
6. Märkige kulunud naatriumtiosulfaadi lahuse hulk vastuste lehele.

Täidke 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. Avage sulgur **A** ja vajutage pumbast õhk välja. Sulguri **A** sulgemisel jääb pumba vaakum.
2. Asetage pipett avasse **D**.
3. Asetage pipett mõõtekolvis olevasse lahusesse, avage sulgur **B**. Hõrenduse (vaakumi) tõttu täitub pipett lahusega. Kui vedeliku tase jõuab märgist umbes sentimeetri võrra kõrgemale, sulgege sulgur **B**. Alles seejärel võtke pipett kolvist välja.
4. Sulguri **C** ettevaatliku avamise ja sulgemisega laske vedeliku menisk täpselt kriipsu peale. (Väljavoolav lahus lasta jääkide nõusse.)
5. Asetage pipett kolvi nõnda, et pipett toetuks kolvi seina vastu või puudutaks lahuse pinda. Avage sulgur **C** ja laske vedelikul pipetist välja voolata.

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

2010/2011 õ.a keemiaolümpiaadi lõppvoor

Praktilise vooru vastuste leht. 9. klass

KOOD:

Proovi nr:

1. Tiitrimiste tulemused:

Tiitrimine A (cm ³)	Tiitrimine B (cm ³)

2. Kirjutage tiitrimisel kulgevate reaktsioonide võrrandid

3. Selgitage, miks on vaja lahust hapustada.

4. Selgitage, miks lisatakse tärklise lahus alles tiitrimise lõpuosas.

--

5. Arvutage Cu^{2+} ja Fe^{3+} ionide moolide hulk proovilahuses.

Arvutuskäik:

Vastus: Cu(II) hulk	Vastus: Fe(III) hulk

6. Arvutage Cu^{2+} ja Fe^{3+} ionide massisuhe.

Vastus:

2010/2011 õ.a keemiaolümpiaadi lõppvoor

Praktilise vooru vastuste leht. 10. klass

KOOD:

Proovi nr:

1. Tiitrimiste tulemused:

Tiitrimine A (cm ³)	Tiitrimine B (cm ³)

2. Kirjutage tiitrimisel kulgevate reaktsioonide võrrandid

3. Selgitage, miks on vaja lahust hapustada.

4. Selgitage, miks lisatakse tärklise lahus alles tiitrimise lõpuosas.

--

5. Arvutage, Cu^{2+} ja Fe^{3+} ionide moolide hulk proovilahuses.

Arvutuskäik:	
Vastus: Cu(II) hulk	Vastus: Fe(III) hulk

6. Arvutage Cu^{2+} ja Fe^{3+} ionide massisuhe.

Vastus:

58. keemiaolümpiaadi lõppvooru praktiline töö**11. ja 12. klass****5. märts 2011*****Ohutustehnika***

Aniliin (aminobenseen) on kantserogeenne aine. Etaanhappe anhüdiid on lakrimaator. Vesinikkloriidhape on söövitava toimega. Seetõttu tuleb nende ainetega töötada ettevaatlikult, vältida aurude sissehingamist ja kontakti nahaga. Nahale sattumisel tuleb need ained koheselt veega maha pesta ja pöörduda juhendaja poole.

Atseetaniliidi süntees

Pange 50 cm³ ümarkolbi magnetsegajapulk, kinnitage kolb statiivi külge ning mõõtke kolbi 1 cm³ plastiksüstlaga **0,49 cm³** aminobenseeni (tihedus 1,02 g/cm³; asub Eppendorfis, tähis **PhNH₂**). Lisage **13,5 cm³** vett ja **0,45 cm³** kontsentreeritud vesinikkloriidhapet (vajalik kogus on Eppendorfis, tähis **HCl**) ja segage ca 5 minutit.

Valmistage mõõtudega katseklaasis lahus **0,53 g** veevabast naatriumatsetaadist (täpne kaalutis on kaalunõus, tähis **NaOAc**) **3 cm³** vees. Lisage aminobenseeni lahusele segades tilkhaaval 1 cm³ plastiksüstlaga **0,62 cm³** etaanhappe anhüdiidi (asub Eppendorfis, tähis **Ac₂O**) ja seejärel korruga naatriumatsetaadi lahus.

Segage reaktsioonisegu, samal ajal seda jääga jahutades ja eraldage tekkinud tahke produkt filtrides. Peske sadet filtril 2-3 cm³ jääveega. Vaakumeerige produkt filtril kuivaks ja asetage Petri tassile kuivama.

Kaaluge produkt pärast planaarkromatograafilist analüüsi.

Produkti planaarkromatograafiline analüüs

Kontrollige saadud sünteesiproducti puhtust planaarkromatograafia abil, kandes silikageeliplaadile produkti (kasutage Eppendorfi tähisega **TLC-P**) ja lähteaine aminobenseeni (lahus asub Eppendorfis, tähis **TLC-L**) lahused. Eluendina kasutage **heksaani/etüülatsetaadi segu (1:1)**, mis asub 100 cm³ Erlennmayeri kolbides (tähis **H/E 1:1**, töölaudadel üldiseks kasutamiseks).

Määrake produkti, lähteaine või mistahes lisandi (kui neid on TLC-plaadil näha) retentsioonifaktori **R_f** väärtused ja kandke vastustelehele.

Kaaluge kuivanud produkt ja arvutage saagis vastustelehel.

Vastuste leht**Arvutage retentsioonifaktorid (R_f):**

Lähteaine:

Produkt:

Saagise arvutamine

Teoreetiline saagis (esitage arvutus) g

Petri tassi mass g

Petri tassi mass koos ainega g

Produkti mass g

Saagise protsent (esitage täielik arvutus): %

Küsimused

1. Kirjutage aminobenseeni atsetüülimise reaktsiooni mehhanism.
2. Kuidas on võimalik atsetüülida aminobenseeni HCl soola positiivselt laetud lämmastiktsentrit?

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады по химии 2010/2011 уч. г.

9 и 10 классы

Определение железа и меди иодометрическим титрованием

Введение

Лигатура - это сплав, который добавляют к металлу для получения сплава с нужным составом; по-английски *master alloy*). Для получения лигатур основной металл (например Al, Ni или Cu), взятый в процентно-высоком содержании, смешивают с одним или двумя другими металлами. Лигатуры широко используют в металлургии в качестве вспомогательных сплавов. На металлургических заводах лигатуры добавляют к смесям других расплавленных металлов для изменения их состава и для придания конечному продукту определенных химических, электрических или механических свойств.

Принцип анализа

В данной работе проводится анализ раствора пробы лигатуры, содержащей железо и медь, методом двухэтапного титрования. Количество Cu(II) определяют в растворе, из которого ионы Fe(III) осаждены дифосфатом. По данным второго титрования получают суммарное количество Cu(II) и Fe(III).

Реактивы:

Раствор пробы сплава (лигатуры), содержащий медь и железо.

Раствор тиосульфата натрия, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,050 моль/дм³

Раствор дифосфата натрия, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, 5,0 %

Хлористоводородная кислота, HCl, 4,5 моль/дм³

Раствор иодида калия, KI, 10 %

Раствор крахмала, 5,0 %

Техника безопасности

Вещество	Фаза	R-фраза	S-фраза
раствор HCl	4,5 моль/дм ³	23 25 34 38	26 36 37 39 45
раствор KI	10%	36 38 42 43 61	

Химическая посуда и приспособления

бюретка, 50 см³

градуированный цилиндр, 50 см³

Колба Эрленмайера, 250 см³ (2 шт)

Пипетка, 10 см³

Стекло на колбу Эрленмайера

Ход работы

А. Определение ионов меди(II)

1. Перенесите $10,0 \text{ см}^3$ пробы в колбу Эрленмайера объемом 250 см^3 и прибавьте 50 см^3 воды. Тщательно перемешайте.
2. В эту же колбу прибавьте 20 см^3 $5,0 \%$ раствора дифосфата, $5,0 \text{ см}^3$ $4,5$ моль/л раствора HCl и 40 см^3 10% раствора KI . Раствор становится сильно мутным.
3. Закройте колбу Эрленмайера стеклом и держите в темноте 3-5 мин. Образуется белый осадок.
4. Содержимое колбы оттитруйте $0,050$ моль/ дм^3 раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до образования бледно-желтой окраски.
5. Прибавьте 5 см^3 раствора крахмала (индикатор) и титруйте до тех пор, пока темно-синяя окраска не станет устойчивой молочно-белой.
6. Запишите на листе для ответов израсходованный объем тиосульфата натрия.

В. Определение суммарного количества ионов меди(II) и железа(III)

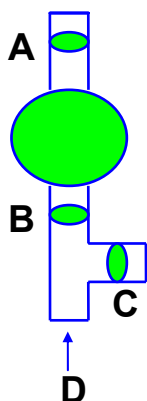
1. Перенесите $10,0 \text{ см}^3$ пробы в колбу Эрленмайера объемом 250 см^3 и прибавьте 50 мл воды. Тщательно перемешайте.
2. В эту же колбу прибавьте 2 мл $4,5$ моль/л раствора HCl и 40 см^3 10% раствора KI . Тщательно перемешайте.
3. Закройте колбу Эрленмайера стеклом и держите в темноте 3-5 мин. Образуется белый осадок.
4. Содержимое колбы оттитруйте $0,050$ моль/ дм^3 раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до образования бледно-желтой окраски.
5. Прибавьте 5 см^3 раствора крахмала (индикатор) и титруйте до тех пор, пока темно-синяя окраска не станет устойчивой молочно-белой.
6. Запишите на листе для ответов израсходованный объем тиосульфата натрия.

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 выдавите 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** - с помощью вакуума пипетка заполняется раствором. 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 точно 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 втекала.

Заключительный тур олимпиады по химии 2010/2011 уч. г.

Лист для ответов экспериментальной работы. 9 класс

Код:

Номер пробы:

1. Результаты титрования:

Титрование А (см ³)	Титрование В (см ³)

2. Напишите уравнения реакций, протекающих при титровании:

3. Объясните, почему раствор нужно подкислить:

4. Объясните, почему раствор крахмала прибавляют только в конце титрования.

--

5. Рассчитайте количество молей ионов Cu^{2+} и Fe^{3+} в растворе пробы.

Ход расчетов:

--

Ответ: количество Cu(II)

Ответ: количество Fe(III)

6. Рассчитайте отношение масс ионов Cu^{2+} и Fe^{3+} .

Ответ:

Заключительный тур олимпиады по химии 2010/2011 уч. г.

Лист для ответов экспериментальной работы. 10 класс

Код:

Номер пробы:

1. Результаты титрования:

Титрование А (см ³)	Титрование В (см ³)

2. Напишите уравнения реакций, протекающих при титровании:

3. Объясните, почему раствор нужно подкислить:

4. Объясните, почему раствор крахмала прибавляют только в конце титрования.

--

5. Рассчитайте количество молей ионов Cu^{2+} и Fe^{3+} в растворе пробы.

Ход расчетов:	
Ответ: количество Cu(II)	Ответ: количество Fe(III)

6. Рассчитайте отношение масс ионов Cu^{2+} и Fe^{3+} :

Ответ:

**Экспериментальная работа заключительного тура
58-ой олимпиады по химии
11 и 12 классы
5 марта 2011**

Техника безопасности

Анилин (аминобензен) является канцерогенным веществом. Ангидрид этановой кислоты является лакриматором (слезоточивым веществом). Хлористоводородная кислота имеет разъедающие свойства. Поэтому с данными веществами нужно работать осторожно, избегая вдыхания паров и попадания веществ на кожу. При попадании на кожу нужно эти вещества немедленно смыть водой и обратиться к руководителю.

Синтез ацетанилида

Поместите палочку от магнитной мешалки в круглодонную колбу объемом 50 см³, закрепите колбу на штативе и отмерьте в колбу пластиковым шприцом 0,49 см³ аминобензена (плотность 1,02 г/см³; помещен в микропробирке эппендорф, обозначен PhNH₂). Прибавьте 13,5 см³ воды и 0,45 см³ концентрированной хлористоводородной кислоты (необходимое количество находится в эппендорфе, обозначено HCl) и перемешивайте примерно 5 минут.

В градуированной пробирке приготовьте раствор из 0,53 г безводного ацетата натрия (точная навеска находится в бюксе, обозначено NaOAc) в 3 см³ воды. К раствору аминобензена прибавьте при перемешивании по каплям пластиковым шприцом 0,62 см³ ангидрида этановой кислоты (находится в эппендорфе, обозначено Ac₂O) и затем сразу весь раствор ацетата натрия.

Перемешивайте реакционную смесь и одновременно охлаждайте ее льдом; отделите образовавшийся твердый продукт фильтрованием. Промойте осадок на фильтре 2-3 миллилитрами ледяной воды. Высушите продукт вакуумом на фильтре и поместите на чашку Петри досушиваться.

Взвесьте продукт после того, как проведете анализ с помощью планарной хроматографии.

Анализ продукта методом планарной хроматографии

Чистоту полученного продукта синтеза проверьте с помощью планарной хроматографии, нанеся на силикагельную пластинку растворы продукта (используйте эппендорф с обозначением TLC-P) и исходного вещества аминобензена (раствор находится в эппендорфе с обозначением TLC-L).

В качестве элюента используйте смесь гексана и этилацетата (1:1), которая находится на рабочих столах общего пользования в колбах Эрленмайера объемом 100 мл (обозначение Н/Е 1:1).

Рассчитайте значения факторов R_f продукта, исходного вещества или какой-либо примеси (если их можно определить визуально на TLC-пластинке). Запишите значения R_f на лист ответов.

Взвесьте высохший продукт и рассчитайте на листе ответов выход продукта.

Лист для ответов**Расчитайте факторы ретенции (R_f):**

исходного вещества:

продукта:

Расчет выхода продукта:

теоретический выход (приведите расчет) г

масса чашки Петри г

масса чашки Петри с продуктом г

масса продукта г

выход синтеза (приведите расчет) %

Вопросы

1. Напишите уравнение и механизм реакции:

2. Почему возможно ацетилировать положительно заряженный центр азота хлористоводородной соли аминобензена?