


УТВЕРЖДАЮ
заместитель председателя оргкомитета
III этапа республиканской олимпиады,
заместитель Министра образования
Республики Беларусь
Р.С.Сидоренко
15.12 2015 г.



ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ ТУР.

9 класс

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ НЕИЗВЕСТНЫХ РАСТВОРОВ

Оборудование:


- | | |
|--|---------|
| 1. Штатив для пробирок (на 16-20 пробирок) | – 1 шт. |
| 2. Пробирки (пронумерованные маркером, с растворами) | – 8 шт. |
| 3. Пробирки чистые | – 8 шт. |
| 4. Промывалка с дистиллированной водой | – 1 шт. |
| 5. Пластиковая пипетка Пастера (3 мл) | – 8 шт. |

В выданных семи пронумерованных пробирках находятся 5 %-ные водные растворы следующих веществ:

- сульфат магния
- хлорид кальция
- гидрофосфат натрия
- гидрокарбонат натрия
- серная кислота
- карбонат натрия
- гидроксид натрия

Не используя никаких дополнительных реактивов, установите, раствор какого вещества содержится в каждой из пробирок.

В листе ответов кратко поясните ход ваших рассуждений и приведите в молекулярном виде уравнения реакций, которые протекали при проведении анализа, укажите наблюдаемые аналитические сигналы.

УТВЕРЖДАЮ
заместитель председателя оргкомитета
III этапа республиканской олимпиады,
заместитель Министра образования
Республики Беларусь

Р.С.Сидоренко
15.12.2015 г.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ ТУР

10 класс

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В МИНЕРАЛЬНОЙ ВОДЕ

Оборудование и реактивы

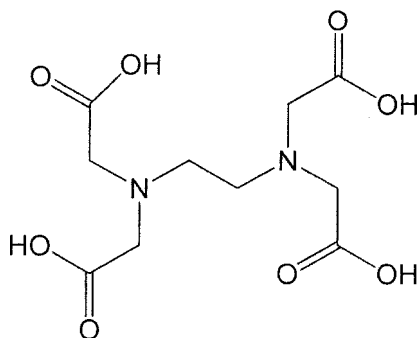
- | | |
|---|----------|
| 1. Штатив лабораторный с лапкой | – 1 шт. |
| 2. Бюретка, 25-50 см ³ | – 1 шт. |
| 3. Воронка (для заполнения бюретки) | – 1 шт. |
| 4. Колба Эрленмейера, 100 см ³ | – 2 шт. |
| 5. Пипетка мерная (или пипетка Мора) 10 см ³ | – 1 шт. |
| 6. Груша резиновая | – 1 шт. |
| 7. Мерная колба с пробкой (с образцом), 100 см ³ | – 1 шт. |
| 8. Стакан стеклянный, 50-100 см ³ | – 2 шт. |
| 9. Промывалка с дистиллированной водой | – 1 шт. |
| 10. Салфетки бумажные | – 10 шт. |
| 11. Раствор MgSO ₄ 0,0250 М | |
| 12. Раствор ЭДТА | |

Оборудование и реактивы общего пользования:

- | | |
|---|---------|
| 13. Мурексид (смесь с NaCl) (на лабораторию) | – 1 шт. |
| 14. Эриохром черный Т (смесь с NaCl) (на лабораторию) | – 1 шт. |
| 15. Шпатель стеклянный (на лабораторию) | – 2 шт. |
| 16. Аммиачный буфер (pH = 9,2) (на лабораторию) | – 1 шт. |
| 17. Раствор щелочи 2 М NaOH (на лабораторию) | – 1 шт. |
| 18. Мерный цилиндр (на лабораторию) | – 1 шт. |

Минеральная вода, образец которой Вы получили, относится к водам с высоким содержанием кальция и магния, которые важны для нормального развития как детского, так и взрослого организма. Широкое терапевтическое использование подобных вод обуславливает необходимость контролировать их состав и подлинность, что Вам и предстоит сделать в ходе данной работы с использованием метода комплексонометрического титрования.

Комплексонометрическое титрование основано на реакциях образования хелатных комплексов при взаимодействии катионов металлов с аминополикарбоновыми кислотами (комплексонами). Из многочисленных аминополикарбоновых кислот наиболее часто используют этилендиаминтетрауксусную кислоту (H₄Y, ЭДТУ или ЭДТА).



Независимо от заряда катиона металла образуются комплексы с соотношением компонентов 1 : 1.

МЕТОДИКА РАБОТЫ

Запишите в лист ответов номер своего варианта задания (указан на мерной колбе с образцом).

Стандартизация раствора ЭДТА.

Используя метод комплексонометрического титрования, установите концентрацию рабочего раствора ЭДТА. Для этого заполните бюретку выданным раствором ЭДТА. С помощью мерной пипетки перенесите аликвоту 10,00 мл стандартного 0,025 М раствора MgSO_4 в коническую колбу, добавьте 5 мл аммиачного буферного раствора, 1 шпатель индикатора эриохрома черного Т и оттитруйте раствором ЭДТА до перехода окраски из винно-красной в синюю. Запишите в лист ответов величину израсходованного объема титранта. Повторите анализ необходимое число раз. Заполните поля листа ответов и рассчитайте молярную концентрацию рабочего раствора ЭДТА.

Определение массы ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} в выданном образце.

Доведите выданный образец в мерной колбе до метки дистиллированной водой. С помощью мерной пипетки перенесите аликвоту 10,00 мл приготовленного раствора в коническую колбу, добавьте 5 мл аммиачного буферного раствора, 1 шпатель индикатора эриохрома черного Т и оттитруйте раствором ЭДТА до перехода окраски из винно-красной в синюю. Запишите в лист ответов величину израсходованного объема титранта. Повторите анализ необходимое число раз. Рассчитайте суммарное химическое количество ионов кальция и магния в выданном образце.

С помощью мерной пипетки перенесите аликвоту 10,00 мл приготовленного раствора в коническую колбу, добавьте 5 мл 2 М NaOH , 1 шпатель индикатора мурексида и оттитруйте раствором ЭДТА до перехода окраски из розовой в фиолетово-сиреневую. Запишите в лист ответов величину израсходованного объема титранта. Повторите анализ необходимое число раз.

По результатам титрований рассчитайте массу ионов магния и массу ионов кальция в выданном образце.

Ответьте на поставленные в листе ответов вопросы.

Справочные данные:

$$\text{PР}(\text{Mg}(\text{OH})_2) = 1,8 \cdot 10^{-11}$$

$$\text{PР}(\text{Ca}(\text{OH})_2) = 5,5 \cdot 10^{-6}$$

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель председателя оргкомитета
III этапа республиканской олимпиады,
заместитель Министра образования
Республики Беларусь

Р.С.Сидоренко

15.12 2015 г.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ ТУР

11 класс

СИНТЕЗ 4-МЕТИЛУМБЕЛЛИФЕРОНА

Оборудование и реактивы:

- | | |
|--|----------|
| 1. Штатив лабораторный с лапкой | – 1 шт. |
| 2. Плитка электрическая | – 1 шт. |
| 3. Колба Эрленмейера (50 см ³) | – 1 шт. |
| 4. Стаканчик (50 см ³) | – 2 шт. |
| 5. Воронка для фильтрования (6-8 см) – | – 1 шт. |
| 6. Пластиковая пипетка Пастера (3 см ³) | – 2 шт. |
| 7. Капилляр стеклянный | – 2 шт. |
| 8. Кольцо резиновое (для крепления капилляра к термометру) | – 1 шт. |
| 9. Термометр (120-150 °С) | – 1 шт. |
| 10. Пробирка стеклянная | – 3 шт. |
| 11. Штатив для пробирок | – 1 шт. |
| 12. Стеклянная чашка Петри | – 1 шт. |
| 13. Ледяная баня | – 1 шт. |
| 14. Промывалка с дистиллированной водой | – 1 шт. |
| 15. Фильтр бумажный (10-12 см) | – 5 шт. |
| 16. Салфетки бумажные | – 10 шт. |

Оборудование и реактивы общего пользования:

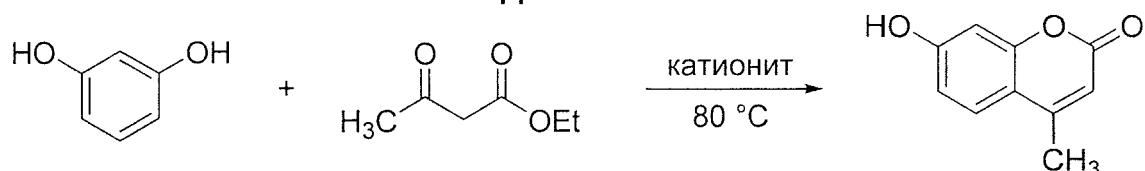
17. Стеклянная трубка (40-50 см) для заполнения капилляров
18. Пипетка мерная, 1,00 см³
19. Груша резиновая
20. Весы электронные ($\pm 0,01$ г)
21. Калька
22. Шпатель стеклянный.
23. Сушильный шкаф (110-120 °С)
24. Ультрафиолетовая лампа
25. Ацетоуксусный эфир
26. Резорцин
27. Катионит КУ-2-8
28. Этанол, 95 %
29. Соляная кислота, 10 %
30. Раствор Na₂CO₃, 10 %

Кумарины представляют собой природные соединения, встречающиеся в ряде растений. Один из представителей этого класса соединений, умбеллиферон (7-гидроксикумарин), а также ряд его метилпроизводных, обнаружены в растениях

семейства зонтичных (*Umbelliferae*): моркови, петрушке, тмине и сельдерее. Среди прочего, умбеллифероны используются в качестве флуоресцентных pH-индикаторов.

Вам предстоит синтезировать 4-метилумбеллиферон путём конденсации Пехмана. В классическом варианте этой реакции используются агрессивные реагенты (H_2SO_4 , POCl_3) и высокие температуры. Особенностью данной работы является применение принципов зелёной химии, особенно популярной в последнее время. Так, синтез проводится в присутствии мягкого возобновляемого катализатора (ионообменной смолы) и без применения опасных растворителей.

МЕТОДИКА РАБОТЫ



Анализ чистоты резорцина. Небольшую порцию кристаллов наберите в капилляр и бросьте его несколько раз через стеклянную трубку на рабочую поверхность, чтобы уплотнить столбик вещества. Повторите эту операцию несколько раз, чтобы длина столбика достигла приблизительно 2-3 мм. При помощи резинки присоедините капилляр к ртутному шарикку термометра. Термометр закрепите в штативе так, чтобы расстояние от поверхности плитки до ртутного шарика составляло около 5 см. Наблюдайте за плавлением кристаллов, отметьте и запишите в лист ответов их температуру плавления.

Синтез. В колбу Эрленмейера на 50 мл внесите ацетоуксусный эфир (1,0 мл, плотность 1,028 г/см³), резорцин (0,80 г) и катионит КУ-2-8 (1,0 г). Поставьте колбу на плитку и включите нагревание (реакция начинается при 80-85 °С, о начале реакции можно судить по появлению пузырьков газа). Периодически помешивайте смесь до тех пор, пока не прекратится выделение газа и смесь не затвердеет (20-30 мин.). Для выделения продукта Вам в дальнейшем понадобится горячая дистиллированная вода. Для этого во время синтеза поставьте на плитку для нагревания стаканчик с 25 мл дистиллированной воды.

Выделение продукта. По окончании реакции добавьте с помощью пластиковой пипетки к горячей смеси 2 мл горячего этанола и растворите полученный продукт. При помощи пластиковой пипетки отделите горячий спиртовой раствор от твердого катионита и перенесите его в стеклянный стаканчик. Промойте твердый остаток в колбе, используя ещё 2 мл горячего этанола, и также перенесите его в стаканчик. По каплям при перемешивании добавляйте к горячему спиртовому раствору продукта в стаканчике горячую воду, пока раствор не начнёт мутнеть. Затем охладите его до комнатной температуры (5-8 мин), а затем в течение 30 мин выдержите в бане со льдом. Кристаллы продукта отфильтруйте и несколько раз промойте водой. Отожмите продукт между листами фильтровальной бумаги, перенесите в чашку Петри и поместите на 30-40 мин в сушильный шкаф (110-120 °С). Высушенный продукт взвесьте, рассчитайте выход, запишите массу и выход реакции в лист ответов. Продукт оставьте в чашке Петри на своём рабочем месте.

Анализ флуоресцентных свойств продукта. Растворите небольшое количество полученного 4-метилумбеллиферона (~20 мг) в 2-3 мл этанола в трёх пробирках. Измените pH в двух из них, добавив 2 мл 10 % раствора HCl в одну пробирку и 2 мл 10 % раствора Na₂CO₃ — в другую. Поместите пробирки под ультрафиолетовую лампу и отметьте цвет и интенсивность наблюдаемой флуоресценции. Запишите в лист ответов Ваши наблюдения.

Ответьте на поставленные в листе ответов вопросы.