

ДЛЯ ОРГАНИЗАТОРОВ

11 класс вместо присланного ранее

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: $K_2Cr_2O_7$ (0.25 г), $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (0.25 г), 0.05 М раствор $Na_2S_2O_3$ (150 мл), 1 М раствор H_2SO_4 (50 мл), 5%-ный раствор KI (200 мл), 1%-ный раствор крахмала (10 мл), дистиллированная вода (1 л).

Оборудование: стеклянный стаканчик (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 (100 мл) (2 шт.), коническая колба для титрования (200 мл или 250 мл) (2 шт.), часовое стекло (2 шт.), мерный цилиндр (10 – 25 мл) (2 шт. на 10 участников), мерный цилиндр (100 мл) (1 шт. на 10 участников), бюретка прямая с краном (25 мл) (1 шт.), стеклянная воронка для бюретки (1 шт.), штатив с «лапками» для двух бюреток (1 шт.).

Методические указания

Приготовление 0.2 М раствора $CuSO_4$

Взвешивают на технических весах около 100 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, растворяют навеску в 2 л дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Приготовление 0.05 М раствора $Na_2S_2O_3$

Взвешивают на технических весах около 25 г $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ и 0.1 г Na_2CO_3 , растворяют их в 2 л свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Бутыль, в которой находится раствор $Na_2S_2O_3$, необходимо закрыть хлоркальциевой трубкой с натронной известью. Приготовить раствор $Na_2S_2O_3$ необходимо не позднее, чем за 72 часа до момента проведения экспериментального тура.

Приготовление 0.008333 М раствора $K_2Cr_2O_7$ (для стандартизации $Na_2S_2O_3$ организаторами)

Навеску дихромата калия $K_2Cr_2O_7$ массой около 0.25 г в стеклянном стаканчике взвешивают на аналитических весах (с точностью до 0.0001 г), переносят ее через стеклянную воронку в мерную колбу объемом 100.0 мл и повторно взвешивают стеклянный стаканчик на аналитических весах. По разности находят массу навески $K_2Cr_2O_7$, которая попала в мерную колбу. Навеску растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды, разбавляют раствор в мерной колбе до метки и тщательно перемешивают, многократно переворачивая колбу. Рассчитывают молярную концентрацию (М) раствора $K_2Cr_2O_7$ с точностью до десятитысячных.

Стандартизация раствора $Na_2S_2O_3$

В бюретку через воронку наливают раствор тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3$. В коническую колбу для титрования объемом 200 – 250 мл вносят мерным цилиндром 10 мл 1 М раствора серной кислоты, 10 мл 5%-ного раствора иодида калия и добавляют пипеткой Мора 10.00 мл приготовленного ранее раствора дихромата калия $K_2Cr_2O_7$. Оставляют колбу на 3 – 5 мин в темном месте, прикрыв ее часовым стеклом. Затем в колбу добавляют мерным цилиндром 100 мл дистиллированной воды и быстро титруют раствором $Na_2S_2O_3$ до появления бледно-желтой окраски раствора. Добавляют 1 – 2 мл 1%-ного раствора крахмала и продолжают титрование при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски раствора. По бюретке измеряют объем раствора $Na_2S_2O_3$, пошедший на титрование, и записывают его с точностью до 0.10 мл. Заполняют бюретку до нулевой отметки 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 точной концентрации исходного раствора $Na_2S_2O_3$.

Стандартизацию раствора $Na_2S_2O_3$ необходимо провести как можно ближе к моменту проведения экспериментального тура, но не ранее, чем за 48 часов до него.

Стандартизация раствора CuSO_4

В бюретку через воронку наливают раствор тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. В коническую колбу для титрования объемом 100 мл вносят пипеткой 10.00 мл раствора сульфата меди(II), добавляют мерным цилиндром 2 мл 1 М раствора серной кислоты, 30 мл 5%-ного раствора иодида калия и титруют раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до появления желтой окраски суспензии. Затем добавляют несколько капель 1%-ного раствора крахмала и продолжают титрование при энергичном перемешивании до тех пор, пока суспензия не станет белой. 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 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 точной концентрации исходного раствора CuSO_4 .

Стандартизацию раствора CuSO_4 необходимо провести в тот же день, что и стандартизацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Приготовление вариантов задачи

Готовят 4 варианта задачи, отличающихся содержанием меди(II) в мерных колбах.

Для этого в промаркированные номером участника и этикеткой с номером варианта мерные колбы объемом 100.0 мл вносят точно следующие объемы исходного раствора сульфата меди CuSO_4 :

Номер варианта	Объем исходного раствора CuSO_4 , мл
I	9.00
II	11.00
III	13.00
IV	15.00

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

Рассчитывают ожидаемые объемы $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, которые участники должны затратить на титрование аликвот выданных растворов, разбавленных до метки, по формуле:

$$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3), \text{мл} = \frac{c(\text{CuSO}_4) \cdot V_{\text{доб.}}(\text{CuSO}_4)}{10 \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$$

где

$c(\text{CuSO}_4)$ — точная концентрация исходного раствора CuSO_4 , М,

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

$V_{\text{доб.}}(\text{CuSO}_4)$ — объем исходного раствора CuSO_4 , внесенный в мерную колбу участника (9.00 мл, 11.00 мл, 13.00 мл или 15.00 мл).

Массу (г) меди в выданном участнику анализируемом растворе после его доведения до метки рассчитывают по формуле:

$$m(\text{Cu}), \text{г} = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot 63.54 \cdot 100.0}{1000 \cdot 10.00}$$

Номера колб, вариантов, ожидаемые значения объемов $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и конечные массы Cu вносят в таблицу для проверяющих (см. ниже).

Комплектация рабочего места участника

Каждый участник получает анализируемый раствор в мерной колбе объемом 100.0 мл с пробкой, промаркированной порядковым номером участника, стеклянный стаканчик со взвешенной на аналитических весах навеской дихромата калия массой около 0.25 г (**массу навески с точностью до 0.0001 г необходимо сообщить участнику**), мерную колбу объемом 100.0 мл с пробкой, штатив с «лапками» для двух бюреток, 1 прямую бюретку с краном, 1 пипетку Мора, воронку для заполнения бюретки, резиновую грушу или пипетатор, 2 конические колбы для титрования объемом 100 мл, 2 конические колбы для титрования объемом 200 – 250 мл и 2 часовых стекла. Растворы тиосульфата натрия, иодида калия и серной кислоты, 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.

Пример таблиц для проверяющих:

Номера участников	Номер варианта	Ожидаемый объем $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, мл
1, 5, 9, ...	I	
2, 6, 10, ...	II	
3, 7, 11, ...	III	
4, 8, 12, ...	IV	

Номера участников	Номер варианта	Масса Cu, г
1, 5, 9, ...	I	
2, 6, 10, ...	II	
3, 7, 11, ...	III	
4, 8, 12, ...	IV	

Помимо расчетного числа, готовят 1 – 2 дополнительных комплекта задачи каждого варианта. В случае, если участнику понадобится дополнительное количество реактива или анализируемого раствора, его долив (того же варианта) производится в каждом случае со штрафом 2 балла, но не более 8 баллов суммарно.

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.