

ПРАКТИЧЕСКИЙ ТУР



Творим науку вместе!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

Общие инструкции

- Данный комплект практических заданий содержит 29 страниц.
- До начала практического тура, вам будет дана команда «**Read**» на прочтение комплекта заданий. Вам выделяется 15 минут на чтение заданий и Вам **категорически запрещается** что-либо **писать** или **использовать калькулятор**.
- Вы можете начинать работу, как только вы услышите команду «**Start**». У Вас будет **5 часов** на выполнение всех заданий.
- Вы можете выполнять задания в любом порядке, но **рекомендуется начать с задачи P1**.
- Все полученные результаты и ответы должны быть аккуратно записаны **ручкой в специально отведенных для этого ячейках**. Ответы, записанные в любом другом месте, оцениваться не будут.
- Если Вам необходимо использовать черновик, используйте обратные стороны листов данного комплекта. Помните, что всё, что написано **вне специально отведенных ячеек оцениваться не будет**.
- Вы можете попросить официальную версию данного комплекта на английском языке для уточнения текста.
- Если Вам необходимо покинуть лабораторию (посетить уборную или попить воды), поднимите соответствующую карточку. Лаборант будет вас сопровождать.
- Полки над рабочими столами не должны использоваться во время практического тура с целью предоставления равных возможностей всем участникам.
- Вы должны **соблюдать правила техники безопасности**, указанные в правилах МХО. Если Вы нарушите правила техники безопасности, вы получите первое предупреждение от лаборанта. Любые нарушения, полученные после первого предупреждения, приведут к Вашему удалению из лаборатории и аннулированию результата за практический тур.
- Если не озвучено иное, заменить или получить дополнительное количество лабораторной посуды и реактивов без штрафов можно только один раз. Каждая последующая замена приведет к штрафу в 1 балл из 40 за практический тур.
- Лаборант сделает объявление за 30 минут до конца тура.
- Вы должны немедленно прекратить работу после того, как прозвучит команда «Стоп» («**Stop**»). Если вы не прекратите работать или писать в течение одной минуты, ваш результат за практический тур будет аннулирован.
- После того, как прозвучит команда «Стоп» («**Stop**»), к Вам подойдет лаборант и распишется на вашем комплекте.
- Затем, подпишите ваш комплект, положите его в конверт и сдайте его вместе с вашим продуктом и пластинками ТСХ для оценивания.

Правила техники безопасности

- Во время пребывания в лаборатории Вы должны быть в застегнутом халате и закрытой обуви.
- Работайте только в защитных или собственных очках. Не разрешается носить контактные линзы.
- В лаборатории запрещается пить воду, принимать пищу или жевать жвачку.
- Работайте только в отведенном Вам пространстве. Поддерживайте чистоту на рабочем столе и в местах общего пользования.
- Запрещается проводить посторонние, а также модифицировать предложенные эксперименты.
- Не заполняйте пипетки ртом. Используйте для этого грушу.
- Незамедлительно убирайте разбитую посуду и разлитые жидкости с пола и вашего рабочего места.
- Все отходы следует утилизировать согласно инструкциям. Водные растворы можно сливать в раковину. Органические отходы должны быть помещены в специально помеченный контейнер.

Физические константы и уравнения

В этом комплекте задач активности всех частиц в водном растворе считаются равными их молярным концентрациям в моль/л. Для упрощения формул и выражений принято, что стандартная концентрация $c^\circ = 1$ моль/л опущена.

Постоянная Авогадро:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ моль}^{-1}$
Универсальная газовая постоянная:	$R = 8.314 \text{ Дж моль}^{-1} \text{ К}^{-1}$
Стандартное давление:	$p^\circ = 1 \text{ бар} = 10^5 \text{ Па}$
Атмосферное давление:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ атм} = 1.013 \text{ бар} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Па}$
Нуль по шкале Цельсия:	273.15 К
Постоянная Фарадея:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ Кл моль}^{-1}$
Ватт:	$1 \text{ Вт} = 1 \text{ Дж с}^{-1}$
килоВатт-час:	$1 \text{ кВт} \cdot \text{ч} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ Дж}$
Постоянная Планка:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ Дж с}$
Скорость света в вакууме:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ м с}^{-1}$
Элементарный электрический заряд:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ Кл}$
Электрическая мощность:	$P = \Delta E \times I$
КПД:	$\eta = P_{\text{полезн}} / P_{\text{примененное}}$
Соотношение Планка-Эйнштейна:	$E = hc/\lambda$
Уравнение идеального газа:	$pV = nRT$
Свободная энергия Гиббса:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$

Коэффициент Q для реакции
 $a A(\text{aq}) + b B(\text{aq}) = c C(\text{aq}) + d D(\text{aq})$:

$$Q = \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b}$$

Уравнение Гендерсона-Гассельбаха:

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[A^-]}{[AH]}$$

Уравнение Нернста-Питерсона:

$$E = E^\circ - \frac{RT}{zF} \ln Q$$

где Q равна соответствующему коэффициенту для полуреакции восстановления

$$\text{at } T = 298 \text{ К}, \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ В}$$

Закон Ламберта-Бера:

$$A = \varepsilon l c$$

Кинетические уравнения в интегральной форме:

- Нулевой порядок:
- Первый порядок:
- Второй порядок:

$$\begin{aligned} [A] &= [A]_0 - kt \\ \ln[A] &= \ln[A]_0 - kt \\ 1/[A] &= 1/[A]_0 + kt \end{aligned}$$

Время полупревращения для реакции первого порядка:

$$t_{1/2} = \ln 2 / k$$

Среднечисловая молярная масса M_n :

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$$

Средневесовая молярная масса M_w :

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$$

Индекс полидисперсности I_p :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Примечание

Единицы измерения молярной концентрация указаны как «М» или «моль/л»:

$$1 \text{ М} = 1 \text{ моль/л} \quad 1 \text{ мМ} = 10^{-3} \text{ моль/л} \quad 1 \text{ мкМ} = 10^{-6} \text{ моль/л}$$

Периодическая таблица

1																	18	
1 H 1.008	2											13	14	15	16	17	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 24.31	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 -



Definition of GHS statements

The GHS hazard statements (H-phrases) associated with the materials used are indicated in the problems. Their meanings are as follows.

Physical hazards

H225 Highly flammable liquid and vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
H228 Flammable solid.
H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
H272 May intensify fire; oxidizer.
H290 May be corrosive to metals.

Health hazards

H301 Toxic if swallowed.
H302 Harmful if swallowed.
H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
H311 Toxic in contact with skin.
H312 Harmful in contact with skin.
H314 Causes severe skin burns and eye damage.
H315 Causes skin irritation.
H317 May cause an allergic skin reaction.
H318 Causes serious eye damage.
H319 Causes serious eye irritation.
H331 Toxic if inhaled.
H332 Harmful if inhaled.
H333 May be harmful if inhaled.
H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
H335 May cause respiratory irritation.
H336 May cause drowsiness or dizziness.
H351 Suspected of causing cancer.
H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
H371 May cause damage to organs.
H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

Environmental hazards

H400 Very toxic to aquatic life.
H402 Harmful to aquatic life.
H410 Very toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H411 Toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H412 Harmful to aquatic life with long-lasting effects.

Реактивы
Для всех задач

Реактив	Маркирован как	Коды опасности
Деионизированная вода в: - промывалке (на рабочем столе) - пластиковой бутылке (на рабочем столе) - пластиковой канистре (в вытяжном шкафу)	Deionized Water	Не опасно
Этанол в промывалке	Ethanol	H225, H319
Образец белого вина, 300 мл в темной пластиковой банке	Wine sample	H225, H319

Для задачи P1

Реактив	Маркирован как	Коды опасности
4-нитробензальдегид, 1.51 г в баночке из темного стекла	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Элюент А, 20 мл в стеклянном флаконе	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Элюент В, 20 мл в стеклянном флаконе	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Охоне® (пероксомоносульфат калия), 7.87 г в пластиковом пузырьке	Oxone®	H314
Образец 4-нитробензальдегида для ТСХ	TLC standard	H317, H319

Для задачи P2

Реактив	Маркирован как	Коды опасности
1 М раствор тиоцианата калия, 20 мл в пластиковой бутылке	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 М раствор тиоцианата калия, 60 мл в пластиковой бутылке	KSCN 0.00200 M	Не опасно
1 М раствор хлорной кислоты, 10 мл в пластиковой бутылке	HClO₄	H290, H315, H319
0.00200 М раствор железа(III), 80 мл в пластиковой бутылке	Fe(III) 0.00200 M	Не опасно
0.000200 М раствор железа(III), 80 мл в пластиковой бутылке	Fe(III) 0.000200 M	Не опасно
0.3% раствор пероксида водорода, 3 мл в бутылочке из темного стекла	H₂O₂	Не опасно

Для задачи Р3

Реактив	Маркирован как	Коды опасности
0.01 М раствор йода, 200 мл в бутылке из темного стекла	I_2	H372
0.03 М раствор тиосульфата натрия, 200 мл в пластиковой бутылке	$Na_2S_2O_3$	Не опасно
1 М раствор NaOH, 55 мл в пластиковой бутылке	NaOH	H290, H314
2.5 М раствор серной кислоты, 80 мл в пластиковой бутылке	H_2SO_4	H290, H315, H319
0.5 М раствор иодида калия, 25 мл в пластиковой бутылке	KI	H372
Йодат калия, <i>примерно</i> 100 мг (точная масса указана на этикетке), в стеклянном флаконе	KIO_3	H272, H315, H319, H335
Раствор крахмала, 25 мл в пластиковой бутылке	Starch	Не опасно

Оборудование**Для всех задач**

Персональное оборудование	Количество
Трехходовая груша	1
Защитные очки	1
Пластиковая бутылка на 1 л для органических отходов, маркированная как “ Organic waste ”	1
Большие бумажные салфетки	15 шт
Малые бумажные салфетки для кювет	30 шт
Шпатель (большой)	1
Шпатель (маленький)	1
Секундомер (часы)	1
Карандаш	1
Ластик для стирания карандаша	1
Черная ручка	1
Маркер для химической посуды	1
Линейка	1

Общее оборудование	Количество
УФ лампа для визуализации ТСХ	2 на комнату
Колориметр	5 на комнату
Перчатки	Все размеры (S, M, L, XL) доступные на общем столе
Контейнер со льдом	1 на комнату

Для задачи P1

Персональное оборудование	Количество
Штатив и:	1
- Муфта с маленькой лапкой	2
- Муфта с большой лапкой	1
Коническая колба со шлифом, 100 мл	1
Коническая колба со шлифом, 50 мл	1
Обратный холодильник	1
Магнитная мешалка с нагревом	1
Кристаллизатор	1
Магнитный якорёк	1
Колба Бунзена	1
Воронка Бюхнера с резиновым уплотнителем	1
Полиэтиленовый пакет с застежкой с 3 круглыми фильтрами	1
Чашка Петри	1
Стакан для проведения ТСХ, маркированный как “ TLC elution chamber ”	1
Полиэтиленовый пакет с застежкой с тремя ТСХ-пластинками (с флуоресцентными индикаторами), маркированный кодом участника	1
Капилляры для ТСХ (в чашке Петри)	4
Пластиковый пинцет	1
Стеклянная палочка	1
Мерный цилиндр, 25 мл	1
Стакан, 150 мл	2

Полиэтиленовая воронка для сыпучих веществ	1
Одноразовые пластиковые пипетки Пастера	2
Стеклобаночка из темного стекла для образца ТСХ, 1.5 мл, с крышкой, маркированная как “С” и “R”	2
Предварительно взвешенная баночка из темного стекла, 10 мл, с крышкой, маркированная кодом участника .	1
Удочка для извлечения магнитного якорька	1

Для задачи Р2

Персональное оборудование	Количество
Пипетка Мора, 10 мл	1
Градуйрованная пипетка, 10 мл	3
Градуйрованная пипетка, 5 мл	3
Штатив для пробирок	1
Пробирки	15
Пробки для пробирок	7
Кюветка для колориметра, длина оптического пути 1.0 см	2
Стакан, 100 мл	2
Одноразовые пластиковые пипетки Пастера	15

Для задачи Р3

Персональное оборудование	Количество
Лабораторный штатив с зажимом для бюретки	1
Бюретка, 25 мл	1
Стеклобаночка	1
Коническая колба, 100 мл	3
Коническая колба, 250 мл	3
Стакан, 150 мл	1
Стакан, 100 мл	2
Мерная колба, 100 мл, с пробкой	1
Пипетка Мора, 50 мл	1
Пипетка Мора, 25 мл	1
Пипетка Мора, 20 мл	1
Мерный цилиндр, 25 мл	1
Мерный цилиндр, 10 мл	1
Мерный цилиндр, 5 мл	1
Одноразовые пластиковые пипетки Пастера	3
Пленка “Parafilm”	20 шт

Задача P1 13 баллов	Вопрос	Выход	Чистота	TLC	P1.1	P1.2	Всего
	Макс.	12	12	8	2	3	37
	Очки						

Задача P1. Окисление нитробензальдегида.

Пероксомоносульфат калия (**Oxone®**) является окислителем, который дает в качестве продуктов восстановления только безвредный сульфат. Проведение реакций окисления в водно-этанольной среде позволяет относить ее к так называемым «зеленым реакциям».

Вам предлагается осуществить окисление 4-нитробензальдегида, перекристаллизировать продукт, и сравнить эффективность разных элюентов ТСХ для оценки чистоты продукта.

Внимание: сливы этанола и элюента должны собираться в банку “Organic waste”.

Методика

I. Окисление 4-нитробензальдегида

- Смешайте 20 мл воды и 5 мл этанола.
- Положите магнитный якорь в **пришлифованную** коническую колбу на 100 мл.
- Добавьте весь выданный (1.51 г) 4-нитробензальдегид в коническую колбу. Добавьте всю смесь вода/этанол, приготовленную ранее. Закрепите колбу в лапке. Включите перемешивание и затем добавьте в реакционную смесь выданный (7.87 г) Oxone®.
- Присоедините обратный холодильник, как показано на Рисунке 1. Поднимите вашу карточку HELP. Лаборант включит вам подачу воды и нагрев.
- Нагрейте реакционную смесь до слабого кипения (приблизительно одна капля конденсата в секунду) и продолжайте кипятить в течение 45 минут. Пометка на плитке соответствует мощности, которая необходима для рекомендованной выше интенсивности кипения.

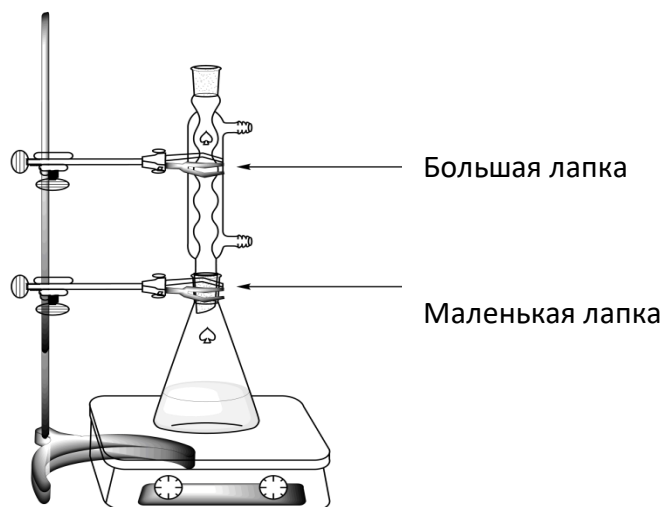


Рисунок 1. Установка для кипячения реакционной смеси с обратным холодильником.

6. **Выключите** нагревание на мешалке. **Уберите** в сторону мешалку и **оставьте** реакционную смесь охлаждаться на 10 минут. Затем **поместите** колбу в кристаллизатор, наполненный смесью лед-вода, и **оставьте** еще на 10 минут.

7. **Соберите** и закрепите на штативе при помощи маленькой лапки установку для фильтрования в вакууме, как показано на рисунке 2. **Поднимите** свою карточкук HELP. Лаборант подойдет и покажет, как присоединить вашу установку к вакууму.

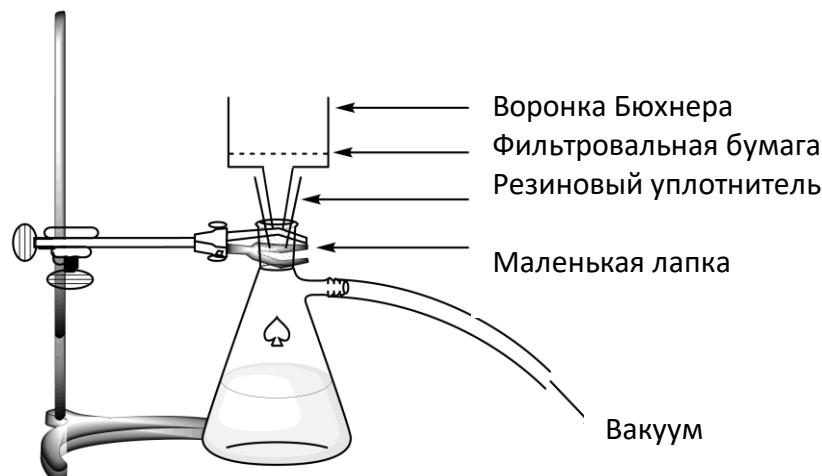


Рисунок 2. Установка для фильтрования в вакууме.

8. **Смочите** кружок фильтровальной бумаги водой и **расположите** его в воронке Бюхнера так, чтобы он закрыл все ее отверстия.

9. **Перенесите** суспензию продукта на воронку Бюхнера и **подсоедините** вакуум. Тщательно **промойте** осадок на фильтре деионизированной водой (как минимум 4×20 мл).

10. **Оставьте** на 5 минут осадок для сушки на фильтре. **Отсоедините** вакуум. На коньчике маленького шпателя **отберите** продукта в 1.5-миллилитровую баночку из темного стекла с **отметкой С**. **Закройте** баночку и **сохраните** ее для части III этой задачи.

11. **Перенесите** с фильтра неочищенный продукт в пришлифованную коническую колбу на 50 мл.

12. **Вылейте** фильтрат в банку “Organic waste” и **промойте** воронку Бюхнера и колбу Бунзена этанолом и водой. Этанол **сливайте** в банку “Organic waste”.

II. Перекристаллизация продукта

1. **Смешайте** 9 мл воды и 21 мл этанола.
2. **Проведите** перекристаллизацию неочищенного продукта, находящегося в шлифованной конической колбе объемом 50 мл, используя минимально необходимое количество этой водно-этанольной смеси и установку использованную для синтеза как на рис. 1. **Поднимите** вашу карточку HELP. Лаборант подойдет для того, чтобы включить воду и настроить мешалку. При необходимости, добавляйте водно-этанольную смесь порциями через верх холодильника.
3. По окончании кристаллизации продукта, **воспользуйтесь** процедурой, описанной ранее (I.7 до I.10) для того, чтобы собрать осадок. Маленьким шпателем **отберите** немного перекристаллизованного продукта в баночку из темного стекла **подписанную R**. **Закройте** баночку и **сохраните** её для части III этой задачи.
4. **Перенесите** очищенный продукт в предварительно взвешенную баночку, подписанную вашим кодом. **Закройте** баночку.
5. **Вылейте** фильтрат в банку, подписанную “Organic waste”, и **поднимите** вашу карточку HELP. Лаборант подойдет для того, чтобы выключить воду.

III. Анализ продукта по ТСХ

1. **Подготовка стакана для ТСХ.** **Налейте** на дно стакана приблизительно 0.5 см по высоте элюента **A**. Накройте стакан чашкой Петри. **Подождите** пока пары элюента насытят атмосферу в камере.
2. **Приготовление образцов.** Вам выдан образец 4-нитробензальдегида в баночке из темного стекла, подписанной **TLC standard** (помечайте его **S** на пластине ТСХ). **Добавьте** приблизительно 1 мл этанола в каждую из баночек (помеченные **C**, **R**, **TLC standard**) для растворения образцов.
3. **Подготовка пластины ТСХ.** Аккуратно карандашом **нарисуйте** линию старта (1 см выше нижнего края пластины) и **отметьте** точки нанесения 3 образцов. Подпишите их **S** (исходное соединение), **C** (неочищенный продукт) and **R** (перекристаллизованный продукт), как показано на Рисунке 3. Слева вверху пластины **напишите** Ваш **Код участника**. Справа вверху пластины **напишите**, какой элюент Вы использовали (сначала **Eluent A**, потом **Eluent B**). **Нанесите** три образца на каждую пластинку с помощью капилляров.

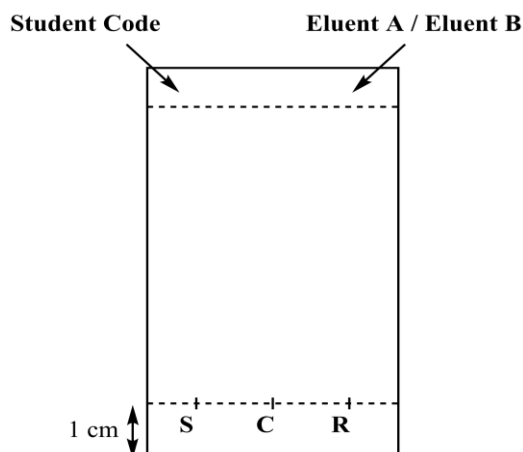


Рисунок 3. Подготовка пластинок ТСХ

4. **Проведение ТСХ анализа.** При помощи пинцета **поместите** ТСХ пластину в стакан и **накройте** его чашкой Петри. **Дождитесь**, пока фронт элюента **поднимется до** приблизительно 1 см от верха пластины. **Извлеките** пластинку пинцетом, отметьте фронт элюента карандашом и дайте пластине высохнуть на воздухе.
5. **Проявление ТСХ пластинки.** **Поместите** пластинку под УФ лампу, которая находится под общей тягой. **Обведите** карандашом все проявляющиеся пятна.
6. **Вылейте элюент в бутылку подписанную “Organic waste”.**
7. **Повторите** шаги 1, 3, 4, 5 и 6 этой части, используя элюент В.
8. **Поместите** Ваши пластинки в полиэтиленовый пакетик с Вашим кодом участника.

Результаты хроматографического анализа (**зарисуйте** ваши пластики ТСХ). Вы можете использовать эти рисунки для выбора ответов вопросы в конце задачи. Сами рисунки не будут оцениваться.

Eluent A	Eluent B
+ + + S C R	+ + + S C R

В конце тура главный лаборант возьмёт у вас следующее:

- Стеклобаночку с перекристаллизованным продуктом, подписанную **вашим кодом участника**;
- Пластины ТСХ (**A** и **B**) в полиэтиленовом пакете, подписанным **вашим кодом участника**.

Вы передаете:

Перекристаллизованный продукт ☐

ТСХ пластина A ☐

ТСХ пластина B ☐

Подписи

Участник

Главный лаборант

Вопросы

1. **Изобразите** структуру конечного органического продукта реакции 4-нитробензальдегида с Охоне[®].

2. На основании ваших результатов ТСХ анализа **дайте ответы** на следующие вопросы.

- Какой элюент лучше использовать для контроля за ходом реакции?

☐ **A** ☐ **B**

- Неочищенный продукт (**C**) содержит следы 4-нитробензальдегида:

☐ **Правда** ☐ **Ложь**

- Перекристаллизированный продукт (**R**) содержит следы 4-нитробензальдегида:

☐ **Правда** ☐ **Ложь**

Задача P2 14 баллов	Вопрос	Калибровка	Определение железа	P2.1	P2.2	P2.3	Определение формулы комплекса	P2.4	P2.5	Всего
	Макс.	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Очки									

Задача P2. Железо в вине

Железо – элемент, который часто содержится в вине. Если его концентрация превышает 10 - 15 мг на литр, то окисление железа(II) до железа(III) может привести к образованию осадка и снижению качества вина. Следовательно, необходимо контролировать содержание железа в вине в процессе его производства.

При очень маленьких концентрациях железа его можно количественно определить колориметрически, используя реакцию образования комплекса железа(III) с тиоцианатом SCN^- .

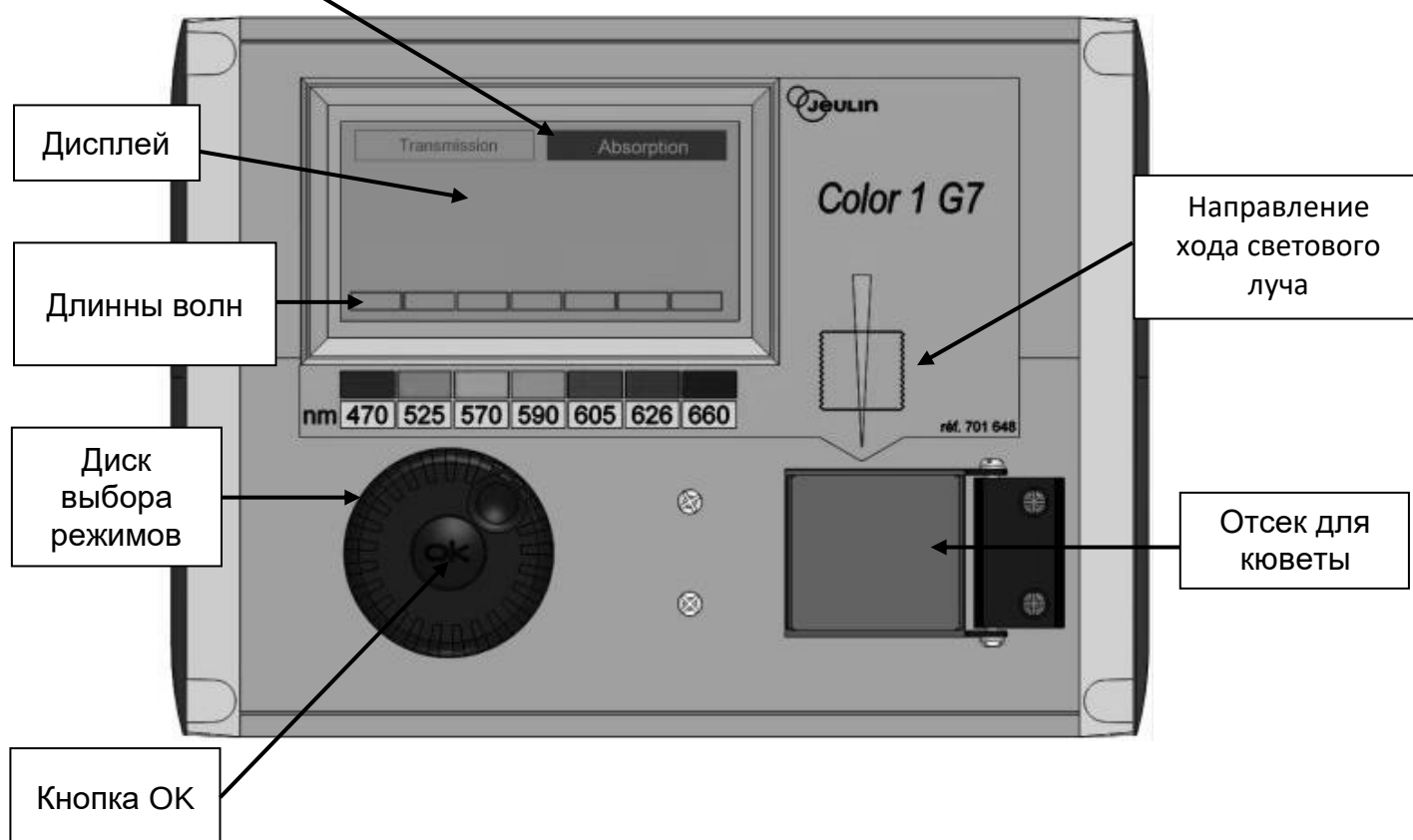
В этой задаче вы должны, используя колориметрию, измерить общую концентрацию железа в выданном вам образце белого вина и определить стехиометрический состав комплекса железа(III) с тиоцианатом.

ВАЖНО

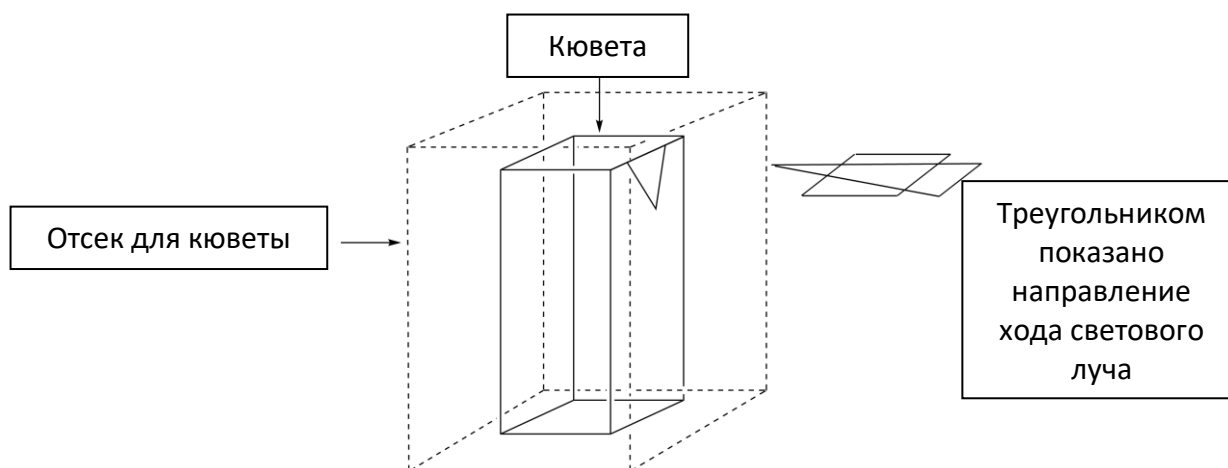
- В этой задаче вам выданы два раствора солей железа(III) и два раствора тиоцианата разных концентраций. Будьте очень внимательны, чтобы не перепутать их.
- После того, как вы приготовите раствор для колориметрии, проводите измерения не позже, чем через час.
- Когда вам потребуется колориметр, поднимите карточку HELP. Лаборант принесет вам колориметр. Колориметр будет в полном вашем распоряжении в течение 15 минут. Лаборант попросит вас освободить колориметр сразу по окончании измерений или через 15 минут. Если свободного колориметра не окажется, вас запишут в лист ожидания.
- Инструкция по работе с колориметром приведена на следующей странице.
- Колориметр вам дадут использовать не более трех раз по 15 минут.

Инструкция по использованию колориметра

Режимы: слева пропускание / справа поглощение



- Вставьте вилку сетевого кабеля в розетку.
- Убедитесь, что выбран режим измерения поглощения (подсвечивается «Absorbtion»). Если это не так, то вращайте диск выбора режимов до тех пор, пока пунктирная линия не появится вокруг надписи «Absorption», после чего нажмите кнопку ОК.
- Вращайте диск выбора режимов до тех пор, пока пунктирная линия не появится вокруг требуемой длины волны (470 нм). Затем нажмите кнопку ОК.
- Заполните кювету раствором сравнения (высота раствора примерно 3 см) и поместите в отсек для кюветы до упора. Будьте внимательны, чтобы правильно ориентировать кювету (смотрите схему ниже). Закройте крышку кюветного отсека.
- Вращайте диск выбора режимов до тех пор, пока пунктирная линия не появится вокруг надписи «Absorbtion», и нажмите кнопку «ОК». Используя диск выбора режимов, выделите «Calibration» и нажмите кнопку «ОК».
- Подождите, пока на экране не появится значение 0.00 (или –0.00).
- Заполните ту же кювету анализируемым раствором (высота раствора примерно 3 см) и поместите в отсек для кюветы до упора. Закройте крышку кюветного отсека.
- Запишите значение поглощения в таблицу.



I. Определение содержания железа в вине

В этой части задачи вы будете использовать 0.000200 М раствор железа(III) и 1 М раствор тиоцианата калия.

Методика

1. **Приготовьте** растворы в 6 пробирках, смешивая необходимые объемы исходных растворов, как указано в таблице.

Номер пробирки	1	2	3	4	5	6
0.000200 М раствор железа(III)	1.0 мл	2.0 мл	4.0 мл	6.0 мл		
1 М раствор хлорной кислоты	1.0 мл	1.0 мл	1.0 мл	1.0 мл	1.0 мл	1.0 мл
Вино					10.0 мл	10.0 мл
Раствор перекиси водорода					0.5 мл	0.5 мл
Деионизированная вода	9.5 мл	8.5 мл	6.5 мл	4.5 мл		1.0 мл

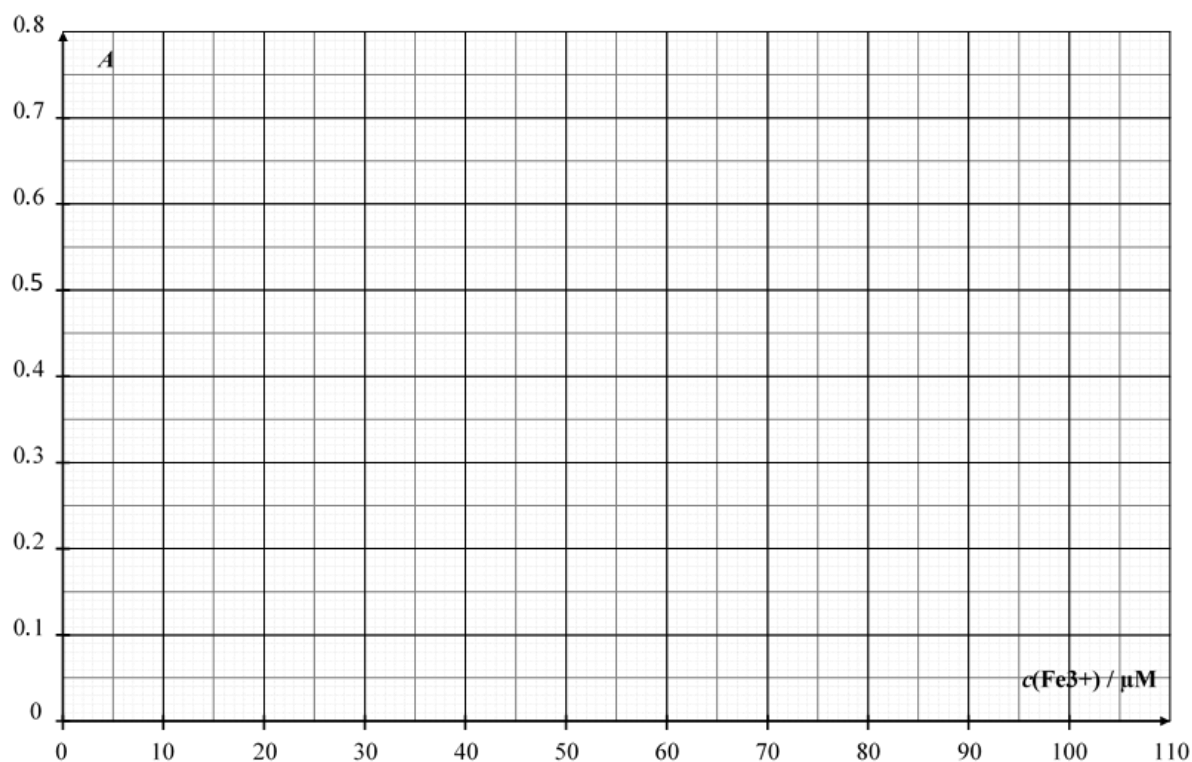
2. **Закройте** пробирки пробками и тщательно **перемешайте** содержимое пробирок.
3. **Добавьте** по 1.0 мл 1 М раствора тиоцианата калия в пробирки **1, 2 3, 4 и 5**. В пробирку **6** раствор тиоцианата калия **не** добавляйте. **Закройте** пробирки пробками и тщательно **перемешайте**.
4. Когда все растворы будут готовы, **поднимите** карточку HELP, чтобы лаборант выдал вам колориметр.
5. **Подготовьте** колориметр, используя инструкции на с. 17. Колориметр должен быть установлен на длину волны 470 нм. Если это не так, установите длину волны самостоятельно. **Используйте** деионизированную воду в качестве раствора сравнения.

6. **Измерьте** значение поглощения для раствора в каждой пробирки (от **1** до **6**) на этой длине волны. **Запишите** результаты в таблицу. **Поднимите** карточку HELP, чтобы освободить колориметр.

Номер пробирки	1	2	3	4	5	6
Поглощение (при 470 нм)						
Аналитическая концентрация Fe^{3+} в пробирке, $c(\text{Fe}^{3+})$ / мкМ	16	32	64	96		
Код колориметра						

Вопросы

1. **Постройте** график зависимости поглощения A в пробирках **1** – **4** от аналитической концентрации Fe^{3+} в пробирке.



- Выберите те точки, которые вы будете использовать для построения калибровочной кривой, и запишите их в таблицу.

Номер пробирки	1	2	3	4
Значение поглощения, выбранное для построения калибровочной кривой				

2. Используя выбранные вами точки, **проведите** калибровочную прямую на графике выше и **определите** аналитическую концентрацию (в $\mu\text{моль} \times \text{л}^{-1}$) Fe^{3+} в пробирке 5.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{ПРОБИРКА 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мкмоль} \times \text{л}^{-1}$$

Если вы не смогли определить $c(\text{Fe}^{3+})$, для последнего расчета используйте $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \text{ мкмоль} \times \text{л}^{-1}$.

3. **Рассчитайте** массовую концентрацию (в миллиграммах на литр) железа в исследуемом образце белого вина.

$$c_{\text{м}}(\text{железо}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мг} \times \text{л}^{-1}$$

II. Определение стехиометрического состава комплекса

В этой части вам потребуется 0.00200 М раствор железа(III) и 0.00200 М раствор тиоцианата калия.

Методика

В первой части задачи вы определяли концентрацию железа (III) в вине по интенсивности окраски комплекса железа с тиоцианатом. В части II вам предстоит определить состав комплекса $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (координированная вода не показана), где a и b – целые числа не больше трех.

Для этой части вам выданы следующие водные растворы:

- 0.00200 М раствор железа (III) (подкисленный) (80 мл)
- 0.00200 М раствор тиоцианата калия (80 мл)

Вы можете использовать пробирки (с пробками, которые следует мыть и сушить), градуированные пипетки, колориметрическая кювета, колориметр (по запросу) и любое другое оборудование на вашем рабочем месте, которое покажется вам полезным.

1. **Запишите** в первые три строки нижеприведенной таблицы объемы растворов, по которым вы сможете определить стехиометрию комплекса на основе колориметрических измерений. *Вам не обязательно заполнять все колонки.* Рассчитайте мольную долю железа в комплексе в каждой пробирке по следующей формуле:

$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

№ пробирки	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Объем 0.00200 М раствора железа(III) $V_{\text{Fe(III)}} / \text{мл}$									
Объем 0.00200 М раствора тиоцианата калия $V_{\text{SCN}^-} / \text{мл}$									
Мольная доля железа (III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Оптическая плотность (при 470 нм)									
Код колориметра									

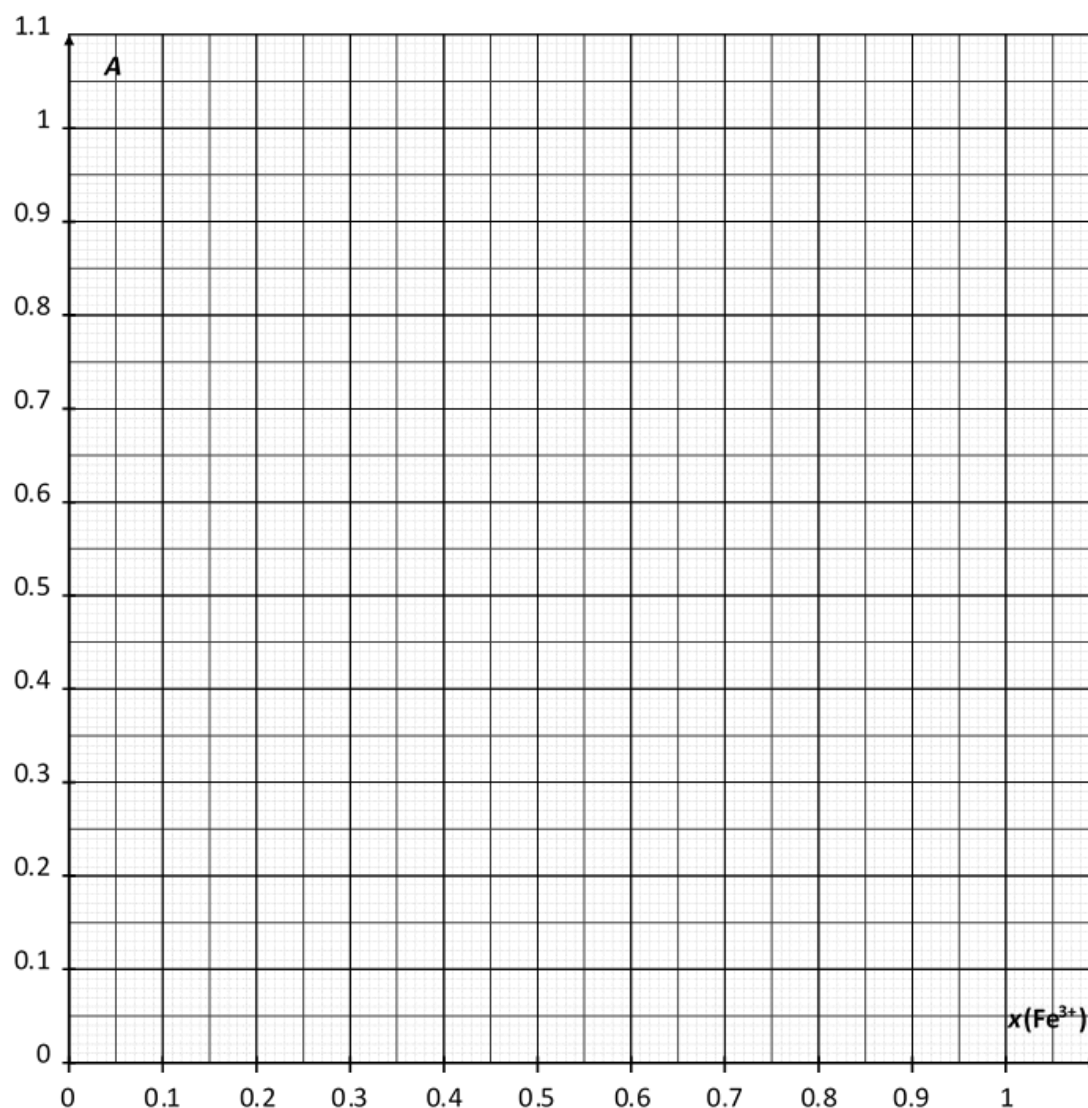
2. **Подготовьте** пробирки. Когда все растворы готовы, **поднимите** карточку HELP, и лаборант выдаст вам колориметр.

3. **Подготовьте** колориметр, как описано выше (см. стр. 17. **Убедитесь** что установлена длина волны 470 нм. Как раствор сравнения **используйте** деионизированную воду.

4. **Измерьте** оптическую плотность растворов в каждой пробирке на этой длине волны. **Запишите** результаты в таблицу выше.

Вопросы

5. **Постройте** график зависимости оптической плотности A растворов из пробирок от мольной доли железа (III).



6. По результатам проведенных вами опытов **определите** стехиометрический состава комплекса $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

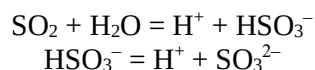
$a =$ _____

$b =$ _____

Задача РЗ 13 баллов	Вопрос	Титрование I	Титрование II	Титрование III	РЗ.1	РЗ.2	РЗ.3	РЗ.4	РЗ.5	Всего
	Макс.	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Очки									

Задача РЗ. Хранение вина

Диоксид серы SO_2 используют в качестве консерванта вин. При добавлении SO_2 к вину он может реагировать с водой, давая бисульфит-ионы HSO_3^- и протоны H^+ . Бисульфит-ионы могут далее превращаться в сульфит-ионы SO_3^{2-} путем отщепления второго протона.



Эти три различные формы диоксида серы в растворе могут реагировать с такими веществами в вине, как ацетальдегид, красители, сахара и др. с образованием продуктов Р. Общая концентрация диоксида серы является суммой концентраций её “свободных” форм (SO_2 , HSO_3^- и SO_3^{2-}) и Р.

Концентрация консерванта нормируется, поскольку сульфиты и диоксид серы могут представлять опасность для некоторых людей. В Европейском Союзе максимальная общая концентрация диоксида серы установлена на уровне $100 \text{ мг} \times \text{л}^{-1}$ для красного вина и $150 \text{ мг} \times \text{л}^{-1}$ для белого или розового вина.

Ваша задача определить общую концентрацию диоксида серы в выданном образце белого вина с помощью йодометрического титрования.

Методика

I. Стандартизация раствора тиосульфата натрия

- Вам выдан образец чистого йодата калия KIO_3 массой примерно 100 мг. Точная масса образца указана на этикетке сосуда. **Запишите** это значение в приведенную ниже таблицу.
- Приготовьте** 100 мл раствора йодата калия в мерной колбе на 100 мл из всего выданного образца йодата калия и деионизованной воды. Этот раствор будет называться **S**.
- В коническую колбу без шлифа на 100 мл **добавьте**:
 - аликвоту 20 мл раствора **S** с помощью пипетки Мора;
 - 5 мл раствора йодида калия (0.5 М) с помощью мерного цилиндра на 5 мл;
 - 10 мл раствора серной кислоты (2.5 М) с помощью мерного цилиндра на 10 мл.
- Круговыми движениями перемешайте** содержимое колбы, **закройте** ее с помощью пленки Parafilm и **поставьте** в нижний шкаф стола минимум на пять минут.
- Заполните** бюретку выданным раствором тиосульфата натрия с помощью стаканчика. **Оттитруйте** содержимое колбы при постоянном перемешивании. После того, как раствор приобретет бледно-желтую окраску, **добавьте** 10 капель раствора крахмала и **продолжайте титрование** до полного обесцвечивания раствора. **Запишите** объем израсходованного титранта V_1 в таблицу.
- Повторите** титрование (шаги 3-5) необходимое число раз.

Масса йодата калия (перепишите значение с этикетки)	
Номер титрования	V_1 / мл
1	
2	
3	
Принятое Вами значение V_1 / мл	

II. Стандартизация раствора йода

- С помощью пипетки Мора перенесите аликвоту 25 мл раствора йода, помеченного I_2 , в коническую колбу без шлифа на 100 мл.
- Оттитруйте содержимое колбы раствором тиосульфата натрия. После того, как раствор приобретет бледно-жёлтую окраску, добавьте 10 капель раствора крахмала и продолжайте титрование до полного обесцвечивания раствора. Запишите объем израсходованного титранта V_2 .
- Повторите титрование (шаги 1-2) необходимое число раз.

Номер титрования	V_2 / мл
1	
2	
3	
Принятое Вами значение V_2 / мл	

III. Определение общей концентрации диоксида серы

1. С помощью пипетки Мора перенесите аликвоту 50 мл вина в коническую колбу без шлифа на 250 мл.
2. С помощью мерного цилиндра на 25 мл добавьте 12 мл раствора гидроксида натрия (1 М). Закройте колбу пленкой Parafilm, круговыми движениями перемешайте содержимое колбы и оставьте стоять как минимум на 20 минут.
3. С помощью мерного цилиндра добавьте 5 мл раствора серной кислоты (2.5 М) и с помощью одноразовой пластиковой пипетки Пастера - примерно 2 мл раствора крахмала.
4. Оттитруйте содержимое колбы раствором йода из бюретки до бесцветной окраски, устойчивой в течение 15 секунд. Запишите объем израсходованного титранта V_3 в таблицу.
5. Повторите титрование (шаги 1-4) необходимое число раз.

Номер титрования	V_3 / мл
1	
2	
3	
Принятое Вами значение V_3 / мл	

Вопросы

1. **Запишите** уравнения всех реакций, протекающих при стандартизации раствора тиосульфата натрия.

2. **Рассчитайте** молярную концентрацию тиосульфата натрия в растворе. Молярная масса йодата калия равна $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ г} \times \text{моль}^{-1}$.

$$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{моль} \times \text{л}^{-1}$$

Если Вы не смогли рассчитать $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, примите концентрацию равной $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ моль} \times \text{л}^{-1}$ для дальнейших вычислений.

3. **Рассчитайте** молярную концентрацию йода в растворе.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ моль} \times \text{л}^{-1}$$

Если Вы не смогли рассчитать $c(I_2)$, примите концентрацию $c(I_2) = 0.00700 \text{ моль} \times \text{л}^{-1}$ для дальнейших вычислений.

4. **Запишите** уравнение реакции, протекающей в растворе между йодом I_2 и диоксидом серы SO_2 , считая, что диоксид серы окисляется в сульфат-ионы SO_4^{2-} .

5. **Рассчитайте** общую массовую концентрацию в мг/л всех форм диоксида серы в вине. Молярная масса диоксида серы $M(SO_2) = 64.1 \text{ г} \times \text{моль}^{-1}$.

$$c_m(SO_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мг} \times \text{л}^{-1}$$

ШТРАФЫ

События №	Подпись участника	Подпись лаборанта
1 (без штрафа)		
2		
3		
4		
5		