

ПРАКТИЧЕСКИЙ ТУР

11 класс

Задача 1. Аналитическая химия

Оборудование и реактивы:

- | | |
|--|----------|
| 1. Колба с муравьиной кислотой | – 1 шт. |
| 2. Штатив лабораторный с лапкой | – 1 шт. |
| 3. Бюретка (25–50 см ³) | – 1 шт. |
| 4. Воронка для заполнения бюретки | – 1 шт. |
| 5. Колба плоскодонная (или стеклянный стакан) (100–150 см ³) | – 3 шт. |
| 6. Колба (бутылка) с раствором NaOH (0,1 моль/дм ³) | – 1 шт. |
| 7. Колба мерная с пробкой (100 см ³) | – 1 шт. |
| 8. Пипетка мерная (10 см ³) | – 3 шт. |
| 9. Пипетка мерная (1 см ³) | – 1 шт. |
| 10. Промывалка с дистиллированной водой | – 1 шт. |
| 11. Груша резиновая (для заполнения пипетки) | – 1 шт. |
| 12. Салфетки бумажные | – 20 шт. |

Оборудование и реактивы общего пользования:

- | | |
|---|---------|
| 13. Капельница с раствором фенолфталеина (1 на 2 участника) | – 1 шт. |
| 14. Раковина с проточной водой (1 на 4–5 участников) | – 1 шт. |

Задача 2. Органическая химия

Оборудование и реактивы:

- | | |
|---|---------|
| 1. Пробирка с образцом о-фенилендиамина | – 1 шт. |
| 2. Бюкс (пробирка) со стандартом о-фенилендиамина (10 см ³) | – 1 шт. |
| 3. Штатив лабораторный с лапкой | – 1 шт. |
| 4. Колба круглодонная (или Эрленмейера) (50 см ³) | – 1 шт. |
| 5. Обратный холодильник со шлангами | – 1 шт. |
| 6. Плитка электрическая (1 на 2 участника) | – 1 шт. |
| 7. Простой карандаш | – 1 шт. |
| 8. Палочка стеклянная | – 1 шт. |
| 9. Камера для хроматографии (100–150 см ³) | – 3 шт. |
| 10. Стакан стеклянный – (150–200 см ³) | – 1 шт. |
| 11. Стакан стеклянный – (50–100 см ³) | – 2 шт. |
| 12. Шпатель стеклянный | – 1 шт. |
| 13. Стеклянный фильтр | – 1 шт. |

14. Колба Бунзена (1 на 2 участника)	– 1 шт.
15. Пластинки для тонкослойной хроматографии	– 4 шт.
16. Капилляры стеклянные	– 6 шт.
17. Центры кипения	– 2 шт.
18. Перчатки (на участника)	– 2 пары
19. Защитные очки	– 1 шт.
Оборудование и реактивы общего пользования:	
20. Водный раствор NaOH (1 на 3–4 участников)	– 1 шт.
21. Иодная камера для ТСХ (1 на 3–4 участников)	– 1 шт.
22. Раковина с проточной водой (1 на 4–5 участников)	– 1 шт.
23. Скотч широкий (1 на 4–5 участников)	– 1 шт.
24. Ножницы канцелярские (1 на 4–5 участников)	– 1 шт.
25. Индикаторная бумага (1 упаковка на 4–5 участников)	– 1 шт.
26. Водоструйный насос (1 на 2 участника)	– 1 шт.

Внимание!!! Вы обязаны выполнять необходимые требования безопасной работы с химическими реактивами и оборудованием! Не выполняйте посторонних действий, не относящихся к методике работы! Перед выполнением работы Вы обязаны надеть химический халат и защитные очки. Вы не должны общаться с другими участниками олимпиады. Нарушение данных требований является основанием для дисквалификации.

**Запишите в лист ответов номер Вашего варианта задания
(указан на пробирке с образцом о-фенилендиамина)**

**ЗАДАЧА 1. АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ МУРАВЬИНОЙ КИСЛОТЫ В РАСТВОРЕ
МЕТОДОМ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРОВАНИЯ**

В данной задаче Вам предлагается установить концентрацию муравьиной кислоты в ее растворе методом кислотно-основного титрования.

1. Приготовление раствора для исследования

В выданную Вам мерную колбу добавьте 10–20 см³ воды (ориентировочно), из колбы с муравьиной кислотой отберите 0,5 см³ раствора и количественно перенесите его в мерную колбу. Доведите водой раствор внутри колбы до метки (сначала заполните колбу, не доливая 1–2 см воды до метки, закройте колбу пробкой, перемешайте в течение 10–15 с содержимое колбы путем ее переворачивания, затем доведите уровень раствора до метки водой и снова перемешайте раствор, при необходимости доливая воду до метки).

2. Определение муравьиной кислоты методом кислотно-основного титрования.

Налейте в бюретку выданный Вам стандартный раствор щелочи ($C_{\text{NaOH}}=0,1$ моль/дм³) и установите его уровень на нулевом делении бюретки. В каждую из трех конических колб для титрования отберите пипеткой по 10,0 см³ (V_{HCOOH}) приготовленного Вами для анализа раствора муравьиной кислоты и добавьте 2–3 капли раствора фенолфталеина. Титруйте раствором щелочи до устойчивой розовой окраски. Запишите значения объемов раствора щелочи с точностью 0,1 см³.

Примечание: Раствор из бюретки следует приливать медленно и равномерно, это позволит снизить погрешность при проведении анализа. Рекомендуется провести не менее трех титрований. Объемы титранта при точных титрованиях не должны различаться более чем на 0,1 см³. В противном случае титрование необходимо будет провести еще раз.

**ЗАДАЧА 2. ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
СИНТЕЗ БЕНЗИМИДАЗОЛА**

В данной задаче Вам предлагается провести синтез бензимидазола; методом тонкослойной хроматографии (ТСХ) определить коэффициент удерживания (R_f) исходного вещества и продукта реакции на разных этапах его образования, а также охарактеризовать некоторые свойства синтезированного соединения.

Для получения бензимидазола Вам предлагается провести реакцию о-фенилендиаминa с муравьиной кислотой (**Примечание:** концентрация муравьиной кислоты была Вами определена в задаче 1):



Метод ТСХ широко используется в органической химии для идентификации соединений, а также установления степени их чистоты. Каждый компонент смеси может быть охарактеризован определенным коэффициентом удерживания R_f который определяется как отношение расстояния x от точки нанесения раствора до центра пятна вещества к расстоянию y от точки нанесения раствора до границы фронта элюента (растворителя):

$$R_f = \frac{x}{y}.$$

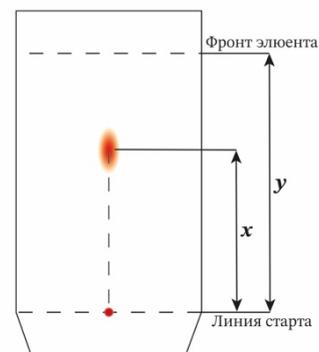


Рис. Пластина ТСХ

Методика эксперимента:

1. Соберите прибор для проведения реакции, состоящий из круглодонной колбы и обратного холодильника, к которому присоединены шланги для подвода воды.

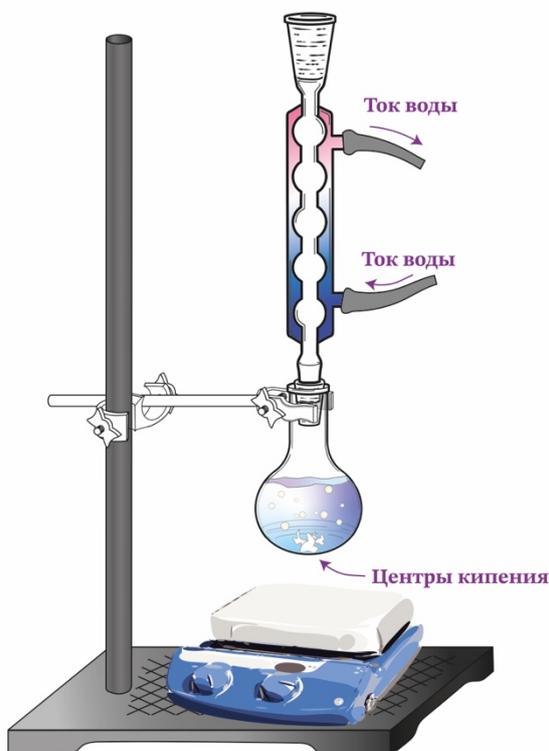


Рис. Прибор для проведения синтеза бензимидазола

2. Перенесите **всю** навеску (масса навески указана на пробирке) выданного Вам образца о-фенилендиаминa в колбу.

3. Рассчитайте объем водного 78%-ого раствора муравьиной кислоты, необходимого для полного протекания реакции (**Примечание:** учтите, что для полного протекания реакции требуется взять **полуторакратный избыток раствора муравьиной кислоты!**). В отдельном стакане приготовьте необходимое количество 78%-ого раствора муравьиной кислоты из раствора, концентрацию которого Вы установили ранее. Добавьте в колбу необходимый

объем муравьиной кислоты и поместите в нее несколько кусочков пористого

фарфора (центры кипения). Закрепите колбу в лапке штатива, после чего присоедините к ней обратный холодильник и удостоверьтесь в том, что обратный холодильник работает (имеется постоянный ток проточной воды).

После того как Вы собрали прибор и удостоверились в его работоспособности приступайте к нагреванию реакционной смеси (для проведения реакции Вам потребуется **кипятить реакционную смесь в течение 1 часа**).

4. Оцените полноту протекания реакции методом ТСХ. Для этого приблизительно через 30 мин от начала кипения реакционной смеси, с помощью капилляра отберите пробу реакционной смеси и нанесите ее на каждую из трех выданных Вам хроматографических пластинок **А, В и С** (старайтесь наносить одинаковый объем реакционной смеси) в точку, помеченную цифрой 1 (точка находится на линии старта, подпись нанесена ниже самой точки). В точку 2 на

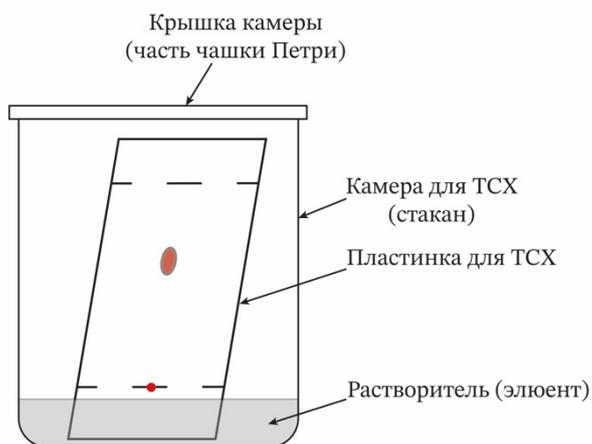


Рис. Камера для проведения ТСХ

каждую пластинку чистым капилляром нанесите пробу контрольного раствора о-фенилендиамина. Поместите пластинку **А** в камеру с элюентом **А**, пластинку **В** в камеру с элюентом **В**, и пластинку **С** в камеру с элюентом **С**. После того, как фронт жидкости поднимется почти до верха каждой пластинки, извлеките пластинки, быстро и аккуратно отметьте карандашом конец фронта растворителя и высушите их на воздухе в течение 3–5 мин. Проявите их в иодной камере и аккуратно обведите пятна карандашом по контуру, отметьте середину пятен. Закрепите скотчем хроматограммы **А, В и С** в соответствующих полях листа ответов (**Примечание:** хроматографическая пластинка должна быть закреплена на лист ответов таким образом, чтобы **скотч полностью покрывал ее поверхность!**). Выберите наиболее подходящую для разделения веществ хроматографическую систему, обоснование своего выбора приведите в листе ответов.

Примечание: для отбора пробы отодвиньте установку вместе со штативом от плитки, дайте раствору перестать кипеть, затем быстро снимите холодильник (следите, чтобы капли конденсата не стекали с холодильника), немного наклонив колбу капилляром коснитесь поверхности реакционной смеси. Наполнив капилляр, поставьте его в чистый пустой стакан, верните колбу в штатив, поставьте холодильник на колбу и продолжите кипячение. **НАЧИНАЙТЕ СТАВИТЬ ТОЧКИ КАПИЛЛЯРОМ НА ПЛАСТИНУ ТОЛЬКО ПОСЛЕ ТОГО, КАК СОБРАЛИ УСТАНОВКУ!**

Тонкий сорбент на поверхности пластины легко срезается при прикосновении предметов к пластине – работайте с пластинами аккуратно. Наносите образец, ставя капилляром точку быстрым легким движением, так как за счет капиллярных сил сорбент стремительно осушает капилляр, увеличивая в размере место нанесения реакционной смеси и снижая точность результата анализа. Стремитесь сохранять размер точки нанесения образца в диапазоне 1–3 мм в диаметре, в то же время, не наносите на одну точку более чем 1/3–1/2 объема капилляра ввиду ограниченной емкости сорбента.

5. Оцените полноту протекания реакции методом ТСХ спустя 1 ч. После 1 ч кипячения реакционной смеси уберите нагревание, дайте колбе слегка остыть и охладите ее в стакане с холодной водой до комнатной температуры (снимать холодильник можно только после значительного остывания реакционной смеси). Используя капилляр отберите пробу реакционной смеси и нанесите ее на пластику **Е** в точку 1. В точку 2 чистым капилляром нанесите пробу контрольного раствора о-фенилендиамина. Поместите пластинку в камеру с элюентом, выбранным Вами в качестве оптимального для данной реакционной смеси (**см. п.4**). После того, как фронт жидкости поднимется почти до верха пластинки, извлеките ее и высушите на воздухе в течение 3–5 мин. Проявите пластинку в иодной камере.

Закрепите скотчем хроматограмму в соответствующем поле листа ответов (**Примечание:** хроматографическая пластинка должна быть закреплена на лист ответов таким образом, чтобы **скотч полностью покрывал ее поверхность!**). Оцените полноту протекания реакции методом ТСХ.

6. Перенесите содержимое колбы в сухой чистый стакан. К реакционной смеси при хорошем перемешивании палочкой по каплям добавляйте водный раствор гидроксида натрия до pH 9,5–10 (осуществляйте контроль по универсальной индикаторной бумажке). После того как Вы зафиксируете начало выпадения белого осадка, аккуратно потрите стеклянной палочкой о стенку стакана и оставьте его на 5 мин до прекращения выпадения осадка.

7. Соберите прибор для вакуумного фильтрования. Размешайте осадок в стакане стеклянным шпателем (или стеклянной палочкой) и перенесите его на фильтр. Включите водоструйный насос, присоедините шланг к отводу колбы для фильтрования и

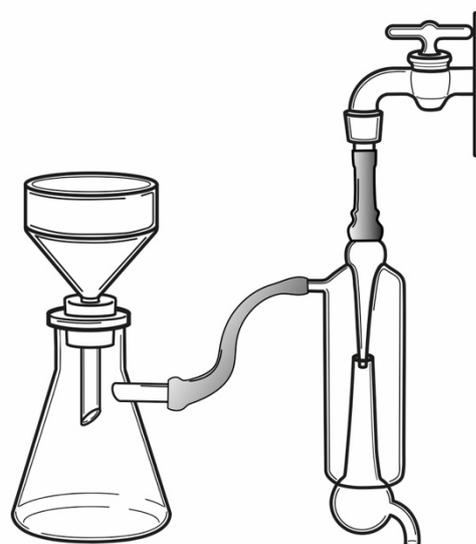


Рис. Прибор для вакуумного фильтрования

отфильтруйте осадок. По окончании фильтрования оставьте осадок на фильтре на 10 мин при включенном вакууме.

Примечание: кран водоструйного насоса можно закрывать исключительно после отсоединения вакуумного шланга от прибора!

8. Взвесьте в присутствии сопровождающего тур полученный продукт и определите его выход в %.

Плотность муравьиной кислоты в зависимости от концентрации

Массовая доля	Плотность, г/см ³	Концентрация, моль/дм ³	Концентрация, г/дм ³
1	1,002	0,218	10,02
5	1,012	1,099	50,60
10	1,025	2,227	102,50
15	1,037	3,379	155,55
20	1,049	4,558	209,80
25	1,061	5,763	265,25
30	1,073	6,993	321,90
35	1,085	8,250	379,75
40	1,096	9,524	438,40
45	1,109	10,842	499,05
50	1,121	12,177	560,50
55	1,132	13,526	622,60
60	1,142	14,886	685,20
65	1,154	16,296	750,10
70	1,166	17,732	816,20
75	1,177	19,178	882,75
78	1,182	20,030	921,96
80	1,186	20,613	948,80
82	1,190	21,199	975,80
84	1,193	21,771	1002,12
85	1,195	22,067	1015,75
86	1,198	22,383	1030,28
88	1,201	22,961	1056,88
90	1,204	23,541	1083,60
92	1,208	24,144	1111,36
95	1,214	25,055	1153,30
100	1,221	26,526	1221,00