

## **Общие замечания**

1. Всю экспериментальную работу необходимо выполнять в защитных (или своих корректирующих) очках
2. Вы можете работать в перчатках. Перед началом работы получите у дежурного по лаборатории перчатки подходящего Вам размера (малые, средние или большие).
3. Набирайте растворы в пипетки только с помощью пипетатора. Запрещается набирать жидкость в пипетки ртом.
4. Имейте в виду, что выданное вам количество растворов ограничено. Пролитый или полностью израсходованный раствор будет заменен с наложением штрафа.
5. Вам выданы чистые и сухие бюретки и пипетки. Не тратьте раствор на их ополаскивание.
6. Выполняя задачу, не создавайте помех другим участникам. Содержите свое рабочее место в порядке.
7. Вы можете использовать обратную сторону листов ответов в качестве черновика.
8. На выполнение всех задач Вам отводится 4,5 часа.

### **Посуда и оборудование на одного участника**

Мерная колба объемом 100,0 мл  
Пипетка Мора на 10,00 мл  
Пипетатор  
Воронка малая  
Бюретка на 25,00 мл  
Коническая колба для титрования объемом 100 мл  
Пластиковая пробирка с Вашей фамилией  
Стакан объемом 250 мл  
Стакан объемом 100 мл – 2 шт  
Стеклянная палочка  
Фарфоровая чашка  
Стеклянная воронка большая  
Бумажные фильтры  
Мерный цилиндр на 50 или 100 мл  
Трёхгорлая колба 100 мл  
Капельная воронка  
Обратный холодильник  
Магнитная мешалка с нагревателем  
Термометр  
Баня со льдом  
Прибор для фильтрования под вакуумом  
Шпатель  
Промывалка с дистиллированной водой  
Штатив с лапками  
Перчатки  
Весы аналитические

### **Посуда и оборудование на всех участников (на столе общего пользования)**

Цилиндры мерные на 25 мл для воды  
Цилиндры мерные на 10 мл для буферного раствора  
Цилиндры мерные на 10 мл для раствора тиосульфата натрия

### **Реагенты на одного участника**

Смесь солей меди и цинка в бюксе с крышкой  
Дигидрат щавелевой кислоты  
Моногидрат оксалата калия  
Дихромат калия  
Циклогексанон 3 г  
Ацетат натрия 3 г  
Гидроскиламингидрохлорид 3.2 г  
Дистиллированная вода (в промывалке)

### **Реагенты общего пользования (на столе общего пользования)**

ЭДТА, ~ 0,05 М стандартный раствор, точная концентрация указана на бутылки  
Ацетатный буферный раствор, рН 4,8-5,0  
Тиосульфат натрия, 10% раствор  
Металлоиндикатор ПАН, 0,1% раствор, в капельнице  
Металлоиндикатор ПАР, 0,1% раствор, в капельнице

### Задача 1. Комплексометрическое титрование (14 баллов).

Вопрос	1.1.	1.2.	1.3.	1.4.	1.5.	1.6.
Очки	5	5	5	40	40	5

Метод комплексометрического титрования (комплексометрия) основан на реакции образования внутрикомплексных соединений ионов металлов со специальными комплексообразующими органическими реагентами – комплексонами. Метод характеризуется высокой чувствительностью и точностью, быстр и прост в исполнении, имеет высокую избирательность (селективность), что обеспечило его широкое применение в практике химического анализа. Например, его используют в фармации для определения препаратов кальция, цинка, железа. Метод также применяют для анализа сплавов, в частности, на основе меди, в которых содержание металлов варьируется в широких пределах.

Цель настоящей задачи – комплексометрическое определение меди и цинка в смеси солей.

Методика.

1. В выданном бюксе находится смесь солей меди и цинка. Количественно перенесите смесь солей в мерную колбу объемом 100,0 мл. Приготовьте исследуемый раствор, добавляя дистиллированную воду в колбу до метки. Тщательно перемешайте содержимое колбы.
2. Аликвотную часть исследуемого раствора 10,00 мл пипеткой перенесите в коническую колбу для титрования объемом 100 мл, прибавьте 20 мл дистиллированной воды и нагрейте на плитке до появления первых паров воды. К горячему раствору прибавьте 5 мл буферного раствора и снова немного подогрейте смесь, не допуская кипения. Выдержите раствор 1-2 мин и добавьте 2-3 капли раствора ПАН (всегда добавляйте одинаковое количество индикатора). Титруйте раствором ЭДТА до изменения окраски из фиолетовой в зеленую. Повторите титрование требуемое количество раз (учитывайте объем исследуемого раствора). Запишите результаты титрования в Лист ответов.
3. Аликвотную часть исследуемого раствора 10,00 мл пипеткой перенесите в коническую колбу для титрования объемом 100 мл, прибавьте 20 мл воды и 5 мл буферного раствора. Добавьте 2 мл раствора тиосульфата натрия, 2-3 капли раствора ПАР. Титруйте раствором ЭДТА до изменения окраски из светло-розовой в чисто-желтую. Повторите титрование требуемое количество раз (учитывайте объем исследуемого раствора). Запишите результаты титрования в Лист ответов.
4. Ответьте на теоретические вопросы в Листе ответов.

**Задача 2. Синтез тригидрат триоксалатохромата(III) калия  $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$  (13 баллов)**

Вопрос	2.1.	2.2.	2.3.	2.4.
Очки	10	70	10	10

Внесите в химический стакан емкостью 250 мл 9,0 г дигидрата щавелевой кислоты и 5,0 г оксалата калия моногидрата. Растворите эти вещества при нагревании и перемешивании в 140 мл воды. В другом химическом стакане емкостью 100 мл приготовьте при умеренном нагревании раствор, содержащий 4,0 г дихромата калия и 42 мл воды. К раствору щавелевой кислоты и оксалата калия медленно, при интенсивном перемешивании по каплям прибавьте раствор дихромата калия. Полученную смесь влейте в фарфоровую чашку и выпаривайте воду при умеренном нагревании до появления на поверхности жидкости кристаллов. После этого охладите смесь в бане со льдом. Выпавшие при охлаждении кристаллы отделите от раствора фильтрованием и высушите на воздухе. Перенесите продукт в предварительно взвешенную пластиковую пробирку с Вашей фамилией.

Взвесьте продукт и рассчитайте выход. Оставьте пробирку с продуктом на рабочем столе.

Ответьте на теоретические вопросы в Листе ответов.

**Задача 3. Синтез оксима циклогексанона (13 баллов)**

Вопрос	3.1.	3.2.	3.3.	3.4.	3.5.
Очки	75	10	5	5	5

В трёхгорлую круглодонную колбу ёмкостью 100 мл, снабжённую магнитной мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой, поместите 16 мл воды, 3,2 г гидрохлорида гидроксиламина и 3 г ацетата натрия. При энергичном перемешивании нагрейте содержимое колбы до 60 °С и медленно в течение 10 минут по каплям прибавьте циклогексанон. Реакционную смесь перемешивайте в течение 30 мин при 60 °С, затем перелейте в стакан и охладите до 5 °С. Выпавшие кристаллы отфильтруйте, промойте ледяной водой (2x10 мл) и отожмите на фильтре. Высушите продукт на воздухе.

Взвесьте продукт и рассчитайте выход. Оставьте продукт на фильтре на рабочем столе.

Ответьте на теоретические вопросы в Листе ответов.

ФИО \_\_\_\_\_

**Задача 1**

Лист ответов.

1.1. Нарисуйте структуру комплекса медь(II)-ЭДТА. Укажите дентантность лиганда.

1.2. Запишите уравнения реакций, протекающих на каждой стадии эксперимента.

1.3. Через 0,1 М раствор комплексной соли  $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$  пропущен сероводород до начальной концентрации сульфид-ионов, равной  $10^{-10}$  М. Будет ли разрушаться комплексный ион и выпадет ли осадок сульфида цинка. Ответ подтвердите расчетом.  $\beta_4=5.0 \cdot 10^8$ ,  $\beta_{11}$ ,  $K_s=1.6 \cdot 10^{-24}$  (1,5 балла)

Вычисления

Комплексный ион разрушается      Да       Нет

Осадок сульфида цинка выпадает      Да       Нет

1.4. Титрование меди

Показания бюретки, мл		Объем, пошедший на титрование, мл $V_{\text{ЭДТА}}(\text{Cu})$
$V_1$	$V_2$	

Принятый Вами объем титранта  $V_{\text{ЭДТА}}(\text{Cu}) = \underline{\hspace{2cm}}$  мл.

1.5. Титрование цинка

Показания бюретки, мл		Объем, пошедший на титрование, мл
$V_1$	$V_2$	

Принятый Вами объем титранта  $V_{\text{ЭДТА}}(\text{Zn}) = \underline{\hspace{2cm}}$  мл.

1.6. Рассчитайте содержание меди и цинка в образце (молярные массы металлов возьмите с точностью до 0,01 г/моль –  $M(\text{Cu})=63.55$  г/моль,  $M(\text{Zn})=65,39$  г/моль)

Вычисления

$m(\text{Cu}) = \underline{\hspace{2cm}}$  г

$m(\text{Zn}) = \underline{\hspace{2cm}}$  г

ФИО \_\_\_\_\_

## Задача 2

2.1. Запишите уравнение реакции

2.2. Выход продукта

Масса пробирки с продуктом _____ г
Масса пустой пробирка _____ г
Масса продукта _____ г
Расчет выхода
Выход _____ %

2.3. Предложите методику синтеза данного комплекса, используя в качестве единственного источника хрома металлический хром.

2.4. Выскажите предположение о возможных продуктах взаимодействия триоксалатохромата(III) с сульфатом церия в разбавленном водном растворе.

ФИО \_\_\_\_\_

### Задача 3

#### 3.1. Выход продукта

Масса бумаги с продуктом _____ г
Масса бумаги _____ г
Масса продукта _____ г
Расчет выхода
Выход _____ %

#### 3.2. Напишите схему протекающей реакции с подробным механизмом

--

3.3. Можно ли вместо гидрохлорида гидроксилamina взять свободный гидроксилamin? Поставьте галочку у правильного ответа.

Да  Нет

3.4. Укажите примерный сдвиг самого кислого протона синтезированного Вами соединения в спектре ПМР?

--

3.5. Какова роль ацетата натрия?

--