

Практический тур

«Химия объединяет мир»
49-я Международная химическая
олимпиада
Накхонпатхом, ТАЙЛАНД

Общие указания

- **Комплект заданий:** Задание практического тура включает в себя 3 задачи (Задача 1А, Задача 1В и Задача 2) на 38 страницах (включая листы ответов).
- **Ознакомление с заданием:** У вас есть 15 минут для ознакомления с текстами всех заданий до начала проведения эксперимента. Вы можете попросить официальную английскую версию **только для уточнения непонятных формулировок**.
- **Отведенное время:** На выполнение всех заданий экспериментального тура Вам отводится 5 часов. При планировании работы учтите, что на выполнение некоторых операции необходимо 20-30 минут.
- **Начало/окончание:** Вы должны начать работу только после команды «**Start**». Вы обязаны немедленно завершить работу после команды «**Stop**».
 - Преподаватель предупредит вас, когда до завершения практического тура останется 30 минут.
 - Задержка на **1 минуту** после команды «**Stop**» приведет к нулевому баллу за практический тур.
 - После команды «**Stop**» поместите все листы практического тура в выданный вам конверт и ждите у своего рабочего места. Преподаватель подойдет к вам, заберет конверт и подписанную емкость с продуктом, а также проверит рабочее место.
- **Техника безопасности:** Вы должны соблюдать все правила техники безопасности, представленные в инструкциях МХО. Находясь в лаборатории, вы обязаны носить лабораторные очки. Если вам разрешит преподаватель, вы можете работать в своих оптических очках. Вы можете использовать выданные вам перчатки при работе с реагентами.
 - Если вы нарушите технику безопасности, преподаватель сделает вам только **ОДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**. Последующее нарушение техники безопасности приведет к вашему удалению из лаборатории и нулевому баллу за весь практический тур.
 - В лаборатории категорически запрещено есть и пить.
 - **Строго запрещено** набирать жидкости в пипетки ртом.
 - В случае возникновения вопросов по технике безопасности обращайтесь к преподавателю. Если вам необходимо выйти из лаборатории (в туалет или перекусить), обратитесь к преподавателю.

- Рабочее место:** Вам разрешается работать только в отведенных для вас местах. Совместно используемое пространство и оборудование содержите в чистоте.
- Добавление реактивов/замена оборудования:** если не указано иное, то дополнительные реактивы или замена оборудования не предусмотрены. В случае необходимости реактив может быть добавлен или оборудование может быть заменено только один раз без штрафа. Каждый последующий запрос на добавление/замену будет штрафовать 1 баллом из 40 баллов за практический тур.
- Утилизация отходов:** Оставьте все реактивы и оборудование на ваших рабочих местах. Химические отходы переносите в специально обозначенные емкости.
- Листы ответов:** Все результаты и ответы должны быть аккуратно записаны только в отведенных для этого местах. Оцениваться будут только те ответы, которые написаны **ручкой**.
- Используйте только те ручки, которые были вам выданы.
 - Все, что будет написано за пределами отведенных мест, **не будет оцениваться**. Вы можете использовать обратные стороны листов в качестве черновиков.
 - Для всех расчетов используйте только выданный вам калькулятор.
- Питьевая вода / закуски.** Если вы захотите пить или есть, вы можете сделать это за пределами лаборатории.
- Один спектрофотометр используется двумя участниками.**

В течение первых двух часов практического тура используйте спектрофотометр тогда, когда он свободен. Если прибор занят, вам необходимо будет дождаться, пока другой участник не закончит свою работу на спектрофотометре (если он начал работать раньше). При этом вы не можете использовать спектрофотометр более 1 часа подряд. (При превышении данного времени использования вам придётся прекратить работу на спектрофотометре, чтобы второй участник также мог выполнить работу на нём). Вы можете вернуться к работе на спектрофотометре, если он освободился. Правильно распределите свою работу, чтобы не терять время на ожидание.

Время	09:00-10:00	10:00-11:00	11:00-12:00	12:00-13:00	13:00-14:00
Доступ к спектрофотометру	в порядке очереди	в порядке очереди	L	R	в порядке очереди

L = участник, находящийся слева от спектрофотометра

R = участник, находящийся справа от спектрофотометра

**Вы имеете право выполнять задания
в любой последовательности.**

Практический тур

Задача 1А

Реактивы и оборудование (Задание 1А).**I. Реактивы**

	Этикетка	Коды опасности^a
Контрольный раствор для проверки спектрофотометра, 80 мл в пластиковой бутылочке	Instrument check solution	
$2.00 \cdot 10^{-4}$ М раствор индикатора метилового оранжевого, 30 мл в стеклянной бутылочке с широким горлом	Methyl orange indicator solution	H301
$1.00 \cdot 10^{-3}$ М раствор индикатора бромтимолового синего, 30 мл в стеклянной бутылочке с широким горлом	Bromothymol blue indicator solution	H224
Раствор индикатора метилового красного, 10 мл в стеклянной бутылочке с широким горлом	Methyl red indicator solution	H225-H319-H371
1 М раствор HCl, 30 мл в пластиковой бутылочке	HCl	H290-H314-H335
1 М раствор NaOH, 30 мл в пластиковой бутылочке	NaOH	H290-H314
Буферный раствор А, 110 мл в пластиковой бутылочке	solution A	
Неизвестный раствор X, 50 мл в пластиковой бутылочке	Unknown solution X	
Неизвестный раствор Y, 50 мл в пластиковой бутылочке	Unknown solution Y	
Неизвестный раствор Z, 50 мл в пластиковой бутылочке	Unknown solution Z	

^aСм. страницу 36 для расшифровки кодов опасности**II. Посуда и оборудование**

Общее оборудование	Количество
Спектрофотометр	1 для двух участников
Персональная посуда и оборудование	Количество
Химический стакан, 25 мл	2
Мерная колба, 25.00 мл	9
Мерная пипетка, 2.00 мл	2

Мерный цилиндр, 10.0 мл	3
Пипетки Пастера стеклянные	6
Резиновые груши для пипеток Пастера	6
Груша для мерных пипеток (трехходовая)	1
Пластиковый лоток для пипеток	1
Пробирки (13 x 100 мм)	6
Штатив для пробирок	1
Пластиковая кювета, длина оптического пути 1.00 см	1
Емкость для отходов «Waste», 1 л	1
Набор наклеек в закрытом пластиковом пакете	1

Задача 1А 13 баллов	a		b			c		Всего
	a1	a2	b1	b2	b3	c1	c2	
Максимум	12	2	6	1	1	2	2	26
Результат								

Данная задача оценивается в 13 баллов

Задание 1А: Кислотно-основные индикаторы и их применение в измерении рН

Кислотно-основными индикаторами называют слабые кислоты (или основания), имеющие различную окраску в кислотной форме (HIn, цвет 1) и основной форме (In⁻, цвет 2). В разбавленных водных растворах устанавливается следующее равновесие:



Изменение рН раствора, содержащего индикатор, приводит к смещению указанного выше равновесия в сторону реагентов (HIn) или продуктов (In⁻), что влечет за собой изменение цвета раствора, который, в свою очередь, зависит от концентраций каждой из форм индикатора, присутствующих в растворе. В сильнокислой среде большая часть молекул индикатора будет находиться в форме HIn (цвет 1), а в сильнощелочной среде большая часть молекул индикатора будет находиться в форме In⁻ (цвет 2). При промежуточных значениях рН, в зависимости от относительных количеств HIn и In⁻, присутствующих в растворе, цвет раствора будет промежуточным между цветом 1 (поглощение при длине волны 1) и цветом 2 (поглощение при длине волны 2).

После измерения значения оптической плотности при двух длинах волн концентрации HIn и In⁻ можно найти с помощью следующей системы уравнений:

$$A^{\lambda^1}_{\text{общая}} = A^{\lambda^1}_{\text{HIn}} + A^{\lambda^1}_{\text{In}^-} = \varepsilon^{\lambda^1}_{\text{HIn}} b[\text{HIn}] + \varepsilon^{\lambda^1}_{\text{In}^-} b[\text{In}^-]$$

$$A^{\lambda^2}_{\text{общая}} = A^{\lambda^2}_{\text{HIn}} + A^{\lambda^2}_{\text{In}^-} = \varepsilon^{\lambda^2}_{\text{HIn}} b[\text{HIn}] + \varepsilon^{\lambda^2}_{\text{In}^-} b[\text{In}^-]$$

где b – это длина оптического пути, а ε – молярный коэффициент экстинкции.

Как показано в следующем уравнении, при определенном значении рН концентрации HIn и In⁻ в растворе связаны с константой кислотности (K_a) индикатора:

Таким образом, при известном значении рН константа кислотности (K_a) индикатора может быть рассчитана, если известно отношение концентраций форм HIn и In^- в растворе.

Настройка прибора

Инструкция по использованию спектрофотометра

1. Установите на спектрофотометре режим измерения оптической плотности на необходимой длине волны, как указано на схеме, приведённой ниже.
2. Заполните кювету дистиллированной водой, протрите и поместите в спектрофотометр.
3. Выставьте ноль оптической плотности по воде.
4. Выньте кювету, замените воду в кювете анализируемым раствором. Перед тем, как поместить кювету в спектрофотометр, убедитесь, что в кювете отсутствуют пузырьки воздуха, и протрите внешнюю сторону кюветы салфеткой.
5. Проведите измерение оптической плотности образца.

Примечание: при смене длины волны не забудьте выставить ноль относительно воды.

Шаг 1: Выберите пункт 1

Нажмите кнопку 1 для выбора режима фотометрирования.

Примечание: если на экране не показано главное меню, как показано на рисунке слева, нажмите [return] на клавиатуре.

Шаг 2: Выберите пункт 1

Нажмите кнопку 1 для выбора режима фотометрирования при одной длине волны.

Шаг 3: Установите длину волны

Нажмите кнопку [GO TO WL], чтобы установить длину волны.

Наберите число на клавиатуре.

Примечание: например, если нужна длина волны 432 нм, нажмите на клавиатуре 4, 3, 2.

Нажмите [ENTER] на клавиатуре.

[GO TO WL] → 4 3 2 → [ENTER]

Примечание: если на экране не появляется «Abs», нажмите на клавиатуре [F1] и переключитесь между %T и Abs.

Шаг 4: Измерьте оптическую плотность

Поместите кювету с водой в спектрофотометр и нажмите [AUTO ZERO] на клавиатуре.

Поместите кювету с исследуемым раствором образца в спектрофотометр и измерьте оптическую плотность

Повторите шаги 3-4 для измерения оптической плотности на другой длине волны.

Общая информация

В 0.1 М HCl индикаторы находятся только в кислотной форме (HIn).

В 0.1 М NaOH индикаторы находятся только в основной форме (In⁻).

Значения, написанные в пунктирных рамках, баллами не оцениваются.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Участникам рекомендуется проверить спектрофотометр перед началом работы, измерив значение оптической плотности контрольного раствора при двух различных длинах волн (430 нм и 620 нм)

На протяжении всего эксперимента был использован спектрофотометр № _____

Запишите значения оптической плотности для контрольного раствора.

	A (при 430 нм)	A (при 620 нм)
Измеренное вами значение	_____	_____
Допустимый интервал	0.220 – 0.260	0.450 – 0.510

В случае, если измеренное значение попадает в указанный допустимый интервал, вы можете продолжать выполнение задания. В противном случае обратитесь за помощью к преподавателю.

Часть а**Измерение оптической плотности кислотно-основного индикатора (метилоранжа) в сильнокислой и сильнощелочной среде**

1. Отберите пипеткой 1.50 мл 2.00×10^{-4} М раствора **индикатора метилоранжа** в мерную колбу на 25.00 мл, добавьте 2.5 мл 1 М HCl и доведите до метки дистиллированной водой. Измерьте оптическую плотность при 470 и 520 нм.
2. Отберите пипеткой 2.00 мл 2.00×10^{-4} М раствора **индикатора метилоранжа** в мерную колбу на 25.00 мл, добавьте 2.5 мл 1 М NaOH и доведите до метки дистиллированной водой. Измерьте оптическую плотность при 470 и 520 нм.
3. Рассчитайте молярные коэффициенты экстинкции **метилоранжа** в кислотной и основной формах при 470 и 520 нм.

a1) *Запишите значения оптической плотности раствора метилоранжа в кислой и щелочной среде.*

(Необязательно заполнять всю пунктирную таблицу)

Метилоранж в кислотной форме	A (при 470 нм)	A (при 520 нм)
Эксперимент 1		
Эксперимент 2		
Эксперимент 3		
Принятое вами значение (3 цифры после запятой)	_____	_____

Метилоранж в основной форме	A (при 470 нм)	A (при 520 нм)
Эксперимент 1		
Эксперимент 2		
Эксперимент 3		
Принятое вами значение (3 цифры после запятой)	_____	_____

a2) Рассчитайте молярные коэффициенты экстинкции **метилоранжа** в кислотной и основной формах (размерность $M^{-1} \text{ cm}^{-1}$)

Место для расчетов

Молярные коэффициенты экстинкции **метилоранжа** (размерность $M^{-1} \text{ cm}^{-1}$):

	Кислотная форма (HIn)	Основная форма(In ⁻)
--	-----------------------	----------------------------------

Метилоранж	$\epsilon_{\text{HIn}}^{470}$	$\epsilon_{\text{HIn}}^{520}$	$\epsilon_{\text{In}^-}^{470}$	$\epsilon_{\text{In}^-}^{520}$
	_____	_____	_____	_____

Часть b**Измерение оптической плотности кислотно-основного индикатора (бромтимолового синего) в буферном растворе**

Бромтимоловый синий – кислотно-основный индикатор, имеющий желтую окраску в кислотной форме (HIn) и синюю – в основной форме (In⁻). Максимум поглощения кислотной формы приходится на 430 нм, а основной – на 620 нм. Молярные коэффициенты экстинкции бромтимолового синего в кислотной форме равны 16600 М⁻¹ см⁻¹ при 430 нм и 0 М⁻¹ см⁻¹ при 620 нм. Молярные коэффициенты экстинкции бромтимолового синего в основной форме равны 3460 М⁻¹ см⁻¹ при 430 нм и 38000 М⁻¹ см⁻¹ при 620 нм.

1. Отберите 1.00 мл раствора **бромтимолового синего** с концентрацией 1.00·10⁻³ М в мерную колбу на 25.00 мл и доведите до метки, используя раствор А (раствор А – буфер с рН = 7.00).
2. Измерьте оптическую плотность при 430 и 620 нм.
3. Рассчитайте концентрации кислотной и основной форм **бромтимолового синего** в мерной колбе.
4. Рассчитайте константу кислотности **бромтимолового синего**.

b1) Запишите измеренные вами значения оптической плотности бромтимолового синего в буферном растворе

(Вам не обязательно заполнять всю пунктирную таблицу)

Бромтимоловый синий в буферном растворе	А (при 430 нм)	А (при 620 нм)
Эксперимент 1		
Эксперимент 2		
Эксперимент 3		
Принятое вами значение (3 цифры после запятой)	_____	_____

b2) Рассчитайте концентрации кислотной и основной форм бромтимолового синего в конечном растворе.

Место для расчетов

Концентрации кислотной и основной форм бромтимолового синего в конечном растворе таковы:

$[\text{HIn}]$, моль/л	$[\text{In}^-]$, моль/л
_____ (3 значащие цифры)	_____ (3 значащие цифры)

b3) Рассчитайте константу кислотности бромтимолового синего по результатам эксперимента.

Место для расчетов

Константа кислотности бромтимолового синего по результатам эксперимента равна:

Константа кислотности = _____ (3 значащие цифры)

Часть с

Определение рН раствора с использованием кислотно-основного индикатора (метилового красного)

Метиловый красный – кислотно-основный индикатор, имеющий розово-красный цвет в кислотной форме (HIn) и желтый – в основной форме (In^-). Молярные коэффициенты экстинкции кислотной формы равны $9810 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ при 470 нм и $21500 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ при 520 нм. Молярные коэффициенты экстинкции основной формы равны $12500 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ при 470 нм и $1330 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ при 520 нм. Для метилового красного $pK_a = 4.95$.

Примечание: В этой части необязательно точно измерять объемы, так как на точность результата это не повлияет.

1. Заполните пробирку на четверть раствором X с неизвестным рН. Добавьте три капли раствора **метилового красного** и тщательно перемешайте. Запишите цвет.
2. Заполните пробирку на четверть раствором Y с неизвестным рН. Добавьте три капли раствора **метилового красного** и тщательно перемешайте. Запишите цвет.
3. Заполните пробирку на четверть раствором Z с неизвестным рН. Добавьте три капли раствора **метилового красного** и тщательно перемешайте. Запишите цвет.

Запишите цвет индикатора в растворах (не оценивается)

Индикатор	Наблюдаемый цвет		
	В растворе X	В растворе Y	В растворе Z
Метиловый красный			

с1) Из трех выданных растворов выберите тот, в котором можно спектрофотометрически определить значение рН, используя метиловый красный в качестве индикатора.

- Раствор X Раствор Y Раствор Z

4. С помощью мерного цилиндра перенесите 10 мл выбранного вами неизвестного раствора в стакан. Добавьте три капли раствора **метилового красного** и тщательно перемешайте. Измерьте и запишите значения оптической плотности при 470 и 520 нм.
5. Рассчитайте отношение концентраций основной и кислотной форм **метилового красного** в растворе.
6. Рассчитайте рН выбранного вами неизвестного раствора.

Запишите значения оптической плотности в получившемся растворе

Выбранный вами неизвестный раствор	A (при 470 нм)	A (при 520 нм)

с2) Рассчитайте отношение концентраций основной и кислотной форм метилового красного в неизвестном растворе и рН этого раствора

Место для расчетов

Запишите отношение концентраций основной и кислотной форм метилового красного в неизвестном растворе и рН этого раствора:

раствор	$[\text{In}^-] / [\text{HIn}]$	рН
	(2 цифры после запятой)	(2 цифры после запятой)

Практический тур

Задача 1В

Реактивы и оборудование (Задание 1В)**I. Реактивы**

	Этикетка	Коды опасности^a
Раствор А (KIO₃ 10.7042 г в 5.00 литрах), 60 мл в пластиковой бутылочке	Solution A (KIO₃ 10.7042 g in 5.00 dm³)	H272-H315-H319-H335
Раствор В (насыщенный раствор Са(IO₃)₂), 50 мл в пластиковой бутылочке	Solution B	H272-H315-H319-H335
Раствор С (насыщенный раствор Са(IO₃)₂ в разбавленном растворе KIO₃ неизвестной концентрации), 50 мл в пластиковой бутылочке	Solution C	H272-H315-H319-H335
Раствор Na₂S₂O₃, 200 мл в пластиковой бутылке	Na₂S₂O₃	
KI 10%, 100 мл в пластиковой бутылке	KI 10% (w/v)	H300+H330-H312-H315-H319-H335
1М раствор HCl, 100 мл в пластиковой бутылке	HCl 1 mol dm⁻³	H290-H314-H335
Раствор крахмала 0.1%, 30 мл в стеклянной капельнице	Starch solution 0.1% (w/v)	
Дистиллированная вода, 500 мл в промывалке	Distilled water	
Дистиллированная вода, 1000 мл в пластиковом сосуде	Distilled water	

^aСм. страницу 36 для расшифровки кодов опасности**II. Посуда и оборудование**

Индивидуальная посуда и оборудование	Количество
Химический стакан, 100 мл	2
Химический стакан, 250 мл	1
Коническая колба, 125 мл	9
Пипетка Мора, 5.00 мл	2
Пипетка Мора, 10.00 мл	1
Мерный цилиндр, 10.0 мл	1
Мерный цилиндр, 25.0 мл	2
Пипетка Пастера стеклянная	1
Резиновая груша для пипетки Пастера	1

Стеклянная коническая воронка, диаметр 7.5 см	2
Пластиковая коническая воронка, диаметр 5.5 см	1
Фильтровальная бумага в закрытом пластиковом пакете	3
Бюретка, 50.00 мл	1
Штатив и держатель для бюретки	1
Металлическое кольцо с муфтой	2

Задача 1В	a			b			c			Всего
	a1	a2	a3	b1	b2	b3	c1	c2	c3	
Максимум	1	5	1	6	1	2	6	1	3	26
Результат										

Задача оценивается в 13 баллов**Задача 1В: Иодат кальция**

Иодат кальция является неорганической солью и состоит из ионов кальция и иодат-ионов. Соль $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ малорастворима в воде. Между осадком и насыщенным раствором этой соли устанавливается равновесие:



Для определения концентрации иодат-ионов в насыщенном растворе будет использован метод титрования. Затем из полученных данных необходимо рассчитать величину произведения растворимости K_{sp} для соли $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$.

Концентрация иодат-ионов будет определена титрованием стандартным раствором тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) в присутствии иодида калия (KI). В качестве индикатора будет использован крахмал.

Работа состоит из трех частей: **a**, **b** и **c**. В части **a** следует стандартизировать раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. В части **b** необходимо определить K_{sp} для $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$.

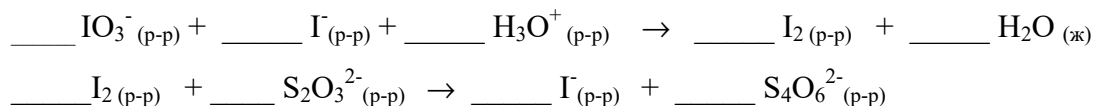
В части **c** будет использован раствор, полученный добавлением твердого $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ к разбавленному раствору KIO_3 неизвестной концентрации. После выдерживания в течение 3 дней в этой системе установилось равновесие между осадком и раствором. С помощью описанного выше титрования необходимо определить концентрацию иодат-ионов в растворе и затем на основании полученных данных рассчитать неизвестную концентрацию исходного разбавленного раствора KIO_3 .

Часть a**Стандартизация раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**

1. Заполните бюретку раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
2. В коническую колбу поместите аликвоту 10.00 мл стандартного раствора KIO_3 (обозначен как раствор А и содержит 10.7042 г KIO_3 в 5.00 л раствора). Добавьте в эту же колбу 10 мл 10 %-ного раствора KI и 10 мл раствора 1M раствора HCl. Из-за образования I_2 смесь должна окраситься в темно-коричневый цвет.
3. Титруйте смесь раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до тех пор, пока раствор не станет бледно-желтого цвета. Затем добавьте 2 мл 0.1 %-ного раствора крахмала. Раствор должен приобрести темно-синий цвет. Осторожно дотитруйте раствор до точки

эквивалентности (раствор должен стать бесцветным). Запишите объем $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедший на титрование.

a1) Вставьте пропущенные коэффициенты.



a2) Объемы раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедшие на титрование.

(Нет необходимости заполнять все ячейки таблицы)

	Номер титрования		
	1	2	3
Начальное показание объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в бюретке, мл			
Конечное показание объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в бюретке, мл			
Объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедший на титрование, мл			
Объем раствора, принятый для расчетов, мл; $V_1 =$			

a3) Рассчитайте молярную концентрацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Концентрация раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, моль/л : _____ (в ответе приведите число с 4 знаками после запятой)

(Если вы не смогли в этой части эксперимента определить концентрацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, то при дальнейших расчетах используйте значение этой концентрации 0.0700 М.)

Часть b**Определение K_{sp} для $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$**

1. Вам выдан отфильтрованный насыщенный раствор $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ (раствор В).
2. В коническую колбу поместите 5.00 мл раствора В. Добавьте в эту же колбу 10 мл 10 %-ного раствора KI и 10 мл раствора 1М раствора HCl .
3. Титруйте смесь раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до тех пор, пока раствор не станет светло-желтым. Затем добавьте 2 мл 0.1 %-ного раствора крахмала. Раствор должен приобрести темно-синий цвет. Осторожно дотитруйте раствор до точки эквивалентности (раствор должен стать бесцветным). Запишите величину объема $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедшего на титрование.

b1) Запишите объемы раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедшие на титрование.

(Нет необходимости заполнять все ячейки таблицы)

	Номер титрования		
	1	2	3
Начальное показание объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в бюретке, мл			
Конечное показание объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в бюретке, мл			
Затраченный на титрование объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, мл			
Объем раствора, принятый для расчетов, мл; $V_2 =$			

b2) Рассчитайте молярную концентрацию ионов IO_3^- .

Концентрация ионов IO_3^- , моль/л: _____ (в ответе приведите число с 4 знаками после запятой)

b3) Рассчитайте значение K_{sp} для $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$

K_{sp} для $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 =$ _____ (приведите ответ с 3 значащими цифрами)

(Если вы не можете вычислить K_{sp} , для дальнейших расчётов используйте значение $7 \cdot 10^{-7}$.)

Часть с

Установление концентрации неизвестного разбавленного раствора KIO_3

1. Вам выдан насыщенный раствор $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ в разбавленном растворе KIO_3 неизвестной концентрации (раствор С).
2. В коническую колбу поместите 5.00 мл раствора С. Добавьте в эту же колбу 10 мл 10 %-ного раствора KI и 10 мл раствора HCl с концентрацией 1 моль/л.
3. Титруйте смесь раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до тех пор, пока раствор не станет светло-желтого цвета. Затем добавьте 2 мл 0.1 %-ного раствора крахмала. Раствор должен приобрести темно-синий цвет. Осторожно дотитруйте раствор до точки эквивалентности (раствор должен стать бесцветным). Запишите величину объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедшего на титрование.

c1) Запишите объемы раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедшие на титрование.

(Нет необходимости заполнять все ячейки таблицы)

	Номер титрования		
	1	2	3
Начальное показание объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в бюретке, мл			
Конечное показание объема раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в бюретке, мл			
Объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пошедший на титрование, мл			
Объем раствора, принятый для расчетов, мл; $V_3 =$			

c2) Рассчитайте концентрацию ионов IO_3^- в растворе С.

Концентрация ионов IO_3^- , моль/л: _____ (в ответе приведите число с 4 знаками после запятой)

с3) Рассчитайте концентрацию неизвестного разбавленного раствора KIO_3 .

Концентрация ионов KIO_3 , моль/л: _____ (в ответе приведите число с 4 знаками после запятой)

Практический тур

Задача 2

Реактивы и оборудование (Задача 2).

I. Реактивы

Реактивы	Этикетка	Коды опасности ^a
Пентанон-3 (M = 86.13 г/моль), ~0.86 г ^b в пузырьке	A	H225-H319-H335-H336
<i>пара</i> -Хлорбензальдегид (M = 140.57 г/моль), ~3.5 г ^c в пузырьке	B	H302-H315-H319-H335
Этанол, 200 мл в промывалке	Ethanol	H225-H319
2 М водный раствор NaOH, 25 мл в бутылочке	2N NaOH	H290-H314

^a См. страницу 36 для расшифровки кодов опасности

^b Вам необходимо взвесить бутылочку с пентаном-3 непосредственно перед использованием. Точную массу пентанона-3 можно вычислить на основании предоставленной на этикетке информации.

^c Точное значение указано на этикетке.

II. Посуда и оборудование

Оборудование для общего использования	Количество
Аналитические весы	12 шт. в одной лаборатории
Вакуумный насос	2 шт. на один рабочий стол
Емкость со льдом	1 шт. на один ряд (можно попросить дополнительный лёд)
Персональное оборудование	Количество
Магнитная мешалка с нагревом и температурным датчиком	1
Штатив	1
Лапки	2
Круглодонная колба, 100 мл	1
Мерный цилиндр, 25 мл	1
Мерный цилиндр, 50 мл	1
Воздушный холодильник	1
Кристаллизатор, 250 мл	1
Колба коническая, 125 мл	2
Колба Бунзена для фильтрования, 250мл	1
Воронка Бюхнера, 25 мл	1
Часовое стекло	1
Пипетки Пастера стеклянные	5
Резиновые груши для пипеток Пастера	2
Резиновый уплотнитель для воронки Бюхнера	1

Резиновая подставка для круглодонной колбы	1
Якорь для магнитной мешалки	1
Фильтровальная бумага	3 (в закрытом пластиковом пакете)
Шпатель металлический	1
Стеклянная палочка для перемешивания	1
Пинцет	1
Пластиковая клипса	1
Промывалка с этанолом (EtOH)	1 (дополнительный этанол без штрафа)
Нитриловые перчатки	2 (поменяйте, если необходим другой размер)
Полотенце	2
Железная скрепка	1
Емкость для отходов «Waste», стеклянная банка на 500 мл	1
Стеклянная баночка с этикеткой « Student code » для сдачи синтезированного продукта	1
Защитные очки	1

Задача 2	a			b	Всего
	a1	a2	a3	b1	
Максимум	2	2	2	18	24
Получено					

Задача оценивается в 14 баллов

Задача 2: Создание углеродного скелета

Образование связи углерод-углерод играет важнейшую роль при синтезе сложных органических молекул из простых предшественников. В данной экспериментальной работе вам предлагается синтезировать сложный продукт из коммерчески доступных *para*-хлорбензальдегида и пентанона-3.

Важные примечания:

- Дополнительное количество этанола будет выдаваться вам без штрафа.
- Все операции по взвешиванию необходимо проводить в присутствии преподавателя, который должен **РАСПИСАТЬСЯ** в листе ответов за **КАЖДЫЙ** результат взвешивания. Результаты, которые не подтверждены подписью преподавателя, **НЕ БУДУТ ОЦЕНИВАТЬСЯ**.
- Качество и количество продукта реакции будет оцениваться в 18 очков. **Если вы не сдадите продукт реакции, эта часть вашей работы будет оценена в 0 очков.**
- Для оценки качества Вашего продукта реакции будут использованы ^1H ЯМР спектр и определение температуры плавления.

Часть а

1. Возьмите пузырек с пентаномом-3 (А, код Аxxx, например: А305) и снимите пленку. Взвесьте пузырек вместе с крышкой и веществом. Запишите полученное вами значение в лист ответов (вопрос a1).
2. Заполните водой кристаллизатор (250 мл), поместите в него скрепку, поставьте на магнитную мешалку и нагрейте в нем воду до 55 ± 2 °С. Для этого поместите в неё термодатчик и включите нагрев. Во время нагревания включите перемешивание для более равномерного нагрева бани.
3. Убедитесь, что магнитный якорь находится в колбе. Перенесите заранее взвешенный пентанон-3 (отмечен как А) и *para*-хлорбензальдегид (отмечен как В) в круглодонную колбу на 100 мл, добавьте 50 мл этанола и до растворения реагентов.
4. Отмерьте мерным цилиндром 15 мл 2М раствора NaOH (подписан «2N NaOH») и добавьте его в реакционную смесь. Избегайте попадания раствора щёлочи на шлиф колбы.

5. Соберите реакционную установку, как показано на **рисунке 1**: круглодонную колбу с реакционной смесью поместите в водяную баню, предварительно нагретую до 55 ± 2 °C. Вставьте в горло колбы воздушный холодильник и зафиксируйте его при помощи пластиковой клипсы. Нагревайте реакционную смесь при перемешивании на водяной бане в течении 30 мин.

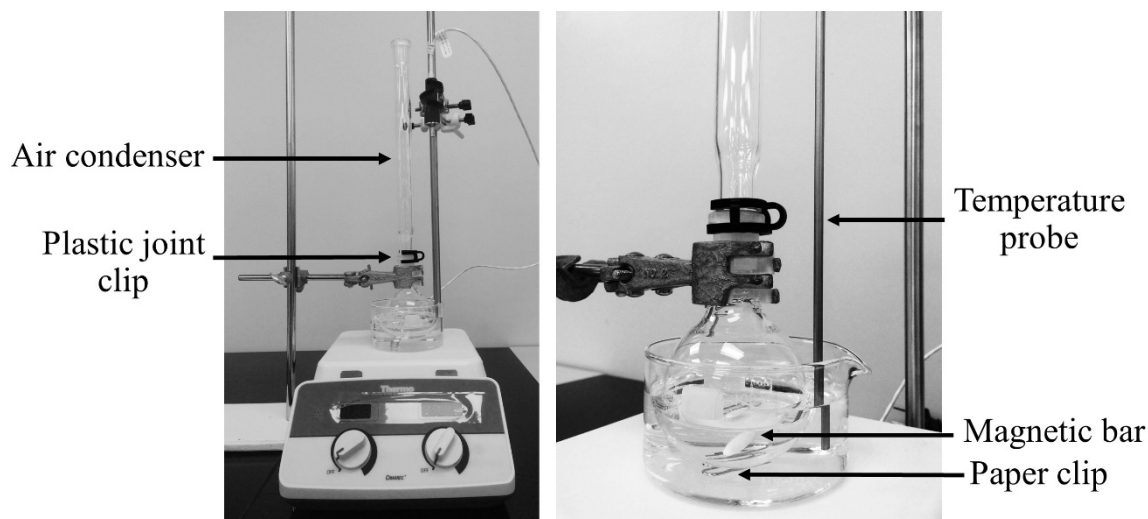


Рисунок 1. Установка для нагревания реакционной смеси на водяной бане.

6. Снимите круглодонную колбу с водяной бани (**ОСТОРОЖНО! Колба может быть горячей**) и поставьте ее на резиновую подставку.
7. (**ВАЖНО**) Отсоедините термодатчик от магнитной мешалки во избежание перегрева плитки при проведении перекристаллизации. После отключения термодатчика позвоните преподавателя, чтобы он проверил и забрал температурный датчик.
8. Подготовьте ледяную баню: для этого замените горячую воду в кристаллизаторе (250 мл) льдом с небольшим количеством воды. Поместите круглодонную колбу с реакционной смесью в ледяную баню для охлаждения. При этом должна начаться кристаллизация продукта (**ВНИМАНИЕ**, если кристаллизация не начинается в течение 5 мин, потрите стеклянной палочкой стенки колбы до начала образования осадка).
9. Оставьте реакционную смесь в ледяной бане на 20 мин для завершения кристаллизации.
10. Соберите систему для фильтрования, как показано на рисунке 2. Подсоедините колбу Бунзена к насосу. Вставьте воронку Бюхнера с уплотнителем в колбу Бунзена. Поместите фильтровальную бумагу в центр воронки для фильтрования. Предварительно смочив фильтр, отфильтруйте выпавший осадок

под вакуумом, а затем промойте его небольшим количеством охлажденного этанола. Сушите продукт на фильтре, не отключая вакуум, в течение 2-3 минут.



Рисунок 2: Прибор для фильтрации.

11. Отсоедините вакуум. Перенесите систему для фильтрации назад под тягу и уберите общее рабочее место, если необходимо. Соскребите сырой осадок с фильтровальной бумаги и перенесите его в коническую колбу. **Действуйте осторожно, чтобы не загрязнить ваш продукт небольшими кусочками фильтровальной бумаги.** Вы можете использовать этанол для того, чтобы смыть продукт с воронки Бюхнера.
12. Поместите этанол в другую коническую колбу и нагрейте его до кипения на плитке. Установите регулятор на значение 100-120 °C. **Перед нагреванием обязательно убедитесь, что термодатчик отсоединен от плитки.**
13. Перекристаллизуйте ваш продукт из этанола. Для этого вы можете воспользоваться процедурой, описанной ниже.

При перемешивании добавляйте небольшие порции горячего этанола в колбу с твердым осадком. Добавление продолжайте до полного растворения осадка, перемешивая содержимое колбы после добавления каждой порции этанола. Всё время в процессе растворения держите колбу горячей. Для этого поместите её на плитку. **Будьте осторожны: колба горячая.** Вы можете воспользоваться полотенцем из вашего набора или бумажным полотенцем, чтобы держать колбу при перемешивании. После растворения осадка оставьте колбу с раствором вещества под тягой и дайте ей спокойно охладиться до комнатной температуры. При этом должна начаться кристаллизация вещества. Если она не началась, вы можете потереть стеклянной палочкой стенку колбы, чтобы вызвать кристаллизацию. Поместите колбу в ледяную баню, чтобы завершить кристаллизацию продукта.

14. Отфильтруйте продукт под вакуумом (см. методику фильтрации в п. 10) и промойте продукт минимальным количеством охлаждённого этанола. Оставьте осадок на фильтре на 2-3 минуты. Отсоедините вакуум и дайте продукту просохнуть под тягой минимум 15 минут.
15. Взвесьте баночку (без крышки), подписанную вашим личным кодом. Запишите полученное значение массы в лист ответов в вопросе a1.
16. Перенесите перекристаллизованный продукт в предварительно взвешенную баночку. Определите массу чистого продукта и запишите её в лист ответов в вопросе a1.
17. Заполните поля на этикетке баночки. Поместите баночку с продуктом под тягу. Преподаватель заберет вашу баночку и подпишется в вашем листе ответов в вопросе b1 после того, как будет дан сигнал об окончании экспериментального тура («Команда СТОП»). Вы также должны подписаться в листе ответов в вопросе b1 для того, чтобы получить оценку за задачу. После того как вы и преподаватель подписались, поместите баночку в пакет с застежкой и сдайте его на оценивание.

Список предметов, которые должны остаться на вашем рабочем месте:

- Листы ответов (вся выданная бумага) в конверте
- Баночка, подписанная вашим личным кодом “Student Code”, с заполненными полями

Преподаватель поместит сюда
этикетку с информацией о вашем образце

Axxx (например: A567) = Код баночки с пентаноном-3
Tared (w/caps): Масса (баночка + этикетка + крышка) ДО
добавления пентанона-3.
Vxxx (например: V567) = Код баночки с *para*-хлорбензальдегидом
Net: Масса *para*-хлорбензальдегида

a1) Используйте приведенную выше информацию и экспериментальные данные для
ваших расчетов. **Запишите** все ваши результаты в **Таблицу**:

Масса пентанона-3 с пузырьком и крышкой = _____

*Подпись наблюдателя, необходимая для оценки

Масса пентанона-3 = _____

Масса *para*-хлорбензальдегида (с этикетки): _____

Масса пустой баночки для продукта (без крышки): _____

*Подпись наблюдателя, необходимая для оценки

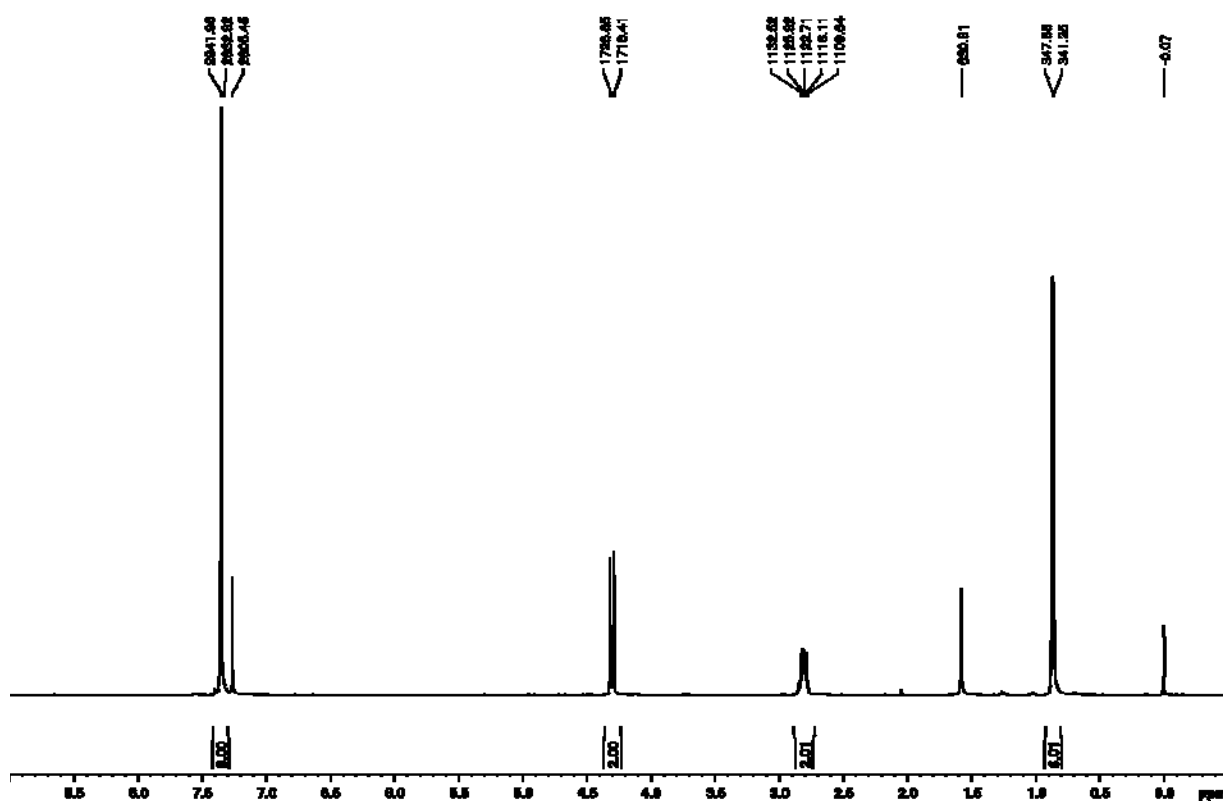
Масса баночки с перекристаллизованным продуктом (без крышки): _____

*Подпись наблюдателя, необходимая для оценки

Масса перекристаллизованного продукта: _____

a2) Нарисуйте структурные формулы 4-х соединений, содержащих ароматические циклы, которые могут являться продуктами данной реакции. Стереизомеры не учитываются.

а3) На основании приведенного ниже спектра ^1H ЯМР (400 МГц, в CDCl_3) нарисуйте в рамочке ниже структуру продукта реакции.



На спектре показаны интегральные интенсивности всех протонов, которые есть в молекуле продукта.

Часть b

b1) Сданный вами продукт будет охарактеризован и оценен по его чистоте и выходу. Запишите информацию о веществе, которое вы сдаете:

Состояние: Твердое Жидкое

Подпись преподавателя _____ (Подписывается при сдаче работы)

Подпись участника: _____ (Подписывается при сдаче работы)

Коды опасности

H225	Легко воспламеняемая жидкость или пар
H272	Окислитель
H290	Вызывает коррозию металлов
H300	Смертельно при проглатывании
H301	Токсично при проглатывании
H302	Опасно при проглатывание
H314	Вызывает серьезные ожоги кожи и поражение глаз
H315	Вызывает раздражение кожи
H319	Вызывает сильное раздражение глаз
H330	Смертельно при вдыхании
H335	Вызывает раздражение дыхательных путей
H336	Может вызывать сонливость и головокружение
H371	Может вызывать поражение внутренних органов

Характеристические химические сдвиги в ^1H ЯМР

Тип атома водорода (R=алкил, Ar=арил)	Химический сдвиг (м. д.)	Тип атома водорода (R=алкил, Ar=арил)	Химический сдвиг (м. д.)
$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	0 (по определению)		
RCH_3	0.9	$\text{RCH}=\text{O}$	9.5-10.1
RCH_2R	1.2-1.4	RCOOH'	10-13
R_3CH	1.4-1.7	RCOCH_3	2.1-2.3
RCH_2I	3.2-3.3	RCOCH_2R	2.2-2.6
RCH_2Br	3.4-3.5	RCOOCH_3	3.7-3.9
RCH_2Cl	3.6-3.8	RCOOCH_2R	4.1-4.7
RCH_2F	4.4-4.5	$\text{R}_2\text{C}=\text{CRCHR}_2$	1.6-2.6
RCH_2NH_2	2.3-2.9	$\text{R}_2\text{C}=\text{CH}_2$	4.6-5.0
RCH_2OH	3.4-4.0	$\text{R}_2\text{C}=\text{CHR}$	5.0-5.7
RCH_2OR	3.3-4.0	$\text{RC}\equiv\text{CH}$	2.0-3.0
$\text{RCH}_2\text{CH}_2\text{OR}$	1.5-1.6	ArCH_3	2.2-2.5
R_2NH	0.5-5.0	ArCH_2R	2.3-2.8
ROH	0.5-6.0	ArH	6.5-8.5

Периодическая система элементов