

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ ТУР

11 класс

Синтез и анализ оксалатного комплекса кобальта(III)

Оборудование и реактивы:

- | | |
|---|-----------|
| 1. Пробирка с навеской гексагидрата хлорида кобальта(II) | - 1 шт. |
| 2. стакан химический, 50 см ³ | - 2 шт. |
| 3. стакан химический, 250 см ³ | - 1 шт. |
| 4. стакан химический, 100-150 см ³ (под бюретку) | - 1 шт. |
| 5. Центры кипения | - 2-3 шт. |
| 6. Чашка фарфоровая для выпаривания, 100 см ³ | - 1 шт. |
| 7. Шпатель стеклянный | - 1 шт. |
| 8. Цилиндр мерный, 25 см ³ | - 1 шт. |
| 9. Пипетка мерная градуированная, 10 см ³ | - 2 шт. |
| 10. Груша резиновая | - 1 шт. |
| 11. Колба коническая, 100 см ³ | - 2 шт. |
| 12. Кристаллизатор для ледяной бани | - 1 шт. |
| 13. Лёд мелко раздробленный | - 100 г |
| 14. Пластиковая чашка Петри | - 1 шт. |
| 15. Воронка стеклянная, 5,6 – 7,5 см | - 1 шт. |
| 16. Фильтровальная бумага, 10x10 см | - 15 шт. |
| 17. Ножницы | - 1 шт. |
| 18. Штатив с муфтой и лапкой | - 1 шт. |
| 19. Бюретка, 25 см ³ | - 1 шт. |
| 20. Воронка стеклянная, 3 см | - 1 шт. |
| 21. Одноразовые перчатки | - 1 пара |
| 22. Защитные очки | - 1 шт. |
| 23. Салфетки бумажные | - 10 шт. |

Оборудование и реактивы общего пользования:

24. Весы электронные (0,0001 г)
25. Оксалат калия, $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$
26. Уголь активированный
27. Этиловый спирт, 96%

28. Электрическая плитка (одна на 2 участников)
29. Ткань или перчатки для обращения с горячей посудой
30. Колба объемом 250-500 см³ с раствором KMnO₄ (одна на 2 участников)
31. Колба объемом 250 см³ с раствором H₂C₂O₄ (одна на 2 участников)
32. Колба объемом 250 см³ с 2 М раствором H₂SO₄ (одна на 2 участников)
33. Колба объемом 100 см³ с 30%-ным раствором H₂O₂ (две на лабораторию)
34. Пипетка мерная градуированная, 5 см³ (две на лабораторию)
35. Колба объемом 250 см³ с 96%-ным раствором C₂H₅OH (две на лабораторию)
36. Дистиллированная вода
37. Раковина с проточной водой

Запишите в лист ответов номер своего варианта задания (указан на пробирке с навеской гексагидрата хлорида кобальта(II))

Внимание!!! Вы обязаны выполнять необходимые требования безопасной работы с химическими реактивами и оборудованием! Не выполняйте посторонних действий, не относящихся к методике работы!

Наиболее распространенными степенями окисления кобальта являются степени окисления +2 и +3. В них ионы кобальта склонны образовывать шестикоординированные комплексные соединения. Вам необходимо синтезировать оксалатный комплекс кобальта(III), окислив в присутствии лигандов хлорид кобальта(II) пероксидом водорода. Число лигандов оксалат-ионов, связанных с комплексообразователем в полученном комплексе, необходимо будет определить титрованием водным раствором перманганата калия, предварительно разрушив синтезированный оксалатный комплекс кислотой.

1. Синтез оксалатного комплекса кобальта(III)

Подготовьте водяную баню. Налейте в химический стакан объемом 250 см³ проточную воду на 2/3 объема стакана, поместите в воду центры кипения, поставьте стакан на электрическую плитку и добейтесь равномерного кипения воды в стакане. В течение всего синтеза необходимо следить, чтобы уровень воды в стакане не опускался ниже 20% от объема стакана. Если объем воды в стакане становится ниже 20%, снимите стакан с плитки, долейте в него проточной воды. Пока вода в стакане закипает, подготовьте необходимые для синтеза растворы.

Взвесьте 4,8 г моногидрата оксалата калия. Перенесите его в химический стакан на 50 см³. К соли добавьте 10 см³ дистиллированной воды. Для полного раство-

рения соли подогрейте раствор на плитке до 60-70 °С, не допуская его кипения.

Выданную Вам навеску гексагидрата хлорида кобальта(II) количественно перенесите в химический стакан на 50 см³ и добавьте к нему 6 см³ дистиллированной воды. Добейтесь полного растворения соли. К раствору добавьте 0,04 г активированного угля, полученную смесь перемешайте. Добавьте к смеси 2 см³ 30%-ного раствора H₂O₂. Перелейте полученную смесь в фарфоровую чашку для выпаривания. Добавьте к ней нагретый до 60-70 °С раствор оксалата калия.

Фарфоровую чашку поместите на кипящую водяную баню. Постоянно помешивайте содержимое чашки стеклянным шпателем. Нагревание приведет к интенсивному образованию пены в реакционной смеси. Для предотвращения сильного разбрызгивания реакционной смеси снимите фарфоровую чашку с бани и продолжайте перемешивание. По окончании реакции выделение газов прекратится, а цвет раствора изменится на темно-зеленый. Если цвет раствора не изменился, снова подогрейте чашку с реакционной смесью на водяной бане.

Отфильтруйте реакционную смесь от угля через бумажный фильтр.

Полученный фильтрат перенесите в фарфоровую чашку, добавьте к нему 20 см³ этилового спирта (96%) и поместите смесь в ледяную баню. Для этого кристаллизатор полностью заполните мелко раздробленным льдом и поместите фарфоровую чашку с полученной смесью в углубление во льду. Не подготавливайте ледяную баню заранее, чтобы не допустить таяния льда. Разместите ледяную баню не близко к горячей плитке. Охлаждение проводите 20-30 минут.

Выпавший зеленый осадок отделите от маточного раствора фильтрованием на бумажном фильтре. Тщательно высушите кристаллы между листами фильтровальной бумаги, после чего оставьте их до полного высыхания на 20-30 минут.

Взвесьте синтезированное вещество. На весы поместите пластиковую чашку Петри. Обнулите значение массы на весах. Снимите чашку Петри с весов и перенесите в нее сухое синтезированное вещество. Поместите чашку Петри с веществом на весы. Цвет и массу синтезированного вещества, отображающуюся на весах, внесите в лист ответов. Эти данные внесите в присутствии преподавателя, сопровождающего экспериментальный тур, и попросите его поставить подписи в соответствующих строках Вашего листа ответов.

Во время длительных стадий охлаждения смеси и высушивания осадка рекомендуется провести стандартизацию раствора перманганата калия.

2. Стандартизация раствора перманганата калия

Заполните бюретку раствором перманганата калия. В коническую колбу мерной пипеткой отберите 10,0 см³ раствора щавелевой кислоты. Добавьте к нему 5 см³ 2 М раствора серной кислоты. Нагрейте раствор на электрической плитке до температуры около 70 °С, не допуская кипения раствора. Оттитруйте нагретый раствор щавелевой кислоты раствором перманганата калия до появления не исчезающей бледно-розовой окраски. Повторите титрование три раза. Рассчитайте концентрацию раствора перманганата калия.

3. Анализ состава синтезированного комплекса

Взвесьте 0,1 г сухого синтезированного оксалатного комплекса кобальта(III). Точную массу навески внесите в лист ответов. Количественно перенесите навеску в коническую колбу. Добавьте к веществу 15 см³ 2 М раствора серной кислоты. После растворения комплекса нагрейте раствор на плитке до температуры около 70 °С, не допуская кипения раствора. Сразу после приготовления оттитруйте нагретый раствор раствором перманганата калия до появления не исчезающей бледно-розовой окраски. Повторите титрование три раза.

Синтезированное вещество оставьте на Вашем рабочем месте.

Заполните все необходимые поля в листе ответов.