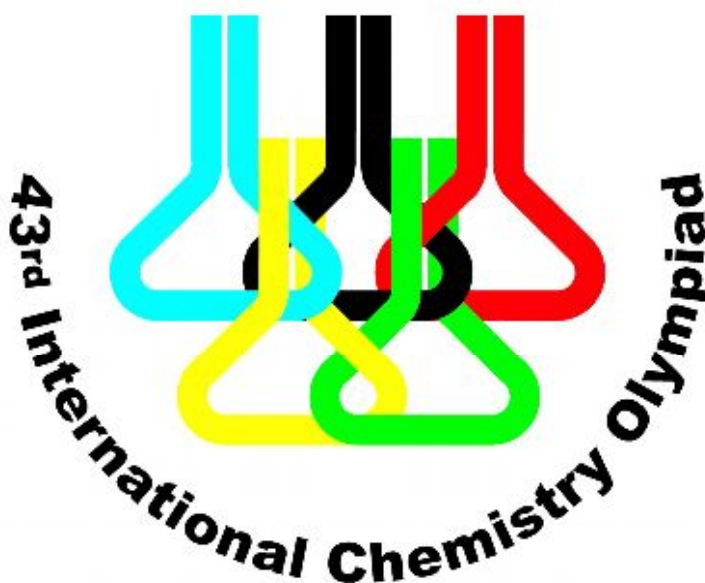


**2011 Ankara, TURKEY**



Сборы кандидатов в команду России на 43 МХО  
ОТБОРОЧНАЯ ПРАКТИЧЕСКАЯ ОЛИМПИАДА

21 июня 2011 года

Москва, МГУ им. М.В. Ломоносова  
Химический факультет

Авторы – А.А.Дроздов, М.К.Беклемишев, А.Г.Мажуга, Р.Л.Антипин

## Список оборудования и реактивов

### **Оборудование на каждого участника:**

1. Стакан на 250 мл – 2 шт.
2. Стакан на 150 мл – 1 шт.
3. Стакан на 50 мл – 1 шт.
4. Электроплитка или водяная баня
5. Фарфоровая чашечка – 1 шт.
6. Колба Бунзена – 1 шт.
7. Воронка Бюхнера – 1 шт.
8. Стеклянная палочка – 1 шт.
9. Навеска аналгина в бюксе с номером - 1 шт.
10. Воронка с фильтром – 1 шт.
11. Штатив с кольцом – 1 шт.
12. Колба мерная на 100 мл.
13. Пипетка на 10 мл – 1 шт
14. Пипетка на 5 мл – 1 шт.
15. Колбы конические на 100 мл для титрования – 2 шт.
16. Цилиндр мерный на 10 мл – 1 шт.
17. Бюретка на 25 мл, закрепленная в штативе – 1 шт.
18. Пипетатор – 1 шт.
19. Промывалка с дистиллированной водой – 1 шт.
20. Стакан на 100 мл – 1 шт.
21. Колба плоскодонная на 25 мл – 1 шт.
22. Колба плоскодонная на 250 мл – 2 шт.
23. Фильтр со стеклянным дном – 1 шт.
24. Набор для ТСХ (пластинка для ТСХ, капилляры, емкость для элюирования)

### **Реактивы на каждого участника:**

1. *Мета*-нитроанилин
2. Этанол
3. Бензальдегид
4.  $\text{NaBH}_4$
5. Элюент этилацетат:гексан=1:4

### Реактивы на двоих участников

1. 0.3 М раствор  $\text{NaOH}$  в банке на 100 мл
2. Раствор иодида калия (0.1 г/мл) в банке из темного стекла
3. 0.04 М раствор перманганата калия в банке из темного стекла
4. 2 М серная кислота в банке 250 мл из светлого стекла
5. Стандартный 0.1 М раствор тиосульфата натрия в банке из темного стекла
6. Раствор крахмала в капельнице

### **Оборудование общего пользования:**

1. Технические весы
2. Воронки Бюхнера (4-5 штук на весь практикум).
3. Бани со льдом (3-4 штуки на всех).
4. Шпатели для реактивов – 2 штуки.
5. Фильтровальная бумага.

### **Реактивы общего пользования:**

1. Дистиллированная вода в банках
2.  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  крист
3.  $\text{KOH}$  крист
4.  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , крист.
5. Ацетон в склянке

**Задача 1. Синтез тригидрата триоксалатоферрата (III) калия (12 баллов)**

Вопрос №	Выход	Чистота	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	Итого:
Очки	40	30	5	10	5	5	5	100

3,5 г  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  растворите в стакане емкостью 250 мл в 50 мл воды. В полученный раствор добавьте раствор 2,5 г гидроксида калия в 50 мл воды и тщательно перемешайте. Приготовьте при нагревании раствор 4,4 г щавелевой кислоты в 60 мл воды. Полученный горячий раствор кислоты прилейте к осадку гидроксида железа (если гидроксид железа в полученном растворе перестанет растворяться, его декантируют). Фильтрат нейтрализуйте осторожным добавлением 3,2 г  $\text{KHCO}_3$ . При осторожном кипячении на электроплитке или на водяной бане упарьте фильтрат до объема 30-35 мл, охладите его до комнатной температуры и перенесите в лед на 20 минут.

Выделившиеся при охлаждении изумрудно-зеленые кристаллы (иногда требуется инициирование выпадения осадка из пересыщенного раствора трением стеклянной палочки по стенкам стакана) отфильтруйте на бумажном фильтре или на воронке Бюхнера, промойте 5 мл ацетона и высушите на воздухе.

Взвесьте продукт, подпишите и сдайте вещество на фильтровальной бумаге вместе с Листами ответов.

Масса бумаги с продуктом \_\_\_\_\_ Масса продукта \_\_\_\_\_

Масса бумаги без продукта \_\_\_\_\_ Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

**Задания**

1.1. Запишите формулу конечного продукта и уравнения реакций

1.2. Изобразите строение комплексного иона, укажите координационный полиэдр центрального атома

1.3. Рассмотрите строение комплекса по МВС и ТКП

1.4. Определите выход продукта реакции

1.5. Возможно ли заменить в синтезе гидрокарбонат калия (поставьте галочки у правильных ответов):

А. Карбонатом калия

Да

Нет

Б. Хлоридом калия

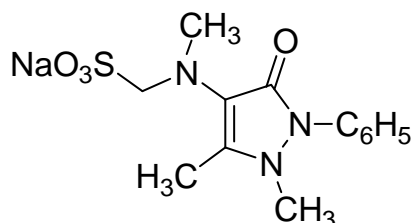
Да

Нет

**Задача 2. Определение анальгина в фармпрепарате методом окислительно-восстановительного титрования (14 баллов)**

Вопрос №	2.1	2.2	Итого:
Очки	80	20	100

Вы получаете точную навеску измельченных таблеток анальгина в пронумерованном бюксе.



**Запишите номер своего бюкса с анальгином: \_\_\_\_\_**

Суспензию, полученную после обработки навески водой, фильтруют через бумажный фильтр для отделения нерастворимых наполнителей. Далее окисляют анальгин избытком перманганата калия в щелочной среде. Величину избытка перманганата определяют, добавив избыток иодида: выделившееся эквивалентное количество иода титруют тиосульфатом. Стехиометрия реакции анальгина с перманганатом – 1:1 (моль/моль). В ходе титриметрического определения не следует оставлять раствор стоять на длительное время.

**Выполнение определения**

1. В бюкс с навеской анальгина добавьте ~10 мл воды. Тщательно перемешайте суспензию палочкой в течение 2–3 мин, чтобы обеспечить полный переход анальгина в раствор.
2. Закрепите стеклянную воронку в кольце, поместите в нее бумажный фильтр и смочите его водой. Подставьте под воронку мерную колбу на 100 мл.
3. Количественно перенесите суспензию препарата анальгина на фильтр и отфильтруйте, собирая фильтрат в колбу.
4. Промойте фильтр дистиллированной водой из промывалки. ВАЖНО: повторите промывку фильтра несколько раз, чтобы количественно смыть раствор анальгина с фильтра.
5. Доведите раствор в колбе до метки, закройте пробкой и тщательно перемешайте, переворачивая колбу.
6. Перенесите часть раствора в стакан. Возьмите пипеткой аликвоту 10.00 мл полученного раствора анальгина и поместите ее в плоскодонную колбу для титрования.

7. Добавьте в колбу дистиллированной воды примерно до 1-й метки (100 мл).
8. Добавьте в колбу с помощью цилиндра ~4 мл 0.3 М щелочи.
9. Налейте в чистый цилиндр ~4 мл раствора иодида калия (0.1 г/мл).
10. Возьмите пипеткой аликвоту 5.00 мл 0.04 М раствора перманганата калия и вылейте ее в колбу для титрования, после чего НЕМЕДЛЕННО прибавьте заготовленный в цилиндре раствор иодида и перемешайте раствор, вращая колбу.
11. Прибавьте примерно 4 мл 2 М серной кислоты и перемешайте.
12. Оттитруйте полученный раствор стандартным 0.1000 М раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски, после чего добавьте 3–4 капли крахмала и продолжайте титрование до исчезновения синего окрашивания.
13. Запишите начальный (по бюретке), конечный и израсходованный объемы раствора тиосульфата натрия в таблицу.

	Титрование №		
	1	2	
Начальное показание бюретки (мл)			
Конечное показание бюретки (мл)			
Израсходованный объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , $V_S$ (мл)			

2.1. Повторите титрование необходимое число раз. Запишите принятый Вами объем титранта:

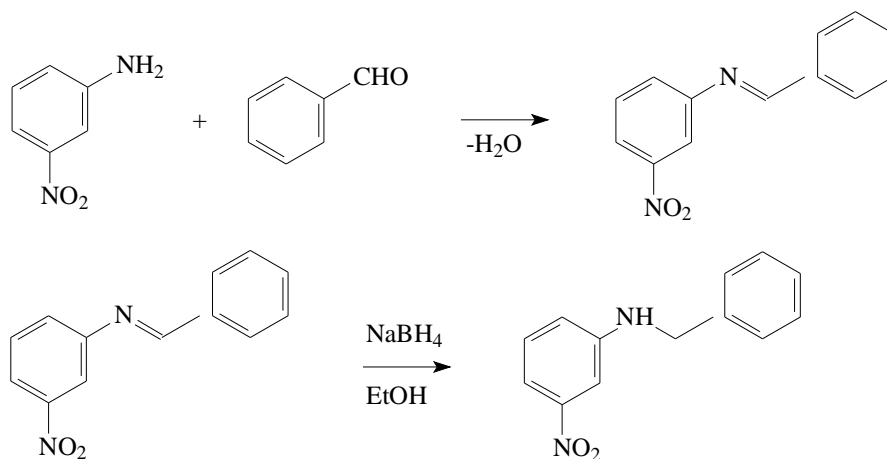
2.2. Выведите формулу для расчета количества аналгина в выданной Вам навеске. Используйте обозначения:  $m$  – искомая масса аналгина в навеске препарата, г;  $M$  – молярная масса аналгина = 319 г/моль (анальгин присутствует в виде моногидрата);  $V_{Mn}$  – объем раствора перманганата (5.0 мл);  $c_{Mn}$  – концентрация раствора перманганата (0.04000 М);  $V_S$  – объем раствора тиосульфата, израсходованный на титрование, мл;  $c_S$  – концентрация стандартного раствора тиосульфата (указана на банке);  $V_{fl}$  – объем мерной колбы (100 мл);  $V_{al}$  – объем аликвоты аналгина (10 мл).

Вывод:

Формула  $m =$

### Задача 3. Синтез N-бензил-3-нитроанилина (14 баллов)

Вопрос №	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	Итого:
Очки	20	20	10	40	10	100



Растворите 1.1 г мета-нитроанилина в 10 мл этанола в плоскодонной колбе объёмом 25 мл и добавьте 1.5 мл бензальдегида к этой смеси. Продолжайте перемешивание в течение 20 мин. После этого поместите колбу в баню, охлаждаемую льдом. При охлаждении колбы начнётся выпадение осадка. Отфильтруйте его на фильтре со стеклянным дном, для промывания осадка используйте фильтрат. Поскольку продукт умеренно растворим в спирте, не промывайте его. Оставьте небольшое количество продукта для тонкослойной хроматографии.

Поместите твёрдый остаток в плоскодонную колбу объёмом 100 мл и растворите в 20 мл этанола. Маленькими порциями медленно добавляйте к этому раствору 0.5 г  $\text{NaBH}_4$  при непрерывном перемешивании. Продолжайте перемешивание в течение 15 мин, а затем вылейте содержимое колбы в 50 мл смеси вода-лёд. Отфильтруйте осадок на воронке с фильтрующим дном и промойте ледяной водой. Высушите продукт и взвесьте его. Подпишите и сдайте вещество на фильтровальной бумаге вместе с Листами ответов.

Масса бумаги с продуктом \_\_\_\_\_ Масса продукта \_\_\_\_\_

Масса бумаги без продукта \_\_\_\_\_ Подпись преподавателя \_\_\_\_\_

После окончания синтеза сравните исходные, промежуточные и конечные вещества методом ТСХ (не забудьте отобрать образцы!). Элюент этилацетат:гексан=1:4.

Отметьте карандашом на пластинке фронт растворителя и пятна соединений. Подпишите на обратной стороне и сдайте ТСХ пластинку вместе с Листами ответов.

3.1. Напишите уравнения и механизмы протекающих реакций.

3.2. Из предложенных ниже вариантов выберете наиболее подходящий реактив/метод проявления пятен на Вашей ТСХ пластинке (поставьте галочку у выбранного ответа)

- Раствор нингидрина
- Раствор соляной кислоты
- Йод
- Раствор перманганата калия

3.3. Какими продуктами может быть загрязнено полученное вещество?

3.4. Определите выход продукта реакции

3.5. Определите  $R_f$  для всех соединений сравнения и для полученного вещества

№№ точки на старте	Вещество	$R_f$