



Сборы кандидатов в команду России на 44 МХО
ОТБОРОЧНАЯ ПРАКТИЧЕСКАЯ ОЛИМПИАДА

25 мая 2012 года

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

Список оборудования и реактивов

Оборудование на каждого участника:

1. Колба мерная на 100 мл с пробкой с анализируемым раствором - 1 шт.
2. Пипетка Мора на 10 мл - 1 шт.
3. Груша или пипетатор – 1 шт.
4. Бюретка (лучше с краном) – 1 шт.
5. Штатив (под бюретку) 1 шт.
6. Воронка маленькая (заливать в бюретку) – 1 шт.
7. Стаканчик (подставлять под бюретку) – 1 шт.
8. Колбы для титрования на 125 мл – 2 шт.
9. Промывалка с дистиллированной водой – 1 шт.
10. Цилиндр на 10 или 20 мл (для воды)
11. Стакан термостойкий на 100 мл – 2 шт.
12. Магнитная мешалка с подогревом – 1 шт.
13. Стакан на 250 мл – 1 шт.
14. Фильтр шотта – 1 шт.
15. Капилляр

Реактивы на каждого участника:

1. NaOH 0.08333 M, 110 мл на человека (*долива не будет*) в пузырьке
2. Пентагидрат сульфата меди (II)
3. Моногидрат оксалата калия
4. о-Фенилендиамин
5. Нитрит натрия

Оборудование общего пользования:

1. Технические весы
2. Бани со льдом (3-4 штуки на всех).
3. Шпатели для реактивов – 2 штуки.
4. Фильтровальная бумага.
5. Аппарат для определения температуры плавления
6. Трубка для набивки карилляра

Реактивы общего пользования:

1. Дистиллированная вода в банках)
2. Индикатор метиловый оранжевый, 0,1%-ный водный раствор – 1 шт. на стол
3. Индикатор тимолфталеин, 0,1%-ный раствор в этаноле – 1 шт. на стол
4. Дигидрофосфат натрия NaH_2PO_4 , 0,033 M раствор, для приготовления свидетеля- 1 шт. на стол
5. Уксусная кислота
6. 2M раствор гидроксида натрия
7. Бензол

Задача 1. Синтез дигидрата диоксалатокупрата(II) калия (12 баллов)

Вопрос №	Выход	1.1	1.2	1.3	1.4	Итого:
Очки	65	10	10	5	10	100

Внесите в термостойкий химический стакан емкостью 100 мл 5,00 г пентагидрата сульфата меди(II) и 10 мл воды; растворите кристаллы в воде; нагрейте раствор до 90 °С. Внесите в другой химический стакан емкостью 100 мл стехиометрическое количество моногидрата оксалата калия и 20 мл воды; растворите кристаллы в воде и нагрейте раствор до 90 °С. Не охлаждая растворов, прилейте при интенсивном перемешивании раствор сульфата меди(II) к раствору оксалата калия.

Смесь охладите в водяной бане до 10 °С, внося в воду лед. Наблюдайте кристаллизацию продукта. Отделите кристаллы от раствора вакуумным фильтрованием и высушите на воздухе.

Определите массу продукта синтеза.

Масса бумаги с продуктом _____ Масса продукта _____

Масса бумаги без продукта _____ Подпись преподавателя _____

Задания.

1.1. Запишите формулу конечного продукта и уравнение реакции

1.2. Рассчитайте массу гидрата оксалата калия

1.3. Определите выход продукта

1.4. Изобразите геометрию комплексного иона

Задача 2. Определение фосфорной кислоты и дигидрофосфата в смеси (15 баллов)

Вопрос №	1.1	1.2	1.3	1.4	Итого:
Очки	40	40	16	4	100

Фосфорная кислота является трехосновной. Отношение величин ее последовательных констант кислотности больше 10^4 , поэтому теоретически можно оттитровать каждый из трех ионов водорода; но так как K_3 очень мала, практически можно непосредственно титровать только первые два иона водорода, применяя соответствующие индикаторы: метиловый оранжевый и тимолфталейн, соответственно. Однозамещенный фосфат имеет рН 4,40–4,45, при этом значении метиловый оранжевый почти полностью находится в щелочной форме. Поскольку его цвет все же не совершенно желтый, лучше воспользоваться свидетелем. Погрешность титрования не более 0.5%. Несколько менее точно определение фосфорной кислоты как двухосновной: 0.05 М раствор двузамещенного фосфата имеет рН около 9.6, в качестве индикатора можно использовать тимолфталейн. Если в растворе присутствует метиловый оранжевый, раствор делается зеленым.

Задача работы заключается в определении фосфорной кислоты и однозамещенного фосфата при совместном присутствии. Первое титрование щелочью выполняют по метиловому оранжевому, а второе – по тимолфталейну.

Выполнение определения. Анализируемый раствор в колбе на 100 мл доводят водой до метки и перемешивают. В бюретку наливают стандартный раствор гидроксида натрия. Для титрования H_3PO_4 до $H_2PO_4^-$ отбирают пипеткой 10,00 мл анализируемого раствора, прибавляют цилиндром 10 мл дистиллированной воды, 1 каплю метилового оранжевого и титруют до изменения окраски раствора из розовой в чисто-желтую. В качестве свидетеля применяют раствор NaH_2PO_4 . Для приготовления свидетеля в коническую колбу отбирают мерным цилиндром 30 мл раствора NaH_2PO_4 и прибавляют 1 каплю метилового оранжевого.

Запишите начальный (по бюретке), конечный и израсходованный объемы раствора гидроксида натрия в таблицу.

Титрование фосфорной кислоты	Титрование №		
	1	2	
Начальное показание бюретки (мл)			
Конечное показание бюретки (мл)			
Израсходованный объем раствора NaOH, V_{NaOH} (мл)			

Повторите титрование необходимое число раз.

1.1. Запишите принятый Вами объем титранта: мл.

Для титрования до HPO_4^{2-} к уже оттитрованному раствору прибавляют 5 капель тимолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до появления бледно-зеленой окраски. Запишите начальный, конечный и израсходованный объемы раствора гидроксида натрия в таблицу.

Титрование дигидрофосфата	Титрование №		
	1	2	
Начальное показание бюретки (мл)			
Конечное показание бюретки (мл)			
Израсходованный объем раствора NaOH, V_{NaOH} (мл)			

1.2. Повторите титрование необходимое число раз.

Запишите принятый Вами объем титранта: мл.

1.3. Выведите формулы для расчета количеств фосфорной кислоты и дигидрофосфата в мерной колбе (М) и запишите их ниже:

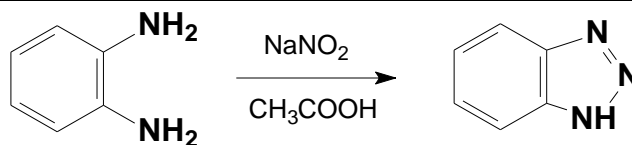
Вывод:

1.4. Рассчитайте концентрации фосфорной кислоты и дигидрофосфата в растворе:

H_3PO_4 М, NaH_2PO_4 М

Задача 3. Синтез бензотриазола (13 баллов)

Вопрос №	Выход	Тпл	3.1	3.2	3.3	3.4	Итого:
Очки	30	30	15	5	5	15	100



В стакане ёмкостью 250 мл растворяют 5.4 г о-фенилендиамин в смеси 12 мл уксусной кислоты и 25 мл воды. К полученному раствору при перемешивании порциями по 2-3 мл добавляют раствор 3.5 г нитрита натрия в 10 мл воды. Происходит самопроизвольное разогревание реакционной смеси, температура достигает 70°C и окраска становится оранжево-красной. Раствор охлаждают на водяной бане и нейтрализуют добавлением 2М раствора гидроксида натрия до pH=7, продолжая перемешивать смесь до прекращения выпадения осадка. Осадок отфильтровывают, промывают ледяной водой (4x25 мл) и перекристаллизовывают из бензола (5мл/1г в-ва). Очищенный препарат взвешивают и измеряют Тпл.

Масса бумаги с продуктом _____

Масса продукта _____

Масса бумаги без продукта _____

Подпись преподавателя _____

Температура плавления _____ °C

Подпись преподавателя _____

Вопросы:

3.1. Напишите механизмы протекающих процессов

2. Почему необходимо осторожно добавлять раствор аммиака до pH=7? Что произойдет при действии избытка раствора аммиака?

3. Можно ли вместо уксусной кислоты использовать серную или соляную кислоту? Поставьте крестик в нужную ячейку

Да

Нет

4. Опишите спектр ПМР полученного продукта.