

ДЛЯ ОРГАНИЗАТОРОВ

РЕАКТИВЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

(на одного участника, если не указано иное)

Реактивы и оборудование приведены в расчете на одного участника, если не указано иное.

Реактивы: щавелевая кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0.3 г), 0.05 М NaOH (300 мл), 1 М уксусная кислота (10 мл), 1 М ацетат натрия (5 мл), фенолфталеин, 0.1%-ный раствор в 60%-ном этаноле (10 мл), дистиллированная вода (1 л).

Оборудование: мерная колба (100.0 мл) (1 шт.), мерная колба (200.0 мл) (1 шт.), пробка для мерной колбы (2 шт.), пипетка Мора (10.00 мл) (1 шт.), резиновая груша или пипетатор (1 шт.), капельница с дистиллированной водой (1 шт.), капельница с раствором индикатора (1 шт.), коническая колба для титрования (100 мл) (2 шт.), бюретка прямая с краном (25 мл) (1 шт.), стеклянная воронка для бюретки (1 шт.), хлоркальциевая трубка с натронной известью (1 шт.), штатив для титрования (1 шт.).

Методические указания

Приготовление раствора щавелевой кислоты с концентрацией 0.032 г/мл.

Взвешивают на аналитических весах (с точностью до 0.0001 г) около 31.5 г дигидрата щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (х.ч.), после чего количественно переносят навеску в мерную колбу объемом 1000.0 мл, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и разбавляют раствор до метки. Рассчитывают концентрацию (моль/л) раствора щавелевой кислоты с точностью до тысячных. Раствор готовят в необходимом количестве, исходя из 25 мл на одного участника, с учетом дополнительных комплектов.

Приготовление растворов для участников.

Из приготовленного раствора готовят растворы для участников, отличающиеся количеством щавелевой кислоты. Для этого в промаркированные номером участника мерные колбы объемом 200.0 мл вносят точно следующие объемы раствора щавелевой кислоты с концентрацией 0.032 г/мл:

Номер варианта	Объем $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, мл
I	18.00
II	20.00
III	22.00
IV	24.00

Растворы разбавляют примерно до половины объема мерной колбы дистиллированной водой и закрывают пробками. Рассчитывают массу дигидрата щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в приготовленном растворе и указывают ее на мерной колбе и в таблице для проверяющих с точностью до 0.0001 г.

Приготовление 0.05 М раствора гидроксида натрия (раствор готовят за 1–2 дня до проведения экспериментального тура).

Для приготовления 1 л раствора взвешивают на технических весах около 2 г гидроксида натрия и растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды. После отстаивания раствор осторожно сливают (без осадка) в емкость объемом 1000 мл и доводят свежeproкипяченной охлажденной дистиллированной водой до метки. Приготовленный раствор хорошо перемешивают и помещают в пластиковую емкость, защищенную от попадания углекислого газа. Затем устанавливают точную концентрацию раствора гидроксида натрия. Раствор готовят в необходимом количестве, исходя из 250 мл на одного участника, с учетом дополнительных комплектов.

Стандартизация 0.05 М раствора гидроксида натрия (стандартизацию раствора гидроксида натрия проводят за 1 день до экспериментального тура).

Взвешивают на аналитических весах (с точностью до 0.0001 г) около 3.2 г дигидрата щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (х.ч.), после чего количественно переносят навеску в мерную колбу объемом 100.0 мл, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и разбавляют раствор до метки. Рассчитывают точную концентрацию (моль/л) приготовленного раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Заполняют бюретку 0.05 М раствором гидроксида натрия и закрывают ее хлоркальциевой трубкой с натронной известью. В коническую колбу для титрования емкостью 100 мл помещают пипеткой 10.00 мл раствора щавелевой кислоты,

2–3 капли фенолфталеина и титруют раствором NaOH до появления бледно-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. Титровать нужно по возможности быстро, а раствор не следует перемешивать слишком интенсивно во избежание поглощения раствором CO₂ из воздуха. По бюретке измеряют объем раствора NaOH, пошедший на титрование, и записывают его с точностью до 0.10 мл. Повторяют титрование до получения трех сходящихся результатов, попарно отличающихся друг от друга не более чем на 0.10 мл. Эти результаты усредняют и рассчитывают точную молярную (моль/л) концентрацию гидроксида натрия NaOH в растворе.

После стандартизации раствора гидроксида натрия рассчитывают ожидаемые объемы раствора NaOH, которые участники должны затратить на титрование аликвот выданных растворов щавелевой кислоты, разбавленных до метки, по формуле:

$$V(\text{NaOH}), \text{ мл} = \frac{2 \cdot c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot 0.010}{0.20 \cdot c(\text{NaOH})}$$

где

$V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ — объем раствора щавелевой кислоты, внесенный в колбу участника (см. таблицу), мл;

$c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ — точная концентрация раствора щавелевой кислоты, моль/л;

$c(\text{NaOH})$ — точная концентрация гидроксида натрия, моль/л.

Рассчитанные значения ожидаемых объемов NaOH вносят в таблицу для проверяющих с точностью до десятых долей мл.

Приготовление 1 М раствора CH₃COONa.

Взвешивают на технических весах около 136 г CH₃COONa·3H₂O и растворяют навеску в 1 л дистиллированной воды.

Приготовление 1 М раствора CH₃COOH.

Мерную колбу объемом 1000.0 мл заполняют на 1/3 дистиллированной водой и добавляют около 57 мл ледяной уксусной кислоты. Доводят раствор в колбе до метки и тщательно перемешивают. Молярную концентрацию уксусной кислоты в приготовленном растворе определяют титрованием по приведенной ниже методике.

Заполняют бюретку предварительно стандартизованным 0.05 М раствором гидроксида натрия и закрывают ее хлоркальциевой трубкой с натронной известью.

Аликвоту 10.00 мл приготовленного раствора уксусной кислоты переносят в мерную колбу объемом 100.0 мл, доводят раствор в мерной колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. В коническую колбу для титрования емкостью 100 мл помещают пипеткой 10.00 мл раствора уксусной кислоты, 2–3 капли фенолфталеина и титруют раствором NaOH до появления бледно-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. Титровать нужно по возможности быстро, а раствор не следует перемешивать слишком интенсивно во избежание поглощения раствором CO₂ из воздуха. По бюретке измеряют объем раствора NaOH, пошедший на титрование, и записывают его с точностью до 0.10 мл. Повторяют титрование до получения трех результатов, попарно отличающихся друг от друга не более чем на 0.10 мл. Эти результаты усредняют и рассчитывают молярную (моль/л) концентрацию CH₃COOH в растворе по формуле:

$$c(\text{CH}_3\text{COOH}), \text{М} = \frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{10.00} \cdot \frac{1000.0}{100.0}$$

где

$c(\text{NaOH})$ — точная концентрация раствора гидроксида натрия, М;

$V(\text{NaOH})$ — средний объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, мл.

Расчет молярной концентрации CH₃COOH в растворе осуществляют с точностью до тысячных.

Приготовление вариантов задачи.

Готовят 4 варианта задачи, отличающихся содержанием уксусной кислоты и ацетата натрия. Для этого в промаркированные номером участника и этикеткой с номером варианта мерные колбы объемом 100.0 мл вносят точно следующие объемы растворов уксусной кислоты и ацетата натрия:

Номер варианта	Объем 1 М CH ₃ COOH, мл	Объем 1 М CH ₃ COONa, мл
I	5.00	5.00
II	6.00	4.00
III	7.00	3.00
IV	8.00	2.00

Растворы в колбах разбавляют примерно до половины объема колбы дистиллированной водой и закрывают пробками.

Рассчитывают ожидаемые объемы раствора NaOH, которые участники должны затратить на титрование аликвот выданных растворов, разбавленных до метки, по формуле:

$$V(\text{NaOH}), \text{ мл} = \frac{c(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot V_{\text{доб.}}(\text{CH}_3\text{OH}) \cdot 0.010}{0.100 \cdot c(\text{NaOH})}$$

где

$c(\text{CH}_3\text{COOH})$ — точная концентрация раствора уксусной кислоты, М;

$V_{\text{доб.}}(\text{CH}_3\text{COOH})$ — объем раствора уксусной кислоты, внесенный в мерную колбу участника (см. таблицу), мл;

$c(\text{NaOH})$ — точная концентрация раствора гидроксида натрия, М.

Вносят полученные значения в таблицу для проверяющих с точностью до десятых долей мл.

Концентрацию уксусной кислоты (моль/л) в выданном участнику анализируемом растворе после его доведения до метки рассчитывают по формуле:

$$c(\text{CH}_3\text{COOH}), \text{ М} = \frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{10}$$

где

$c(\text{NaOH})$ — точная концентрация раствора гидроксида натрия, М;

$V(\text{NaOH})$ — ожидаемый объем раствора NaOH, который участники должны затратить на титрование аликвот выданных растворов, разбавленных до метки, мл.

Значения pH выданных участникам буферных растворов рассчитывают по формуле:

$$\text{pH} = 4.76 - \lg(c(\text{CH}_3\text{COOH})) - \lg(0.1 - c(\text{CH}_3\text{COOH})).$$

Номера колб, вариантов, массы щавелевой кислоты в колбе, ожидаемые значения объема NaOH, затраченного на стандартизацию и определение уксусной кислоты, а также молярные концентрации уксусной кислоты в растворе и значения pH выданных растворов вносят в таблицы для проверяющих (см. ниже).

Пример таблиц для проверяющих:

Стандартизация раствора гидроксида натрия

Номера участников	Номер варианта	Масса $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, г	Ожидаемый объем NaOH , мл
1, 5, 9, ...	I		
2, 6, 10, ...	II		
3, 7, 11, ...	III		
4, 8, 12, ...	IV		

Определение концентрации уксусной кислоты в выданном растворе

Номера участников	Номер варианта	Ожидаемый объем NaOH , мл	$c(\text{CH}_3\text{COOH})$, М	pH
1, 4, 7, ...	I			
2, 5, 8, ...	II			
3, 6, 9, ...	III			

Комплектация рабочего места участника

Каждый участник получает анализируемый раствор, содержащий уксусную кислоту и ацетат натрия, в мерной колбе объемом 100.0 мл с пробкой и раствор щавелевой кислоты в мерной колбе объемом 200.0 мл с пробкой (обе мерные колбы промаркированы порядковым номером участника), штатив с «лапками» для двух бюреток и белым матовым основанием, пипетку Мора, воронку для заполнения бюретки, резиновую грушу или пипетатор, 2 конические колбы для титрования объемом 100 мл и хлоркальциевую трубку с натронной известью. Стандартный раствор гидроксида натрия, капельницы с фенолфталеином и емкости с дистиллированной водой могут предоставляться в качестве общих реактивов на группу из 2–4 участников. Допустимы и другие удобные для работы варианты. Помимо расчетного числа, готовят 1–2 дополнительных комплекта задачи каждого варианта.

Информирование участников перед началом экспериментального тура

Во вводной беседе перед началом экспериментального тура участникам дают краткий инструктаж по технике безопасности и информируют их о штрафных баллах, предусмотренных за ненадлежащую работу в практикуме (см. далее).

Штрафы за нарушения техники безопасности (ТБ) и техники эксперимента (суммарно не более 3 баллов):

Нарушение	Штраф, баллы	Действия комиссии
Грубое нарушение ТБ	3	Строгое предупреждение
Порча посуды, оборудования	2	Выдать новое оборудование
Потеря выданного образца	2	Выдать новый образец
Нарушение техники работы	1	Замечание

*Для ответов на теоретические задания (Лист 1) участникам отводится **30 минут**, для этого им необходимо предоставить отдельные бланки (3–4 листа школьной тетради). Затем все письменные ответы участников на этих бланках централизованно собираются и передаются членам Жюри.*

*Для проведения оставшейся части работы (Лист 2) отводится **не более 205 минут**. Всем участникам предоставляются новые бланки для ответов (тетради). Все участники начинают выполнение оставшейся части работы (непосредственно эксперимента) одновременно.*

В это время (205 минут) включено:

- выполнение экспериментальной работы;*
- оформление в письменном виде результатов работы;*
- представление результатов работы члену Жюри и беседа с ним.*

Окончательная оценка за экспериментальный тур включает теоретическую и экспериментальную часть (оба бланка ответов).

Участник фиксирует согласие с выставленными баллами своей подписью на титульном листе своей тетради!

Апелляция по экспериментальному туру после этого не предусмотрена!