

## 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:** сахароза (0.2 г), NaCl (0.2 г), 0.025 М  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (250 мл), 0.04 М  $\text{CuSO}_4$  (50 мл), 0.5 М  $\text{K}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  (25 мл), 2 М HCl (20 мл), 1 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (100 мл), 5%-ный KI (100 мл), 1%-ный раствор крахмала (10 мл), дистиллированная вода (1 л).

**Оборудование:** термостойкий стеклянный стакан (100 мл) (1 шт.), стеклянная воронка (1 шт.), мерная колба (100.0 мл) (2 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 (200 мл или 250 мл) (2 шт.), часовое стекло (2 шт.), мерный цилиндр (10 мл) (2 шт. на 10 участников), мерный цилиндр (100 мл) (2 шт. на 10 участников), мерный цилиндр (50 мл) (2 шт. на 10 участников), бюретка прямая с краном (25 мл) (1 шт.), стеклянная воронка для бюретки (1 шт.), хлоркальциевая трубка с натронной известью (1 шт.), штатив с «лапками» для двух бюреток и белым матовым основанием (1 шт.).

#### Методические указания

*Приготовление 0.025 М раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (раствор готовят за 1–2 дня до проведения экспериментального тура).*

Взвешивают на технических весах около 12.5 г  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  и 0.1 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и растворяют их в 2 л свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воды. Емкость, в которой находится раствор  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , необходимо закрыть хлоркальциевой трубкой с натронной известью.

*Приготовление 0.02500 моль-экв/л раствора  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (для стандартизации  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  организаторами).*

Взвешивают на аналитических весах (с точностью до 0.0001 г) около 0.25 г  $K_2Cr_2O_7$ , после чего количественно переносят навеску в мерную колбу объемом 200.0 мл, растворяют дихромат калия в небольшом объеме дистиллированной воды и разбавляют раствор до метки. Рассчитывают молярную концентрацию эквивалентов дихромата калия ( $f_{\text{экв.}} = 1/6$ ) в растворе.

*Стандартизация раствора  $Na_2S_2O_3$  (стандартизацию раствора тиосульфата натрия проводят за 1 день до экспериментального тура).*

Раствор тиосульфата натрия стандартизируют по следующей методике. В бюретку наливают раствор тиосульфата натрия и закрывают ее трубкой с натронной известью. В коническую колбу для титрования емкостью 200–250 мл вносят мерным цилиндром 10 мл 1 М раствора серной кислоты, 10 мл раствора 5%-ного раствора иодида калия (раствор должен оставаться бесцветным) и пипеткой Мора 10.00 мл стандартного раствора дихромата калия (0.0500 моль-экв/л). Оставляют на 3–5 мин в темном месте, прикрыв часовым стеклом. Затем в колбу добавляют 100 мл воды и быстро титруют раствором тиосульфата до бледно-желтой окраски раствора. Добавляют 1–2 мл раствора крахмала и продолжают титрование при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски раствора. Титрование повторяют до достижения 3 результатов, попарно отличающихся друг от друга не более чем на 0.10 мл. Эти результаты усредняют и используют для расчета точной концентрации раствора  $Na_2S_2O_3$ .

*Приготовление стандартного 0.2500 моль-экв/л раствора  $K_2Cr_2O_7$ .*

Взвешивают на аналитических весах около 24.5 г  $K_2Cr_2O_7$ , количественно переносят навеску в мерную колбу объемом 2000 мл и растворяют в дистиллированной воде. Рассчитывают точную концентрацию приготовленного раствора.

*Приготовление раствора  $K_2Cr_2O_7$  для участников.*

В мерную колбу объемом 100.0 мл, маркированную номером участника вносят точный объем (см. таблицу) раствора  $K_2Cr_2O_7$  с концентрацией 0.2500 моль-экв/л,

разбавляют дистиллированной водой до половины объема колбы и закрывают пробкой.

Номер варианта	Объем $K_2Cr_2O_7$ , мл
I	10.00
II	12.00
III	14.00

Рассчитывают массу  $K_2Cr_2O_7$ , внесенную в мерную колбу, и указывают ее на рабочем месте участника с точностью 0.0001 г.

Ожидаемые объемы 0.025 М раствора  $Na_2S_2O_3$ , требующиеся на титрование аликвот растворов  $K_2Cr_2O_7$ , рассчитывают по формуле:

$$V(Na_2S_2O_3), \text{ мл} = \frac{\left( \frac{c\left(\frac{1}{6} K_2Cr_2O_7\right) \cdot V_{\text{доб.}}}{100.0} \right) \cdot 10.00}{c(Na_2S_2O_3)}$$

где

$V_{\text{доб}}$  — объем раствора  $K_2Cr_2O_7$ , внесенный в колбу участника, мл (см. таблицу);

$c(1/6 K_2Cr_2O_7)$  — точная концентрация раствора дихромата калия, моль-экв/л;

$c(Na_2S_2O_3)$  — точная концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/л.

#### *Приготовление 0.5 М раствора $K_2C_4H_4O_6$ .*

Взвешенную на технических весах навеску тартрата калия  $K_2C_4H_4O_6$  массой около 115 г растворяют в дистиллированной воде, прибавляют около 40 г гидроксида натрия NaOH и дистиллированную воду, добиваются полного растворения и разбавляют раствор до 1 л. Для приготовления раствора также можно использовать сегнетову соль  $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$  (навеска  $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$  составляет 141 г).

#### *Приготовление 0.04 М раствора $CuSO_4$ .*

Взвешивают на аналитических весах (с точностью до 0.0001 г) около 10 г  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ , после чего количественно переносят навеску в мерную колбу объемом 1000.0 мл, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и разбавляют раствор до метки. Точную концентрацию приготовленного раствора  $CuSO_4$  устанавливают по следующей методике.

В коническую колбу для титрования объемом 200 мл вносят с помощью пипетки Мора или бюретки 10.00 мл раствора сульфата меди(II), мерным цилиндром приливают 3 мл раствора тартрата калия, 20 мл 5%-ного раствора иодида калия и 10 мл 1 М раствора серной кислоты. Полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия до появления бледно-желтой окраски. Добавляют 3–5 капель 1%-ного раствора крахмала и продолжают титрование при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски раствора. По бюретке измеряют объем раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , пошедший на титрование, и записывают его с точностью до 0.10 мл. Заполняют бюретку до нулевой отметки, закрывают ее хлоркальциевой трубкой с натронной известью и повторяют титрование до получения трех результатов, попарно отличающихся друг от друга не более чем на 0.10 мл. Эти результаты усредняют и используют для расчета молярной (моль/л) концентрации раствора  $\text{CuSO}_4$ .

#### *Приготовление вариантов задачи*

Готовят 3 варианта задачи, отличающихся массовой долей сахарозы и хлорида натрия. Для этого на аналитических весах с точностью до 0.0001 г взвешивают указанные в таблице массы сахарозы и хлорида натрия:

Номер варианта	Масса $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ , г	Масса $\text{NaCl}$ , г
I	0.10	0.20
II	0.15	0.15
III	0.20	0.10

Навески помещают в чистый сухой термостойкий стакан объемом 100 мл, маркированный номером участника, и указывают на нем массу смеси сахарозы и хлорида натрия с точностью до 0.0001 г.

Массовую долю сахарозы (%) в выданном участнику образце рассчитывают по формуле с точностью до 0.1%:

$$\omega(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}), \% = \frac{m(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11})}{m(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) + m(\text{NaCl})} \cdot 100$$

где

$m(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11})$  — точная масса сахарозы, выданная участнику, г;

$m(\text{NaCl})$  — точная масса хлорида натрия, выданная участнику, г.

Рассчитывают ожидаемые объемы  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , которые участники должны затратить на титрование аликвот растворов, полученных после инверсии сахарозы, по формуле:

$$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3), \text{ мл} = \frac{\left(0.010 \cdot c(\text{CuSO}_4) - \frac{2 \cdot m(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11})}{342.3 \cdot 10}\right) \cdot 1000}{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$$

где

$m(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11})$  — масса сахарозы, выданная участнику, г.

$c(\text{CuSO}_4)$  — точная концентрация стандартного раствора сульфата меди, М,

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  — точная концентрация стандартного раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , М.

Номера колб, вариантов, ожидаемые значения объемов  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  и массовые доли  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$  вносят в таблицу для проверяющих (см. ниже).

*Пример таблиц для проверяющих:*

Стандартизация раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Номера участников	Номер варианта	Ожидаемый объем $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , мл
1, 4, 7, ...	I	
2, 5, 8, ...	II	
3, 6, 9, ...	III	

Определение содержания сахарозы в образце

Номера участников	Номер варианта	Ожидаемый объем $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , мл	Масса $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ , г	Массовая доля $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ , %
1, 4, 7, ...	I			
2, 5, 18, ...	II			
3, 6, 9, ...	III			

*Комплектация рабочего места участника*

Каждый участник получает термостойкий стакан объемом 100 мл с анализируемым образцом, промаркированный порядковым номером участника, стеклянную воронку для сыпучих веществ, 2 мерные колбы объемом 100.0 мл с пробками, штатив с «лапками» для двух бюреток и белым матовым основанием,

пипетку Мора объемом 10.00 мл, воронку для заполнения бюретки, резиновую грушу или пипетатор, 2 конические колбы для титрования объемом 200–250 мл, 2 часовых стекла и трубку с натронной известью. Стандартный раствор тиосульфата натрия, растворы иодида калия, серной кислоты, соляной кислоты, тартрата калия или сегнетовой соли, сульфата меди(II), капельницы с крахмалом 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 несколько дополнительных комплектов 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!***