

3-я Олимпиада мегаполисов

Химия

Практический тур

4 сентября 2018 года

Москва, Россия

Инструкция. Общие положения

- **Правила техники безопасности:** следуйте общепринятым правилам проведения химического эксперимента; в лаборатории запрещается принимать пищу и пить.
- **Нарушение правил техники безопасности:** Вам будет сделано лишь одно предупреждение; в случае повторного нарушения Вы будете дисквалифицированы.
- **Тур состоит из двух задач:** по неорганической и аналитической химии. Вы можете начинать работу с выполнения любой из задач. Перед началом у Вас будет 15 минут для прочтения текста задания и планирования работы.
- **Время:** на выполнение всех заданий практического тура отводится 4 ч 30 мин. За 30 мин до окончания будет сделано соответствующее объявление.
- **Войдя в лабораторию,** займите место у стола с Вашим кодом участника.
- Убедитесь, что **Ваш код участника** присутствует **на каждой странице** данного буклета.
- Записывайте **ответы только в предназначенных для этого местах** в буклете; ответы, записанные в других местах, оцениваться не будут. Приводите расчеты везде, где это требуется.
- **Используйте только выданный калькулятор.**
- Обратитесь к Вашему преподавателю, если Вам требуются **дополнительные реактивы**. Это не приведет к штрафу.
- Обратитесь к Вашему преподавателю, если у Вас возникли **вопросы** по технике безопасности, Вам необходима замена посуды или реактивов, или Вам нужно выйти в туалет.
- Аккуратно сливайте **жидкие отходы** в раковину, расположенную на Вашем рабочем месте.
- Вы можете попросить у преподавателя **официальную английскую версию** для уточнения текста.
- **После команды «стоп»** отложите буклет в сторону и оставьте его на рабочем месте.
- **Вы должны прекратить работу, как только прозвучит команда «стоп».** Задержка на 2 минуты приведет к нулевому результату за выполняемую задачу.
- **Вы можете использовать некоторую посуду в течение тура несколько раз. Мойте ее тщательно.**
- **Данный буклет с задачами по неорганической и аналитической химии состоит из 14 страниц (включая титульный лист и периодическую таблицу элементов).**

Реактивы

Реагент	Количество	Емкость	Этикетка
Задача 1, на каждом рабочем месте			
Дихромат калия	10 г	Банка с синей крышкой, 50 мл	$K_2Cr_2O_7$
Соляная кислота концентрированная	47 мл	Банка с синей крышкой, 50 мл	HCl
Этиловый спирт	11 мл	Банка с синей крышкой, 50 мл	C_2H_5OH 11 ml
	20 мл	Банка с синей крышкой, 50 мл	C_2H_5OH 20 ml
Цинк, гранулы	175 г	Банка с синей крышкой, 50 мл	Zn
Водный раствор аммиака	250 мл	Банка с синей крышкой, 250 мл	NH_3aq
Хлорид аммония	72 г	Банка с синей крышкой, 250 мл	NH_4Cl
Задача 2			
На каждом рабочем месте			
Навеска комплекса	Требуется определить	Стакан, 25 мл	КОД УЧАСТНИКА
Стандартный раствор сульфата церия (IV)	50 мл	Банка синей крышкой, 50 мл	Ce^{4+} 0.0094 М
Пероксид водорода, 0.1%	50 мл	Банка синей крышкой, 50 мл	H_2O_2
Серная кислота, 2 М	100 мл	Банка с синей крышкой, 100 мл	H_2SO_4
Раствор соли Мора	100 мл	Банка с синей крышкой, 250 мл	Mohr's salt
Гидроксид калия, 0.1 М	50 мл	Банка с синей крышкой, 50 мл	KOH
Гидроксид натрия, стандартный раствор	100 мл	Банка с синей крышкой, 100 мл	NaOH 0.0119 М
На двоих участников			
Фенилантрапилиновая кислота	20 мл	Капельница	РАА
Фенолфталеин	20 мл	Капельница	Phenolphthalein
Диоксид марганца (MnO_2), взвесь	40 мл	Капельница	MnO_2
На столе общего пользования			
Формальдегид (20%)	250 мл	Банка с синей крышкой, 250 мл	$HCHO$ (20%)

Посуда и оборудование

Наименование	Количество
Задачи 1 и 2	
На каждом рабочем месте	
Штатив с двумя лапками, кольцом и держателем для бюретки	1
Магнитная мешалка с нагревом	1
Промывалка с дистиллированной водой	1
Маркер по стеклу	1
Защитные очки	1
На столе общего пользования	
Перчатки (выберите нужный вам размер)	
Бумажные полотенца	
Задача 1	
На каждом рабочем месте	
Обратный холодильник	1
Кристаллизатор	1
Делительная воронка	1
Переходник для делительной воронки	1
Чашка Петри с Вашим кодом участника	1
Стеклянная палочка	1
Ложка-шпатель	1
Круглодонная колба, 500 мл	1
Воронка химическая, 100 мм с Вашим кодом участника	1
Воронка химическая, 75 мм	1
Стаканы, 600 мл с номерами и Вашим кодом участника	3 (I, II, III)
Трубка с активированным углем	1
Фольга	1
Фильтровальная бумага	2
На столе общего пользования	
Переходник с клапаном Бунзена	
Ножницы	
Весы	
В вытяжном шкафу общего пользования	
Штатив с кольцами для фильтрации	
Компрессор со стеклянными трубочками для барботирования раствора	
Задача 2, на каждом рабочем месте	
Бюретка, 25 мл	1
Мерная колба, 100 мл	1
Воронка стеклянная, 36 мм (для заполнения бюретки)	1
Стакан, 25 мл (под бюретку и для формальдегида)	1
Колба Эрленмейера (коническая плоскодонная), 250 мл	2
Градуированная пипетка, 10 мл	2
Цилиндр, 10 мл	2
Цилиндр, 50 мл	1
Пипетатор красный (трехходовая груша)	1
Часовое стекло	2
Напалечники для снятия горячей посуды и фольги	3

Задача 1. Разноцветный хром**(20 баллов)**

Вопрос	a	b	c	d	e	f	Сумма
Очки	4	4	10	2	28	2	50
Результат							

В далеком 1797 году французский ученый-естествоиспытатель Луи Никола Воклен открыл новый элемент из минерала, найденного в России, на Урале. Этот минерал получил название «сибирский красный свинец», «красная свинцовая руда» – крокоит $PbCrO_4$. Входящий в его состав элемент получил название от греческого $\chiρῶμα$ – «цвет», из-за разнообразия окраски его соединений. Мы надеемся, что, выполняя данную задачу, Вы насладитесь открытием красивого и разнообразного мира комплексных соединений хрома.

Методика

1. Внимательно изучите реактивы и посуду, которые находятся на Вашем рабочем столе.
2. В кристаллизатор поместите банку с концентрированным раствором аммиака и стакан на 600 мл, подписанный «код участника – Ю». Засыпьте лед в кристаллизатор (1, здесь и далее номера относятся к рис. 1 и 2). В стакан всыпьте хлорид аммония.
3. Закрепите на штативе (2) круглодонную колбу (3). Обратный холодильник (4) закрепите на штативе над колбой (отрегулируйте его положение так, чтобы он легко входил в колбу), но не вставляйте его в колбу! Расстояние между колбой и обратным холодильником должно быть таким, чтобы Вы могли легко вставить воронку диаметром 75 мм в колбу. Наденьте на водопроводный кран шланг, ведущий к нижней части обратного холодильника, а другой шланг выведите в раковину. **Медленно и аккуратно** отрегулируйте поток воды через холодильник и продолжайте пропускать через него воду.

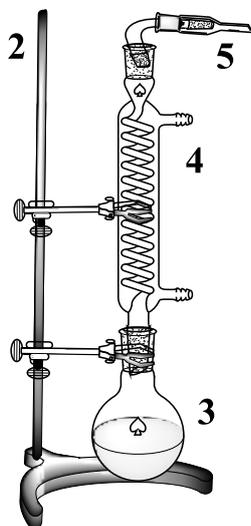


Рис. 1. Установка для первой стадии синтеза.

Обозначения:

- 2 – штатив с лапками,
- 3 - круглодонная колба,
- 4 – обратный холодильник,
- 5 – трубка с активированным углем.

4. В круглодонную колбу (3) через воронку засыпьте выданную порцию дихромата калия, после чего уберите воронку и опустите холодильник (4), оставив небольшой зазор. Влейте через холодильник выданную порцию концентрированной соляной кислоты, а затем этилового спирта (подписан « C_2H_5OH 11 ml»). Как только весь спирт окажется в круглодонной колбе, тотчас закрепите обратный холодильник в круглодонной колбе, а сверху холодильника поместите отвод (5) с трубкой, наполненной активированным углем, как показано на рис. 1. Добавление спирта и последующее закрепление обратного холодильника на круглодонной колбе надо делать быстро, т.к. протекающая реакция сопровождается выделением легколетучих веществ и газов, а также является экзотермической. Окончание реакции Вы установите по изменению окраски реакционной смеси на зеленую. Как только все газы в колбе сконденсируются, снимите отвод с трубкой, затем обратный холодильник, выключите воду и отсоедините шланг от крана. Поместите оба свободных конца шлангов в раковину. Слегка остудите колбу под струей воды (до относительно высокой, но терпимой для руки температуры) и закрепите вновь на штативе.

а. Напишите уравнение протекающей реакции и формулу образующейся на этой стадии синтеза комплексной частицы.

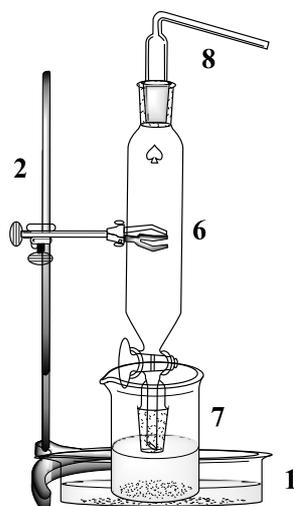


Рис. 2. Установка для второй стадии синтеза.

Обозначения:

- 1 – кристаллизатор,
- 2 – штатив,
- 6 – делительная воронка,
- 7 – стакан,
- 8 – переходник с клапаном Бунзена.

5. Соберите установку для второй стадии синтеза (рис. 2). В делительную воронку (6) поместите выданную порцию гранул цинка и закрепите ее на штативе (2) над стаканом (7, подписан «№ участника – I»), установленном в кристаллизаторе (1) со льдом. Раствор, полученный на первой стадии синтеза, через воронку диаметром 75 мм перенесите в делительную воронку (6). Для полного перенесения полученного соединения добавьте 14 мл дистиллированной воды в круглодонную колбу (3) и перенесите полученный раствор в делительную воронку (6). **Внимание!** Отбирайте воду **только** мерным цилиндром на **50** мл. Закройте делительную воронку переходником с клапаном Бунзена (8, клапан сброса давления). Сдайте круглодонную колбу (3) преподавателю.

Внимание! Клапаны Бунзена находится на общем столе, поэтому приступайте к этой части работы только после того, как Вы убедитесь в наличии свободного клапана.

Дождитесь окончания реакции, свидетельством чего будет служить изменение окраски реакционной смеси с зеленой на интенсивно-голубую.

в. Напишите уравнение протекающей реакции и формулу образующейся на этой стадии синтеза комплексной частицы.

6. После установления стабильно голубой окраски аккуратно влейте охлажденный раствор аммиака в стакан с хлоридом аммония. Накройте стакан фольгой с отверстием и зафиксируйте её, поджав руками. Опустите в стакан конец делительной воронки через отверстие в фольге. Кончик делительной воронки должен быть погружен в раствор аммиака так, чтобы поступающая жидкость попадала в раствор и не контактировала с воздухом. Однако кончик воронки не должен доходить до кристаллов хлорида аммония! Откройте кран делительной воронки для смешения полученного Вами раствора с раствором аммиака. Для вытекания раствора приподнимите клапан Бунзена. **Все последующие действия выполняйте исключительно под тягой!** Не перемешивая содержимое стакана, декантируйте надосадочную жидкость во второй стакан, подписанный «код участника – II». Накройте второй стакан фольгой. Поместите стеклянную трубку в стакан через отверстие в фольге и пропускайте воздух до окончания реакции, о чем свидетельствует изменение цвета раствора на темно-красный и

образование мелкокристаллического розового осадка. Пропускать воздух следует не более 20 мин. стакан «код участника – I» сдайте преподавателю.

Комплексный катион конечного продукта представляет собой два одинаковых полиэдра высокой симметрии с общей вершиной. В координационное окружение центрального атома входят лиганды двух типов: первого типа (один лиганд) – кислородсодержащий (заряженный мостиковый лиганд) и второго типа – молекулярные лиганды. Кроме противоионов, в состав соединения входят и незаряженные частицы, что увеличивает содержание атомов кислорода в два раза. При длительном хранении данные незаряженные частицы могут медленно удаляться из полученного Вами вещества.

с. Напишите уравнения протекающих реакций и формулы образующихся на этих стадиях синтеза комплексных частиц. Изобразите структурную формулу комплексного катиона конечного продукта синтеза.

7. Приготовьте бумажный фильтр для воронки на 100 мм. После окончания реакции отфильтруйте полученный осадок в стакан, подписанный «код участника – III». Промойте осадок спиртом (подписан «C₂H₅OH 20 ml»). Фильтр с продуктом поместите в чашку Петри, подписанную Вашим кодом участника.

d. Взвесьте и запишите массу фильтра с продуктом.

Масса чашки Петри с фильтром и продуктом = _____ г

Масса чашки Петри = _____ г

Масса фильтра с продуктом = _____ г

Сдайте чашку Петри с полученным веществом и стакан, подписанный «код участника – III», преподавателю.

e. Сданный Вами продукт будет досушен организаторами, после чего повторно взвешен, а его качество будет проконтролировано спектрофотометрически.

f. Рассчитайте ориентировочное значение выхода реакции, используя полученное значение массы фильтра с продуктом реакции и зная, что масса исходного дихромата калия составляет 10 г, а массу влажного фильтра примите равной 10 г.

Расчет:

Выход = _____ %

Задача 2. Анализ родохромхлорида**(20 баллов)**

Вопрос	a	b	c	d	e	f	g	h	i	Сумма
Очки	5	22	12	1	3	1	2	3	1	50
Результат										

Вам предстоит определить содержание хрома и аммиака в выданной Вам навеске родохромхлорида титриметрическим методом. Чтобы обеспечить независимость от результатов неорганического синтеза (задача 1), Вам будет выдана навеска заранее полученного комплекса. Получите навеску у преподавателя, количественно перенесите ее из стаканчика на 25 мл с кодом участника в мерную колбу на 100 мл и растворите в дистиллированной воде из промывалки в присутствии преподавателя. Убедитесь, что комплекс растворился полностью, доведите водой до метки и тщательно перемешайте.

Стандартизация раствора сульфата аммония-железа(II) (соли Мора) по сульфату церия (IV)

Заполните бюретку раствором соли Мора, используя воронку. В коническую колбу для титрования отберите при помощи градуированной пипетки на 10 мл аликвоту раствора сульфата церия объемом 5.0 мл. Добавьте при помощи цилиндра 10 мл серной кислоты и три капли индикатора – фенилантраниловой кислоты, дождитесь появления красновато-коричневой окраски раствора. Выполните титрование необходимое число раз, постоянно перемешивая содержимое колбы круговыми движениями. Повторяйте титрование до сходимости результатов (количество титрований не оценивается).

Примечание: Вам выданы чистые сухие бюретки, цилиндры, пипетки. Не тратьте растворы на их ополаскивание.

а. Запишите объемы раствора соли Мора, израсходованного на титрование стандартного раствора сульфата церия (IV):

Номер титрования	$V_{\text{нач}}$, мл	$V_{\text{конеч}}$, мл	V_1 , мл
1			
2			
3			
Принятый Вами результат, V_1 , средн, мл:			

Определение содержания хрома в родохромхлориде

Отберите другой градуированной пипеткой на 10 мл аликвоту полученного раствора объемом 10.0 мл, поместите ее в коническую колбу для титрования. Добавьте цилиндром 10 мл 0.1М раствора КОН, закройте часовым стеклом и нагрейте на плитке до обесцвечивания раствора и появления хлопьевидного осадка (установите левый регулятор плитки в положение «4»). Избегайте чрезмерного кипения раствора. Снимите колбу с плитки. **Внимание! Снимите перчатки и используйте пальчики!** Смойте капли раствора с часового стекла дистиллированной водой.

Мерным цилиндром прибавьте к теплomu раствору с осадком в конической колбе 10 мл 0.1% H_2O_2 . Перемешайте содержимое колбы, закройте часовым стеклом и нагревайте на плитке (регулятор в положении «5»). Через 5 мин после закипания раствора снимите колбу с плитки. **Внимание! Используйте пальчики.** Смойте капли раствора с часового стекла в колбу. Внесите 5-10 капель взвеси MnO_2 , предварительно взболтав ее в капельнице. Если на дне колбы не наблюдается осадка и цвет раствора не стал сероватым, то внесите еще несколько капель взвеси MnO_2 . Периодически встряхивайте коническую колбу с раствором в течение 2-3 мин. Прилейте при помощи цилиндра 10 мл 2 М раствора H_2SO_4 и добавьте 3-4 капли фенилантраниловой кислоты из капельницы. Перемешайте содержимое колбы и дождитесь появления устойчивой красной окраски раствора (~ 1-2 мин). Прибавляйте титрант (соль Мора) при постоянном перемешивании до перехода красной окраски в серо-желтую. Повторите титрование необходимое число раз.

в. Запишите объемы соли Мора, израсходованной на титрование:

Номер титрования	$V_{нач}$, мл	$V_{конеч}$, мл	V_2 , мл
1			
2			
3			
Принятый Вами результат, V_2 , средн, мл:			

Определение содержания аммиака в родохромхлориде

Одним из самых точных методов определения солей аммония является формальдегидный, основанный на реакции катиона аммония с формальдегидом. В результате этой реакции образуется слабое основание – гексаметилентетрамин (уротропин, $(CH_2)_6N_4$) и сильная кислота, которую затем титруют стандартным раствором щелочи в присутствии фенолфталеина. При титровании необходимо учитывать, что формальдегид часто загрязнен муравьиной кислотой, которую предварительно оттитровывают стандартным раствором гидроксида натрия.

Промойте бюретку дистиллированной водой, ополосните стандартным раствором NaOH и заполните этим же раствором. С помощью пипетки отберите 10.0 мл раствора комплекса в коническую колбу для титрования. Добавьте цилиндром 10 мл воды и нагревайте на плитке до обесцвечивания и появления хлопьевидного осадка (регулятор в положении «4»). Избегайте интенсивного кипения. Снимите коническую колбу с плитки. Охладите колбу до комнатной температуры.

В чистый стаканчик на 25 мл налейте 5 мл 20% формальдегида из банки на 250 мл, расположенной на столе общего пользования и прибавьте 2-3 капли фенолфталеина. К содержимому стаканчика из бюретки по каплям добавляйте щелочь до появления первых признаков светло-розового окрашивания.

В охлажденную до комнатной температуры коническую колбу для титрования вылейте нейтрализованный формальдегид, добавьте еще 2-3 капли фенолфталеина. Перемешайте содержимое колбы и оставьте на 2-3 мин. Оттитруйте полученный раствор стандартным раствором NaOH. Повторите титрование нужное число раз.

с. Запишите объемы раствора щелочи, израсходованного на титрование:

Номер титрования	$V_{\text{нач}}$, мл	$V_{\text{конеч}}$, мл	V_3 , мл
1			
2			
3			
Принятый Вами результат, V_3 , асс, мл:			

d. Запишите уравнение реакций, протекающих при нагревании раствора комплекса (формула определена Вами в задаче 1) с щелочью:

e. Запишите уравнения реакций, лежащих в основе определения хрома и протекающих при: 1) добавлении пероксида водорода к полученному после разложения раствору комплекса, 2) нагревании смеси, 3) прибавлении кислоты:

1.

2.

3.

f. Запишите реакцию стандартизации соли Мора по сульфату церия. Рассчитайте концентрацию соли Мора по результатам титрования стандартного раствора сульфата церия (IV):

$$c(\text{Fe}^{2+}) = \quad \text{моль/л}$$

g. Запишите реакцию титрования продукта реакции 3 из пункта **e** солью Мора. Рассчитайте концентрацию хрома в моль/л:

$$c(\text{Cr}) = \quad \text{моль/л}$$

h. Запишите реакции: 1) разложения родохромхлорида в нейтральной среде, 2) взаимодействия соли аммония с формальдегидом. Рассчитайте концентрацию катиона аммония в моль/л в растворе родохромхлорида по данным формальдегидного метода:

- 1.
- 2.

$$c(\text{NH}_4^+) = \quad \text{моль/л}$$

i. Определите соотношение аммиака и хрома в выданной навеске и массу навески:

$$\text{Cr} : \text{NH}_3 = _ : _$$

$$m = \quad \text{г}$$

Периодическая таблица с относительными атомными массами

1											18						
1 H 1.008											2 He 4.003						
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.30	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3
55 Cs 132.9	56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -