



# Инструкции

## Порядок проведения тура

- Вам отводится 5 часов для выполнения задач 1, 2 и 3. Задачи можно выполнять в любом порядке.
- Перед началом работы Вам будет дополнительно предоставлено **15 минут для ознакомления с текстом.**
- **НЕ НАЧИНАЙТЕ** практическую работу, пока не будет дана команда **СТАРТ (START)**.
- По истечении 5 часов будет дана команда **СТОП (STOP)**. Как только Вы услышите эту команду, немедленно прекратите работу. Невыполнение этого требования может привести к дисквалификации и аннулированию Ваших результатов по экспериментальному туру.
- После того, как Вы услышите команду **СТОП**, **оставайтесь на своем рабочем месте**. К Вам подойдет преподаватель и **примет у Вас**:
  - Текст заданий (этот буклет).
  - Все Ваши листы ответов.
  - Пластинки для ТСХ в пластиковых пакетиках А и В с Вашим кодом (из задачи 1).
  - Пластиковый пакет С с чашкой Петри, содержащий продукт на фильтре (из задачи 1).
- Не покидайте лабораторию без разрешения.



## Техника безопасности

- Соблюдение техники безопасности является важнейшим условием работы в лаборатории. Соблюдайте **правила безопасности**, принятые на Олимпиаде. Находясь в лаборатории, Вы **обязаны ПОСТОЯННО быть в халате и защитных очках**.
- В случае нарушения техники безопасности Вам сделают **только одно** предупреждение. При повторном нарушении Вам будет запрещено продолжать работу, и Вы получите нулевую оценку за весь практический тур.
- **Запрещено принимать пищу и пить** в лаборатории.
- В случае происшествия следуйте указаниям преподавателя.

## Общая информация по листам заданий и ответов

- Проверьте **свою фамилию и код участника** на титульном листе. Впишите свою фамилию и код латинскими буквами в соответствующие поля в верхней части **каждого листа ответов**.
- Используйте только выданные Вам ручку для заполнения листов ответов, линейку и калькулятор. Выданный Вам карандаш используйте только при выполнении задачи 1. **Не пишите ответы карандашом**, только ручкой.
- Ваши ответы, их обоснование и расчеты должны быть записаны только в специально отведенных для этого местах. Никакие прочие записи оцениваться не будут. Используйте обратную сторону листов в качестве **черновика**.
- Записывайте численные результаты с необходимым числом значащих цифр.
- Листы ответов находятся в выданном Вам конверте. После заполнения листов ответов положите их обратно в конверт. Не заклеивайте конверт.



## Общая информация по выполнению эксперимента

- Если Вам требуется повторно использовать посуду для выполнения эксперимента, тщательно вымойте ее в ближайшей раковине.
- Если у Вас возник **вопрос** или Вам нужно выйти в **туалет**, обратитесь к преподавателю.
- Оставшиеся в конце эксперимента растворы и твердые вещества перенесите в соответствующие контейнеры, которые находятся под тягой или возле окна. Пластиковый стакан для отходов водных растворов находится на каждом столе. Поместите использованные стеклянные капилляры в специальный пластиковый цилиндр.
- Если Вы **разлили реактив или разбили посуду**, обратитесь к преподавателю. В первый раз любая замена не повлечет штрафа. За каждую последующую замену Вы будете **оштрафованы на 1 полный балл**. Повторное заполнение промывалок не повлечет за собой штрафа.
- Для прояснения непонятных моментов в русском тексте по Вашему требованию Вам будет предоставлена официальная английская версия задания и листов ответов.



# Периодическая таблица

## С ОТНОСИТЕЛЬНЫМИ АТОМНЫМИ МАССАМИ

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1 H 1.01																	2 He 4.00
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.30											13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.64	33 As 74.92	34 Se 78.96	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.96	43 Tc -	44 Ru 101.07	45 Rh 102.91	46 Pd 106.42	47 Ag 107.87	48 Cd 112.41	49 In 114.82	50 Sn 118.71	51 Sb 121.76	52 Te 127.60	53 I 126.90	54 Xe 131.29
55 Cs 132.91	56 Ba 137.33	57-71	72 Hf 178.49	73 Ta 180.95	74 W 183.84	75 Re 186.21	76 Os 190.23	77 Ir 192.22	78 Pt 195.08	79 Au 196.97	80 Hg 200.59	81 Tl 204.38	82 Pb 207.2	83 Bi 208.98	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -							

57 La 138.91	58 Ce 140.12	59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	61 Pm -	62 Sm 150.36	63 Eu 151.96	64 Gd 157.25	65 Tb 158.93	66 Dy 162.50	67 Ho 164.93	68 Er 167.26	69 Tm 168.93	70 Yb 173.05	71 Lu 174.97
89 Ac -	90 Th 232.04	91 Pa 231.04	92 U 238.03	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



## Оборудование

Оборудование	Количество
<b>Для использования в нескольких задачах:</b>	
Стаканчик на 20 мл для ополаскивания внутренней части посуды	1
Листки бумаги	3
Маленькая груша для пипетки на 2 мл	1
Маленькая груша для пипетки на 5 мл	1
Штатив для пипеток	1
Пластиковый стакан на 200 мл для отходов	1
Трёхходовая груша	1
Шпатель	1
Штатив	1
Промывалка на 100 мл	1
Промывалка на 500 мл	1
<b>Для задачи 1 (в коробке 1, на столе или в штативе для пипеток):</b>	
Воронка Бюхнера с резиновым адаптером	1
Лапка с зажимом	1
Коническая колба на 200 мл	1
Коническая колба на 300 мл	1
Вакуумный насос с шлангом и переходником	1
Стеклянные капилляры (в пластиковом цилиндре)	8
Круглый фильтр в чашке Петри	1
Пипетка на 2 мл с делениями	3
Пипетка на 5 мл с делениями	1
Магнитная мешалка	1
Магнитик для перемешивания маленький (10 мм)	1



Магнитик для перемешивания большой (22 мм)	1
Стеклянная мензурка на 10 мл	1
Индикаторная бумага для определения pH (в пластиковом пакете)	3
Пластиковый мерный цилиндр на 10 мл	1
Пластиковый цилиндр для использованных капилляров	1
Колба Бюхнера для фильтрования под вакуумом	1
Пробирка на 10 мл	1
Пробирка на 100 мл	1
Камера для ТСХ с крышкой	1
Пластинки для ТСХ (в пластиковом пакете)	4
Пинцет	1
Пластиковые пакеты А и В для сдачи пластинок ТСХ	По 1 для каждой
Пластиковый пакет С для чашки Петри с продуктом на фильтре	1
<b>Для задачи 2:</b>	
Пипетка на 2 мл с делениями	1
Пипетка на 5 мл с делениями	1
Самоклеющиеся этикетки (в пластиковом пакете)	4
Панель подсветки в пластиковом пакете (Не вынимайте панель из пакета даже во время работы!)	1
Градуированная пробирка со шлифом (пробирка Несслера)	5
Штатив для градуированных пробирок со шлифом	1
Мерная колба на 50 мл	2
Пипетка Мора на 5 мл	1
Пипетка Мора на 10 мл	1
<b>Для задачи 3.1 (в коробке 2 или в штативе для пипеток) :</b>	
Бюретка	1
Лапка для бюретки	1
Коническая колба на 100 мл	6



42я Международная химическая олимпиада  
Токио, 19-28 июля, 2010

*Chemistry: the key to our future*

Стеклянная воронка (для заполнения бюретки)	1
Пипетка на 1 мл с делениями	2
Пипетка Мора на 5 мл	1
Пипетка Мора на 20 мл	1
<b>Для задачи 3.2 (в коробке 2):</b>	
Пузырёк на 10 мл (в пластиковом пакете)	10
Пластиковая пипетка Пастера	1
<b>Для общего пользования:</b>	
Перчатки разных размеров	
УФ лампа	
Салфетки	

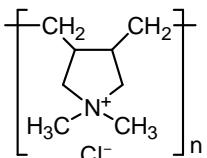
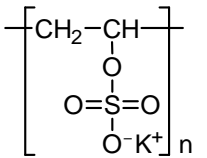


## Реактивы на каждом рабочем месте

Реактив	Количество	В чём находится	R фразы	S фразы
<b>Для использования в нескольких задачах (в коробке 1) :</b>				
0.5 моль л <sup>-1</sup> соляная кислота	50 мл	Пластиковая бутылочка	-	-
<b>Для задачи 1 (в коробке 1):</b>				
Диэтиловый эфир 1,4-дигидро-2,6-диметилпиридин- 3,5-дикарбоновой кислоты («C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>4</sub> ; 1,4-DHP_powder»)	1 г	пузырёк	36/37/38	26
1,4-DHP для ТСХ	3 мг	пузырёк	36/37/38	26
Этанол	10 мл	Стеклянная бутылочка	11	7-16
Этилацетат (CH <sub>3</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )	25 мл	Стеклянная бутылочка	11-36-66-67	16-26-33
Гептан (C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> )	20 мл	Стеклянная бутылочка	11-38-50/53-6 5-67	9-16-29-33- 60-61-62
Иодид калия (KI)	150 мг	Стеклянная бутылочка	-	-
Метабисульфит натрия (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	1 г	Стеклянная бутылочка	22-31-41	26-39-46
Насыщенный раствор гидрокарбоната натрия (NaHCO <sub>3</sub> )	25 мл	Стеклянная бутылочка	-	-
Комплекс мочевины и пероксида водорода (CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O•H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	1 г	пузырёк	8-34	17-26- 36/37/39-45
<b>Для задачи 2 (в коробке 2):</b>				
Анализируемый раствор	30 мл	Пластиковая бутылочка	-	-
Стандартный раствор номер 1 Fe(bpy) <sub>3</sub> <sup>2+</sup> (содержащий 2.0 мг железа в 1 л раствора)	50 мл	Пластиковая бутылочка	-	-





Стандартный раствор номер 2 $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$ (содержащий 3.0 мг железа в 1 л раствора)	50 мл	Пластиковая бутылочка	-	-
Ацетатный буферный раствор (pH 4.6, смесь уксусной кислоты и ацетата натрия в соотношении 1:1 ( $\text{CH}_3\text{COOH}-\text{CH}_3\text{COONa}$ ))	50 мл	Пластиковая бутылочка	-	-
0.1 моль $\text{л}^{-1}$ раствор гидрофос- фата натрия ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )	25 мл	Пластиковая бутылочка	-	-
0.2 % водный раствор 2,2'-бипиридила ( $\text{C}_{10}\text{N}_2\text{H}_8$ )	25 мл	Пластиковая бутылочка	-	-
Тиогликолят натрия ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2\text{S}$ )	20 мг	пузырёк	22-38	36
<b>Для задачи 3.1 (в коробке 2 или на столе):</b>				
Раствор полисахарида	50 мл	Пластиковая бутылочка	-	-
Водный раствор поли(диаллилдиметиламмония) хлорида ( <b>PDAC</b> )  	240 мл	Стеклянная бутылка из тёмного стекла	-	-
Водный раствор поли(винил сульфата) калия ( <b>PVSK</b> ) (концентрация мономерных звеньев $0.0025$ моль $\text{л}^{-1}$ )  	240 мл	Стеклянная бутылка из тёмного стекла	36/37/38	26-36
0.5 моль $\text{л}^{-1}$ водный раствор гидроксида натрия ( <b>NaOH</b> )	50 мл	Пластиковая бутылочка	34	26-37/39-45
Водный раствор толуидинового голубого ( $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{SCl}$ ) ( $1$ г· $\text{л}^{-1}$ )	6 мл	Капельница	-	-
<b>Для задачи 3.2 (в коробке 2):</b>				
<b>Раствор X-1 (X: A-H)</b>	10 мл	Пластиковая капельница	36/37/38	26-36



42я Международная химическая олимпиада  
Токио, 19-28 июля, 2010

*Chemistry: the key to our future*

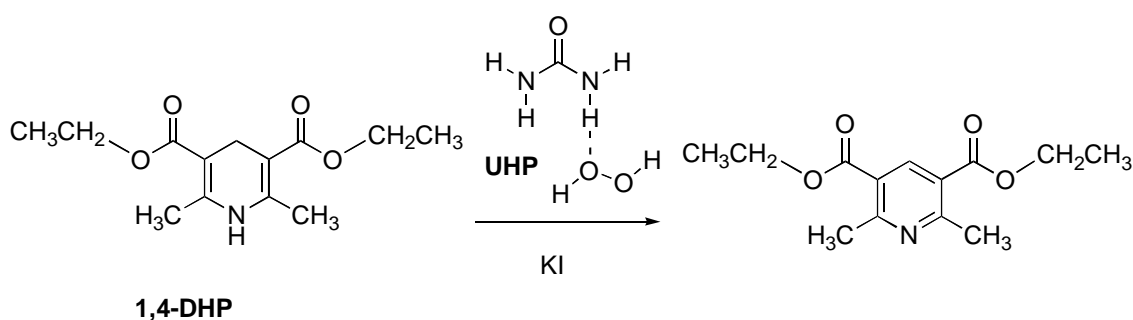
Раствор X-2 (X: A-H)	10 мл	Пластиковая капельница		
Раствор X-3 (X: A-H)	10 мл	Пластиковая капельница		
Раствор X-4 (X: A-H)	10 мл	Пластиковая капельница		
Раствор X-5 (X: A-H)	10 мл	Пластиковая капельница		



# Задача 1

## Реакция эфира Ганча с комплексом мочевины и пероксида водорода

В этой задаче Вы должны синтезировать продукт, образующийся при окислении диэтилового эфира 1,4-дигидро-2,6-диметилпиридино-3,5-дикарбоновой кислоты (1,4-DHP или эфир Ганча) с комплексом мочевины и пероксида водорода (УНР).



### Методика

- (1) Поместите большой магнитик в пробирку на 100 мл. Используя лапку, установите пробирку на магнитную мешалку. Добавьте последовательно в пробирку 1 г 1,4-DHP, 150 мг иодида калия и 5 мл этанола с помощью пипетки на 5 мл с делениями.
- (2) Аккуратно всыпьте в пробирку 1 г УНР (обязательно в перчатках!) и включите перемешивание. (Внимание: **реакция экзотермическая!**)
- (3) Приготовьте элюент для ТСХ. Для этого, используя стеклянную мензурку, смешайте этилацетат и гептан в соотношении 1:2 (по объему). Поместите необходимое количество элюента в камеру для ТСХ.

Для растворения 1,4-DHP (3 мг), находящегося в пузырьке, внесите в этот пузырек около 1 мл этилацетата.

- (4) Проверьте пластинки для ТСХ. Если они повреждены перед использованием, их можно заменить. Нарисуйте карандашом стартовую линию в нижней части пластинки (см. рис. 1.1).
- (5) По мере протекания реакции реакционная смесь становится прозрачной (примерно через 20 минут). Когда смесь станет прозрачной (при охлаждении смеси может выпасть осадок, но его присутствие не скажется на результатах ТСХ), от-

берите небольшое количество смеси стеклянным капилляром и нанесите на пластинку для ТСХ два пятна: в центре и справа. Также нанесите на пластинку в центре и слева нужное количество раствора 1,4-DHP, полученного в пункте (3). На пластинке для ТСХ у Вас должно получиться три пятна, при этом пятно в центре должно содержать и реакционную смесь, и 1,4-DHP (см. рис. 1.1). Поместите пластинку в камеру для ТСХ, заполненную элюентом, и проведите хроматографию (см. рис. 1.1 и 1.2). По окончании хроматографии отметьте карандашом линию фронта растворителя. Поднесите пластинку к УФ-лампе (254 нм) и четко обведите карандашом пятна, проявившиеся при облучении. Определите степень протекания реакции по полученной хроматограмме. Если в реакционной смеси обнаруживается значительное количество 1,4-DHP, продолжайте проведение реакции и повторите ТСХ-анализ через 10 минут. [Учтите, что в пункте (8) Вам также предстоит выполнить ТСХ]. Поместите пластинку с последней из выполненных хроматограмм в пластиковый пакет «А».



Рис. 1.1. Пятна на ТСХ до проведения хроматографии; X – 1,4-DHP, Y – реакционная смесь.

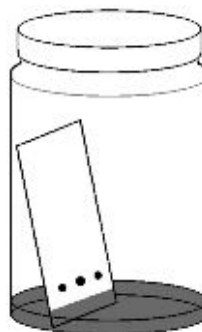


Рис. 1.2 Пластинка для ТСХ в камере для ТСХ.

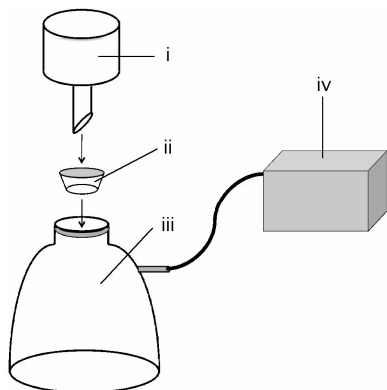


Рис. 1.3. Установка для фильтрования:  
i – воронка Бюхнера; ii – резиновый адаптер;  
iii – колба Бунзена; iv – вакуумный насос.



- (6) Соберите установку для фильтрования под вакуумом (см. рис. 1.3). Присоедините колбу Бунзена к вакуумному насосу. Сверху к колбе присоедините воронку Бюхнера с резиновым адаптером. Извлеките из чашки Петри круглый фильтр и поместите его в воронку.
- (7) К реакционной смеси добавьте 5 мл воды, используя пластиковый цилиндр на 10 мл. Добавьте 1 г метабисульфита натрия, перенесите содержимое пробирки (вместе с магнитиком) в коническую колбу на 200 мл. Для перенесения остатков реакционной смеси ополосните пробирку 30 мл воды. Поставьте колбу на магнитную мешалку и продолжайте перемешивание. Используя пипетку на 2 мл с делениями, добавляйте маленькими порциями раствор гидрокарбоната натрия до тех пор, пока pH водной фазы не станет чуть больше 7 (используйте индикаторную бумагу). Полученный осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера под вакуумом и промойте небольшим количеством воды. Просушите продукт, прокачивая воздух в течение 1 мин.
- (8) Перенесите фильтрат из колбы Бунзена в коническую колбу на 300 мл. Используя пипетку на 2 мл с делениями, отберите из конической колбы 2 мл фильтрата и перенесите его в пробирку на 10 мл. Поместите в пробирку маленький магнитик и надежно зафиксируйте пробирку при помощи лапки. Добавьте 1 мл этилацетата, используя пипетку на 2 мл с делениями, и интенсивно перемешивайте на магнитной мешалке в течение 30 с. Прекратите перемешивание и дождитесь расслоения смеси. Проанализируйте верхний слой с помощью ТСХ, чтобы убедиться в отсутствии продукта в нем и, соответственно, в фильтрате. Наносите точки так же, как описано в пункте 5. Отметьте на пластинке линию фронта растворителя и пятна, если они проявятся. Поместите пластинку в пластиковый пакет «В». Если по результатам ТСХ Вы обнаружите продукт в фильтрате, добавьте к фильтрату новую порцию насыщенного раствора гидрокарбоната натрия.
- (9) Если после добавления новой порции раствора гидрокарбоната натрия выпадет осадок, отфильтруйте его и промойте водой на том же фильтре. Если осадок не выпадет, пропустите этот пункт.
- (10) Прокачайте воздух через осадок на фильтре в течение 10 минут, чтобы высушить продукт. Поместите продукт на фильтре в пластиковую чашку Петри. Закройте ее крышкой, на которой обозначен Ваш шифр. Магнитик в чашку Петри не кладите.



Поместите закрытую чашку Петри с продуктом на фильтре в пакет «С».

- a) Зарисуйте в листе ответов пластинку для ТСХ, которую Вы решили поместить в пакет «А».
- b) Для пятен, обнаруженных на пластинке для ТСХ, которую Вы решили поместить в пакет «А», определите и запишите значения  $R_f$  (с точностью до сотых).
- c) Изобразите структурную формулу органического катиона, присутствующего в растворе до добавления гидрокарбоната натрия.
- d) В какое(ие) вещество(а) превращается УНР в этой реакции? Запишите молекулярную(ые) формулу(ы) этого(их) продукта(ов).
- e) По окончании тура сдайте преподавателю:
- Пакет «А» с пластинкой для ТСХ;
  - Пакет «В» с пластинкой для ТСХ;
  - Пакет «С» с закрытой чашкой Петри, в которой находится продукт на фильтре.



## Задача 2

### Определение Fe(II) и Fe(III) методом визуальной колориметрии

В этой задаче необходимо определить концентрации Fe(II) и Fe(III) в выданном растворе. Для этого используется метод визуальной колориметрии, включающий проведение реакции между Fe(II) и 2,2'-бипиридилем (bpy) с образованием ярко-красного комплекса  $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$ .

Для количественного определения концентрации комплекса  $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$  методом визуальной колориметрии используются градуированные пробирки со шлифом (пробирки Несслера). Методика позволяет определять концентрацию комплекса с погрешностью менее  $\pm 5\%$ . При проведении эксперимента используется пара градуированных пробирок со шлифом, в одной из которых находится раствор сравнения, а в другой – анализируемый раствор. Интенсивность окраски этих двух растворов уравнивают путем изменения высоты столбика жидкости в пробирках. Когда растворы имеют одинаковую интенсивность окраски, концентрация анализируемого раствора может быть рассчитана через концентрацию раствора сравнения и высоты столбиков жидкости обоих растворов. При расчетах используется закон Ламберта-Бера:

$$A = \varepsilon cl$$

где  $A$  – поглощение,  $c$  – концентрация,  $l$  – длина оптического пути,  $\varepsilon$  – молярный коэффициент поглощения. Сначала Вы проведете **опыты А и В** для освоения методики, а затем, в **опытах С и D**, определите концентрации Fe(II) и Fe(III).

#### Методика

- (1) В мерную колбу объемом 50 мл последовательно внесите 5 мл раствора ацетатного буфера, 5 мл раствора гидрофосфата натрия (для маскировки Fe(III)), 5 мл раствора 2,2'-бипиридила и 10.00 мл исследуемого раствора. Доведите водой объем полученного раствора до 50 мл. Затем закройте колбу пробкой и тщательно перемешайте раствор. Для полного развития окраски оставьте колбу не менее, чем на **20 мин**. Наклейте на колбу этикетку и подпишите ее «**Образец 1**».
- (2) В мерную колбу объемом 50 мл последовательно внесите 5 мл раствора ацетатного буфера, 5 мл раствора 2,2'-бипиридила и 5.00 мл исследуемого раствора. Затем добавьте 20 мг порошкообразного тиогликолята натрия (находится в из-



бытке) для восстановления Fe(III) до Fe(II). Доведите водой объем полученного раствора до метки, закройте колбу пробкой и тщательно перемешайте раствор. Оставьте колбу не менее, чем на **20 мин.** Наклейте на колбу этикетку и подпишите ее «**Образец 2**».

(3) Выполните **опыты А–D** в соответствии с инструкцией, представленной ниже.

### **Инструкция по проведению измерений методом визуальной колориметрии**

Поставьте штатив для градуированных пробирок со шлифами на светодиодную панель подсветки и включите ее. Не извлекайте панель подсветки из пакета. Установите две градуированные пробирки со шлифами в этот штатив. (см. рис. 2.1). Залейте раствор “**standard Fe(bpy)<sub>3</sub><sup>2+</sup> solution 1**” в одну пробирку. Рекомендуемая высота столбика жидкости составляет 70 – 90 мм. На шкале, нанесенной на стенку пробирки, показана высота столбика жидкости в мм. Используйте данный раствор в качестве раствора сравнения в **опытах А – D**. Залейте анализируемый раствор в другую пробирку. Для сравнения интенсивности окраски растворов смотрите через них на панель подсветки сверху вниз (см. рис. 2.1).

Добавляя или удаляя с помощью пипетки с делениями анализируемый раствор, подберите высоту столбика жидкости таким образом, чтобы интенсивность окраски в двух пробирках стала одинаковой. Погрешность определения высоты столбика жидкости не должна превышать 1 мм.

Обратите внимание на то, что в некотором диапазоне высот столбиков жидкости интенсивность окраски может казаться человеческому глазу неизменной. Высоту столбика жидкости исследуемого раствора  $h$  следует опреде-

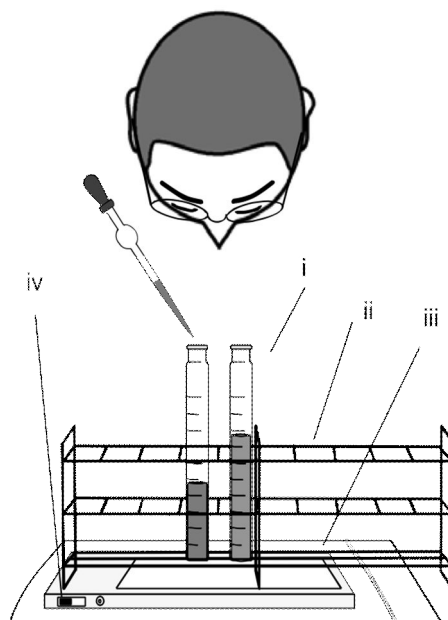


Рис. 2.1. Измерение методом визуальной колориметрии:

- i – градуированная пробирка со шлифом;
- ii – штатив для градуированных пробирок со шлифом;
- iii – панель подсветки в пакете;
- iv – выключатель.





---

лять с учетом существования такого диапазона. Одним из возможных способов нахождения истинного значения  $h$  является усреднение значений нижней и верхней границ этого диапазона.

**Опыт А:** Выполните измерения, используя раствор “**standard Fe(bpy)<sub>3</sub><sup>2+</sup> solution 1**” и как раствор сравнения, и как исследуемый раствор. Залейте раствор сравнения в градуированную пробирку со шлифом, затем добавляйте анализируемый раствор в другую градуированную пробирку со шлифом до тех пор, пока интенсивность окраски растворов в обеих пробирках не станет одинаковой. (Учтите, что при совпадении интенсивности окраски растворов в обеих пробирках, высоты столбиков жидкости будут совершенно одинаковы ТОЛЬКО В ИДЕАЛЬНОМ СЛУЧАЕ). Затем добавляйте анализируемый раствор до тех пор, пока вы не уловите отличие в интенсивности окраски растворов. В листе ответов запишите минимальное и максимальное значения  $h$ , при которых интенсивность окраски кажется Вам одинаковой.

a) Запишите результаты **опыта А** в лист ответов.

**Опыт В:** Выполните измерения, используя “**standard Fe(bpy)<sub>3</sub><sup>2+</sup> solution 2**” в качестве анализируемого раствора, а “**standard Fe(bpy)<sub>3</sub><sup>2+</sup> solution 1**” в качестве раствора сравнения.

b) Запишите результаты **опыта В** в лист ответов.

**Опыт С:** Выполните измерения для **образца 1**.

c) Запишите результаты **опыта С** в лист ответов.

**Опыт D:** Выполните измерения для **образца 2**.

d) Запишите результаты **опыта D** в лист ответов.

e) Запишите формулу для расчета концентрации  $c$  анализируемого раствора через концентрацию  $c'$  раствора сравнения и высоты столбиков жидкости исследуемого



раствора  $h$  и стандартного раствора  $h'$ .

- f) Вычислите концентрации Fe(II) и Fe(III) в первоначальном анализируемом растворе в  $\text{мг л}^{-1}$  и запишите результат в лист ответов.



# Задача 3

## Полимеры в анализе

В первой части этой задачи Вы должны выполнить анализ полисахарида, используя полимер-полимерные взаимодействия.

Во второй части эти взаимодействия будут использованы для идентификации зашифрованных полимеров.

### 3.1 Анализ полисахарида коллоидным титрованием

Вам выдан раствор полисахарида, который содержит сульфонатные ( $-\text{SO}_3^-$ ) и карбоксилатные ( $-\text{COO}^-$ ) группы. Вам необходимо определить концентрации этих двух функциональных групп коллоидным титрованием в щелочной и кислой средах. Метод основан на разной способности этих двух функциональных групп к протонированию. Для анализа используется методика обратного титрования.

Если кислотные группы полисахарида ионизированы, он представляет собой полианион. При добавлении к нему поликатиона, поли(диаллилдиметиламмония) хлорида (**PDAC**) образуется полиионный комплекс. Раствор **PDAC** сначала стандартизируют по раствору калиевой соли поливинилсульфата (**PVSK**). В конечной точке коллоидного титрования количества анионных и катионных групп равны.

#### Методика

- (1) В коническую колбу на 100 мл перенесите пипеткой точно 20 мл раствора **PDAC**. Добавьте в эту коническую колбу две капли толуидинового голубого. Титруйте полученный синеватый раствор стандартным раствором поливинилсульфата (**PVSK**) с концентрацией мономерных звеньев  $0.0025 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$ . По мере приближения к конечной точке титрования раствор мутнеет. Конечная точка титрования определяется по появлению пурпурной окраски раствора, которая не исчезает на протяжении 15-20 секунд. Выполните титрование необходимое число раз.

**1a)** Запишите с точностью 0.05 мл объем раствора (в мл) **PVSK**, который Вы за-



тратили для стандартизации полимера **PDAC**.

(2) В другую коническую колбу перенесите пипетками Мора точно 5 мл раствора полисахарида и точно 20 мл раствора **PDAC**. Добавьте в колбу 0.4 мл 0.5 моль·л<sup>-1</sup> раствора NaOH и две капли индикатора толуидинового голубого. Оттитруйте этот синеватый раствор, стандартным раствором **PVSK** по вышеуказанной методике. Выполните титрование необходимое число раз.

Агрегация, приводящая к помутнению, может протекать по-разному в зависимости от pH раствора.

**1b)** Запишите с точностью 0.05 мл объем (в мл) раствора **PVSK**, затраченного для титрования в щелочной среде.

**1c)** Укажите в листе ответов группу(-ы), которая(-ые) ионизирована(-ы) в щелочной среде.

(3) Повторите процедуру из пункта (2), добавляя вместо раствора щелочи 0.5 мл 0.5 моль·л<sup>-1</sup> раствора соляной кислоты.

**1d)** Запишите с точностью 0.05 мл объем (в мл) раствора **PVSK**, затраченного для титрования в кислой среде.

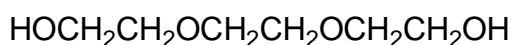
**1e)** Укажите в листе ответов группу(-ы), которая(-ые) ионизирована(-ы) в кислой среде.

**1f)** Рассчитайте концентрации групп  $-\text{SO}_3^-$  (или  $-\text{SO}_3\text{H}$ ) и  $-\text{COO}^-$  (или  $-\text{COOH}$ ) (в моль·л<sup>-1</sup>) в растворе полисахарида.

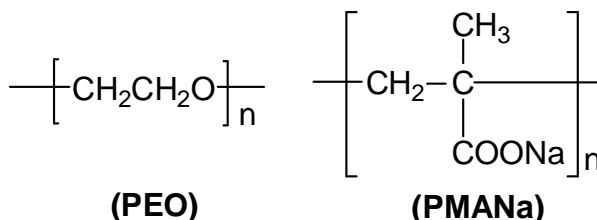


### 3.2 Идентификация веществ

Вам выданы пять растворов (**X-1~5**, «**X**» - это код ваших образцов, обозначен одной из латинских букв от **A** до **H**), каждый раствор содержит одно из веществ, представленных ниже (использованы все вещества). Концентрация всех растворов равна  $0.05 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$  (для полимеров это концентрация мономерных звеньев). Вы должны идентифицировать все вещества, используя нижеприведенные процедуры.



(**TEG**)

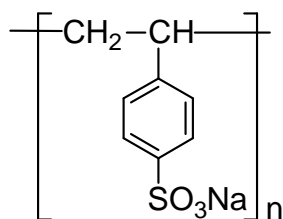


(**PEO**)

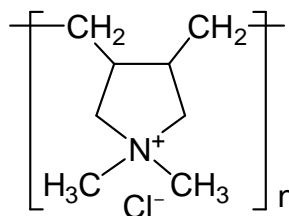
(**PMANa**)

MW = 100000

MW = 9500



(**PSSNa**)



(**PDAC**)

MW = 70000

MW = 200000-350000

[**TEG** - триэтиленгликоль; **PEO** – полиэтиленоксид;

**PMANa** – полиметакрилат натрия; **PSSNa** – поли-4-стиролсульфонат натрия;

**PDAC** – поли(диаллилдиметиламмония) хлорид;

MW – молекулярная масса полимера]



### Подсказка

- 1) Помутнение, вызванное агрегацией, наблюдается при смешении растворов двух взаимодействующих между собой полимеров. Используйте это явление для идентификации полимеров.
- 2) 1 мл раствора в пузырьке имеет высоту примерно 5 мм. Помните, что у Вас есть только 10 мл каждого раствора.

### Методика

- (1) Парно смешайте растворы в стеклянных пузырьках примерно в равном соотношении.
- (2) Для идентификации можно подкислить полученные смеси. Для этого добавляйте до десяти капель соляной кислоты ( $0.5 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$ ) пипеткой Пастера.

Идентифицируйте вещество в каждом растворе, основываясь на своих наблюдениях.

Для каждого раствора впишите код образца (**латинскую букву от А до Н**).

Поставьте галочки в соответствии с результатами Ваших опытов.