

52-я МЕЖДУНАРОДНАЯ МЕНДЕЛЕЕВСКАЯ ОЛИМПИАДА

23-29 апреля 2018 года

Минск



ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ ТУР

Минск

2018

Общие замечания

1. У Вас есть 5 часов на выполнение экспериментальной работы и заполнение Листов ответов. За полчаса до окончания экспериментального тура Вы будете об этом предупреждены. Вы должны будете закончить работу немедленно после команды «СТОП!» и передать Листы ответов преподавателю.
2. В течение всего практического тура Вы должны носить лабораторный халат и защитные (или свои корректирующие) очки.
3. Осторожно обращайтесь с растворами кислот и аммиака!
4. Набирайте растворы в пипетки только с помощью груши. Запрещается набирать жидкость в пипетки ртом.
5. У каждого участника будет свой набор посуды. При этом все растворы будут общими для двух соседних участников. Просьба иметь это в виду и не использовать более половины выданного раствора.
6. Вам выданы чистые бюретки, не тратьте растворы (и время) для их ополаскивания при заполнении первым титрантом.
7. Чтобы заполнить носик бюретки, очень медленно откройте кран, при этом пузырь воздуха выйдет из наконечника. Если проблему не удастся решить, немедленно обратитесь за помощью к преподавателю. Помните, что выданное вам количество титранта ограничено.
8. Бюретки, которые вы получили, были тщательно протестированы. Однако некоторые из бюреток могут начать течь во время эксперимента. Предвидя эту ситуацию, мы снабдили вас двумя бюретками. Если обе бюретки текут, обратитесь за помощью к преподавателю.
9. Отработанные растворы сливайте в раковины (большие и малые).
10. Выполняя задачу, не создавайте помех другим участникам Олимпиады. Содержите свое рабочее место в порядке.
11. Используйте обратную сторону листов задания в качестве черновика.

Качественный и количественный анализ антацидных препаратов

Антациды – это лекарственные препараты, которые защищают слизистую оболочку желудка, понижая кислотность желудочного сока.

В первой части работы вам предстоит идентифицировать вещества, входящие в состав антацидов. Во второй части Вы изучите нейтрализующую способность антацида (испытание, которое моделирует физиологическое действие препарата в желудке). В третьей части Вы проконтролируете качество антацида, определив его количественный состав титриметрическим методом.

Задания можно выполнять в любом порядке.

Списки оборудования и реактивов приведены отдельно для каждой части работы.

Часть 1. Идентификация антацидов

Реактивы и оборудование

Соляная кислота, 1 М (подписана «HCl 1M»)

Уксусная кислота, 1 М (подписана «CH₃COOH 1M»)

Гидроксид натрия, 1 М (подписан «NaOH 1M»)

Сульфат аммония, 2 М (подписан «(NH₄)₂SO₄ 2M»)

Нитрат свинца, 0.0500 М (подписан «Pb(NO₃)₂ 0.0500 М», используется также в ч. 3)

Аммиак, 1 М (подписан «NH₃ 1M»)

Метиловый оранжевый (в капельнице), 0.1% (подписан «Methyl orange», используется также в ч. 2)

Пробирки стеклянные, 8 шт.

Стаканчик стеклянный

Палочка стеклянная

Пипетки Пастера, 3 шт.

Бумажные фильтры, 3 шт.

Воронки, 2 шт.

Экспериментальный тур	Фамилия Имя	Страна	№ места
-----------------------	-------------	--------	---------

В четырех пробирках, помеченных буквами **A**, **B**, **C** и **D**, находятся образцы веществ, которые могут входить в состав препаратов-антацидов, из следующего списка: NaHCO_3 , MgO , CaCO_3 , $\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot \text{MgCO}_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Al}_2(\text{HPO}_4)_3$.

В пробирке с надписью «1» находится действующее вещество антацида, представляющее собой смесь или двойную соль, образованную веществами из приведенного выше списка.

Пользуясь предоставленными реагентами:

1.1. Идентифицируйте вещества в пробирках **A**, **B**, **C**, **D**. Заполните таблицу и запишите реакции, позволившие идентифицировать эти соединения.

Код	Реакции (протекающие (=) или не протекающие (\neq))	Вывод о составе
A		
B		
C		
D		

1.2. Определите состав (катионы, анионы) образца в пробирке «1». Обоснуйте реакциями свои выводы.

Примечания.

Вы можете пользоваться фильтрованием для отделения раствора от осадка.

Помните о том, что кристаллические осадки образуются не сразу.

Для растворения веществ может требоваться нагревание. Пользуйтесь водяной баней для нагревания.

Код	Реакции	Вывод
1		Катионы: Анионы:

Экспериментальный тур	Фамилия Имя	Страна	№ места
-----------------------	-------------	--------	---------

Часть 2. Определение нейтрализующей способности антацидного препарата

Один из эффективных антацидов – минерал гидротальцит, основной карбонат алюминия-магния состава $Mg_nAl_m(CO_3)_x(OH)_y \cdot 4H_2O$.

В качестве характеристики антацида, используемой для подтверждения его качества и сравнения с антацидами других типов, используют так называемую нейтрализующую способность. Вам предстоит определить эту величину, смоделировав антацидное действие препарата в желудке. В этой части работы Вы изучите нейтрализацию соляной кислоты гидротальцитом во времени.

Реактивы и оборудование

Соляная кислота, 0.10 М (подписана «HCl 0.10 М»)

Гидроксид натрия, 0.033 М (подписан «NaOH 0.033 М»)

Метилловый оранжевый 0.1% (подписан «Methyl orange», – используется также в ч. 1)

Бюретка

Цилиндр 50 мл

Стакан на 150 мл

Настенные часы

Ход работы:

Перед началом работы запишите массу образца 2, указанную на стаканчике вместимостью 150 мл (подписано «Sample 2»):

$m =$ _____ г.

В цилиндр на 50 мл налейте 30 мл дистиллированной воды. Навеску препарата (Sample 2) смочите 2–3 каплями воды и разотрите стеклянной палочкой в кашицу. Добавляйте воду, взятую из цилиндра, по каплям, растирая после каждой капли смесь стеклянной палочкой. В итоге Вы получите смесь консистенции йогурта. *Только после этого* вылейте в стакан оставшуюся воду из цилиндра. Стеклянной палочкой тщательно разбейте комки препарата, если таковые образовались. Затем отмерьте бюреткой 80.0 мл 0.10 М HCl в коническую колбу. Перелейте раствор HCl в стакан, записав время с точностью 10 сек в таблицу (см. ниже). Вы должны получить неоседающую опалесцирующую суспензию.

Через 2 мин после добавления соляной кислоты отберите пипеткой 10.00 мл суспензии, перенесите ее в коническую колбу, добавьте 1 каплю раствора метилового оранжевого (окраска титруемого раствора должна быть *светло-розовой*. Избыток индикатора затрудняет наблюдение перехода окраски!). Титруйте 0.033 М раствором NaOH до *чисто желтой* окраски индикатора. (Целесообразно в другой конической колбе приготовить раствор-свидетель, добавив к соответствующему объему воды по 1 капле раствора щелочи и индикатора). Временем проведения эксперимента считайте момент окончания титрования. Время записывайте в таблицу с точностью 10 сек.

Экспериментальный тур	Фамилия Имя	Страна	№ места
-----------------------	-------------	--------	---------

Для изучения нейтрализации кислоты антацидом во времени проведите еще 3 титрования, выдерживая интервалы 5–7 минут между окончанием одного титрования и началом следующего. Занесите результаты в таблицу.

Примечание. Следите за тем, чтобы кран был плотно вставлен в бюретку, иначе раствор может подтекать.

Время на часах в момент добавления HCl					
Время (на часах) окончания титрования					
Время от начала эксперимента, мин					
Начальное показание бюретки, мл					
Конечное показание бюретки, мл					
V(NaOH), мл					
Количество прореагировавшей HCl, ммоль					
Нейтрализующая способность, ммоль/г					

Экспериментальный тур

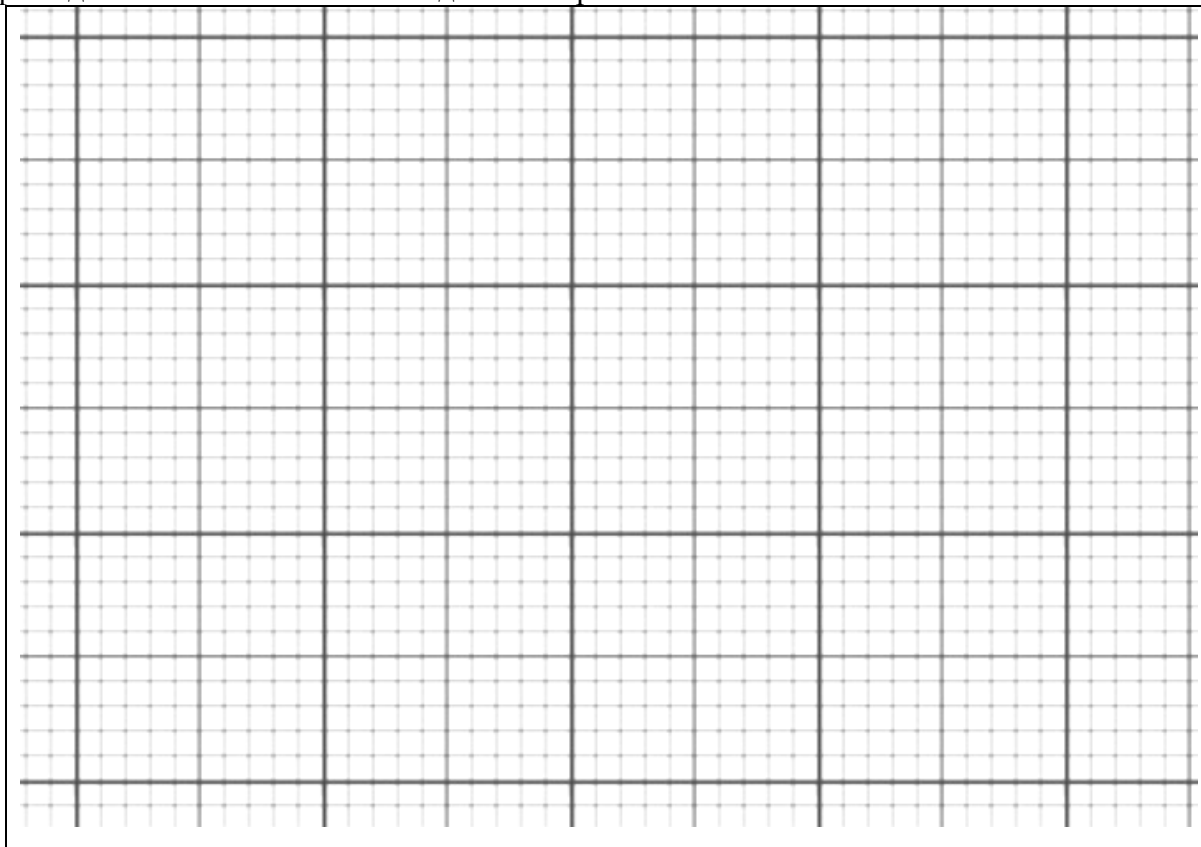
Фамилия Имя

Страна

№ места

2.1. Рассчитайте нейтрализующую способность антацида как количество (ммоль) прореагировавшей с ним соляной кислоты, отнесённое к массе образца. Запишите результаты в таблицу.

2.2. Постройте в нижеприведенном поле кривую нейтрализации соляной кислоты в координатах: *время, мин – нейтрализующая способность, ммоль HCl/g препарата*. На графике должны быть отчетливо видны экспериментальные точки.



Ответьте на вопросы:

2.3. При каком pH окончания титрования избытка кислоты нейтрализующая способность препарата будет максимальной?

- а) 1; б) 2; в) 3; г) 4.

2.4. Запишите уравнение реакции, поясняющее различную нейтрализующую способность препарата в зависимости от кислотности среды.

Экспериментальный тур

Фамилия Имя

Страна

№ места

Часть 3. Определение содержания алюминия и магния в препарате

Растворение образца

Образец: толченые таблетки препарата с гидротальцитом, помеченные «3».

Реактивы и оборудование

Соляная кислота, 5 М (подписана «HCl 5M», общего пользования, под тягой)

Стакан на 100 мл

Водяная баня

Мерная колба, 100 мл

Ход работы

Растворите навеску, подписанную «Sample 3», в стакане на 100 мл в 6.0 мл 5 М соляной кислоты, подогревая стакан на водяной бане в течение 2 мин.

Примечания.

Электроплитки для некоторых участников находятся под тягами.

Полного растворения образца не происходит, поскольку препарат содержит нерастворимые наполнители.

Остудите стакан (можно воспользоваться водопроводной водой), количественно перенесите суспензию в мерную колбу на 100 мл, доведите до метки дистиллированной водой, тщательно перемешайте.

Титрование 1

Реактивы и оборудование

Динатриевая соль ЭДТА, 0.0500 М (подписан «EDTA 0.0500 M»)

Нитрат свинца, 0.0500 М (подписан «Pb(NO₃)₂ 0.0500 M»)

Уротропин, 0.7 М (подписан «(CH₂)₆N₄»)

Ксиленоловый оранжевый, 0.2% раствор (подписан «Xylenol orange»)

Колба для титрования

Пипетка

Стаканчик

Водяная баня

Бюретка

Ход работы

Аликвоту (10.00 мл) анализируемой суспензии перенесите пипеткой в колбу для титрования. Если пипетка не влезает в мерную колбу, воспользуйтесь стаканчиком. Добавьте около 40 мл воды, из бюретки добавьте 7.00 мл 0.0500 М ЭДТА. Нагревайте на водяной бане 2–3 мин, после чего остудите под струей воды. Добавьте 5 мл 0.7 М раствора уротропина. Добавьте 3 капли раствора ксиленолового оранжевого в качестве индикатора. Оттитруйте избыток ЭДТА 0.0500 М раствором нитрата свинца до *окончания* перехода окраски индикатора из желто-оранжевой в розовую (можно использовать раствор-свидетель).

Экспериментальный тур

Фамилия Имя

Страна

№ места

3.1. Результаты запишите в таблицу.

Показания бюретки, мл		Объем, затраченный на титрование, мл
Исходное	Конечное	

Принятый вами объем (Титрование 1): _____ мл

Ответьте на вопросы**3.2.** Какой металл определяется титрованием 1? _____**3.3.** Рассчитайте его содержание в 1 г препарата:

Расчет

Содержание металла **1** в 1 г препарата _____ г**Титрование 2****Реактивы и оборудование**

Динатриевая соль ЭДТА, 0.0500 М (подписан «EDTA 0.0500 М»)

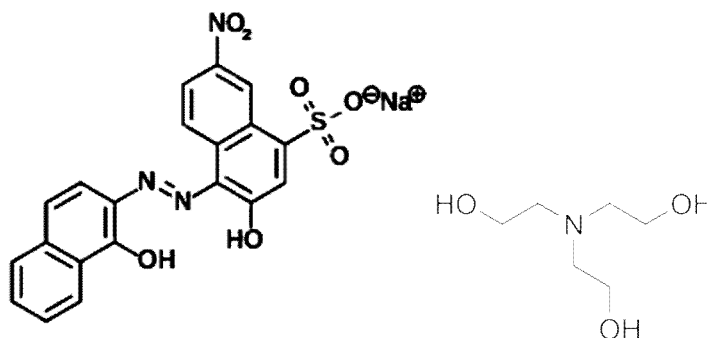
Аммиачный буферный раствор, получен смешением 1 объема 1.5 М NH₄Cl и 2 объемов 1.5 М NH₃ (подписан «Ammonia buffer solution»)

Триэтаноламин (структура на рис. ниже), водн. раствор, 1:3 по об. (подписан «Triethanolamine»)

Эриохром черный Т (структура на рис. ниже), твердая смесь с NaCl, 1:100 масс. (подписан «Eriochrome Black T»)

Колба для титрования

Шпатель



Структуры Эриохрома черного Т и триэтанолamina.

Экспериментальный тур

Фамилия Имя

Страна

№ места

Ход работы

Перенесите аликвоту (10.00 мл) анализируемой суспензии в колбу для титрования, добавьте 50 мл воды, 8 мл водного раствора триэтаноламина в качестве маскирующего агента, 15 мл буферного раствора, шпателем индикаторную смесь и сразу же титруйте 0.0500 М ЭДТА до *полного* перехода малиново-фиолетовой окраски комплекса в *чисто* синюю окраску свободного индикатора (используйте перетитрованный раствор в качестве свидетеля!).

Примечание.

Старайтесь использовать одинаковое количество индикатора для получения сходящихся результатов.

3.4. Результаты запишите в таблицу:

Показания бюретки, мл		Объем, затраченный на титрование, мл
Исходное	Конечное	

Принятый вами объем (Титрование 2): _____ мл

Экспериментальный тур

Фамилия Имя

Страна

№ места

Ответьте на вопросы

3.5. Какой металл определяется титрованием 2? _____

3.6. Запишите реакцию перехода индикатора в точке эквивалентности, обозначая его форму, показанную на рис. выше, как H_2Ind^- , а комплекс с металлом – как $Met^{2+}Ind^{2-}$:

--

3.7. Почему титруемый металл определяется селективно? Запишите схему маскирования второго металла:

--

3.8. Рассчитайте содержание титруемого металла в 1 г препарата:

Расчет

Содержание металла 2 в 1 г препарата _____ г

3.9. Рассчитайте мольное соотношение $n:m$ (алюминий:магний) в гидротальците $Mg_nAl_m(CO_3)_x(OH)_y \cdot 4H_2O$

Расчет

 $n:m =$ _____