

CHEMISTRY: ART, SCIENCE, FUN



ПРАКТИЧЕСКИЙ ТУР ЗАДАНИЯ

**18 июля 2007 г.
Москва, Россия**

Общие указания

- **Правила безопасности:** следуйте правилам, изложенным в Подготовительном комплекте; в лаборатории запрещается есть и пить.
- **За нарушение правил безопасности** вы получаете одно предупреждение, за повторное нарушение вы будете удалены из практикума.
- **Комплект заданий:** 13 страниц, включая обложку и периодическую таблицу элементов, с 2 заданиями. Начинайте с задания 1.
- **Время:** 5 часов; за 30 минут до окончания будет дано предупреждение.
- **Листы Ответов:** 5 страниц, включая обложку.
- **Ваше имя и личный код** напишите на **каждой** странице Листов Ответов.
- **Ответы:** только в отведенных местах Листов Ответов; всё остальное не будет оцениваться. Необходимые расчеты должны быть приведены.
- **Используйте только предоставленные ручку и калькулятор.**
- **Результаты:** число значащих цифр в численных ответах должно соответствовать правилам оценки погрешности эксперимента. За ошибки будут начисляться штрафные баллы, даже если эксперимент выполнен безупречно.
- **Бюретка:** считывайте показания с максимально возможной точностью.
- **Если требуется дополнительное количество реактивов,** спрашивайте дежурного в лаборатории. За это штрафные баллы не будут начисляться.
- **За использование дополнительного образца для анализа или за разбитую колонку** начисляется 10 штрафных баллов.
- **Вопросы** о безопасности, приборах, реактивах, организации экзамена, выходе в туалет: **спрашивайте дежурного в лаборатории.**
- **Химические отходы** помещайте только в отведённые для этого контейнеры.
- **Официальная версия на английском языке доступна** по вашей просьбе **только для выяснения неясных пунктов.** Спрашивайте дежурного в лаборатории.
- **После сигнала окончания работы** положите ваши Листы Ответов и спектры в конверт (не запечатывайте), отдайте их дежурному в лаборатории. Оставьте себе комплект заданий, ручку и калькулятор.
- **Вы должны прекратить работу сразу же после сигнала окончания работы.** За задержку на 5 минут вы получите ноль баллов за выполняемую в это время задачу.
- **В течение практического тура** стеклянная и пластиковая посуда может быть использована повторно. Тщательно мойте её.

Список реактивов

Реактив	Количество	Где находится	Этикетка
Задание 1			
Элюент 1	100 мл	Пузырёк из тёмного стекла*	Eluent 1
Элюент 1	1 мл	Пластиковая микропробирка	Eluent 1
Элюент 2	50 мл	Пузырёк из тёмного стекла*	Eluent 2
Элюент 2	1 мл	Пластиковая микропробирка	Eluent 2
Элюент 3	50 мл	Пузырёк из тёмного стекла*	Eluent 3
Элюент 3	1 мл	Пластиковая микропробирка	Eluent 3
0.5 М раствор карбонатного буфера, рН 9.5	10 мл	Стекланный пузырёк	NaHCO ₃
0.5 М раствор Tris-HCl буфера, рН 8.5	10 мл	Стекланный пузырёк	Tris-HCl
Смесь аминокислот для анализа**	1.2 мл	Пластиковая микропробирка	Число между 301 и 600
Реактив Элманна: 0.2 М раствор фосфатного буфера, содержащий 10 мМ ЭДТА и 3 мМ 5,5'-дитиобис-2-нитробензойной кислоты, рН 7.0	10 мл	Стекланный пузырёк	DTNB
Реактив Паули: раствор 4-диазобензол-сульфоната натрия в 0.1 М водном HCl	1 мл	Пластиковая микропробирка	Pauli
Гидроксид натрия, 10% водный раствор	10 мл	Стекланный пузырёк	NaOH 10%
8-гидроксиинолин, 5.2 мМ раствор в смеси этанола / н-бутанола (9:1)	5 мл	Стекланный пузырёк	8-HQ
Гипобромит натрия, 0.24 М раствор в 10% водном NaOH	1.2 мл	Пластиковая микропробирка	NaBrO
2,4,6-тринитробензолсульфоновая кислота, 3.4 мМ водный раствор	1 мл	Пластиковая микропробирка	TNBS
8 М водный раствор мочевины	1 мл	Пластиковая микропробирка	Urea
Задание 2			
HCl, стандартный раствор, ~1 М (смотрите точное значение на этикетке)	40 мл	Пузырёк из тёмного стекла	HCl <и точная концентрация>
NaOH (должен быть стандартизован)	200 мл	Пузырёк из тёмного стекла	NaOH
Порошкообразный образец для анализа**	0.5 – 1 г	150 мл стакан, покрытый часовым стеклом	<номер рабочего места>
H ₂ O дистиллированная	400 мл	Пластиковая промывалка	H ₂ O
H ₂ O дистиллированная (для использования 2 участниками)	30 мл	Стекланный пузырёк с пипеткой	H ₂ O
H ₂ O дистиллированная (для общего использования)	5 л	Бутыль со шлангом и зажимом на верху лабораторного стола	H ₂ O
NaH ₂ PO ₄ , 15% раствор (для использования 2 участниками)	20 мл	Стекланный пузырёк с пипеткой	NaH ₂ PO ₄ 15%
Бромкрезоловый зеленый, 0.5% раствор в 20% этаноле (для использования 3–4 участниками)	30 мл	Стекланный пузырёк с пипеткой	Bromcresol green
Тимолфталейн, 0.5% раствор в этаноле (для использования 3–4 участниками)	30 мл	Стекланный пузырёк с пипеткой	Thymolphthalein
K ₂ C ₂ O ₄ , 15% раствор (для использования 2 участниками)	50 мл	Пузырёк из тёмного стекла	K ₂ C ₂ O ₄ 15%

*Закреплены на верхней полке (не пытайтесь снять), со шлангом и зажимом

**10 штрафных баллов за дополнительную порцию образца

Состав элюентов 1 – 3

Элюент 1: 0.1 М водный цитрат натрия, 50 мМ хлорид натрия, 40 мМ тиодигликоль, , 1 мМ каприловая кислота, 0.1% Бридж-35; рН 4.9.

Элюент 2: 0.2 М водный фосфат натрия, 0.1% Бридж-35; рН 7.0.

Элюент 3: 0.2 М водный гидроксид натрия.

Оборудование

Наименование	Количество
Штатив для пробирок	1
Лабораторный штатив	1
Хроматографическая колонка с ионообменной смолой	1
Лабораторный штатив с белым основанием	1
Двойной зажим для бюретки	1
Кольцо для воронки	1
25 мл бюретка	1
100 мл колба с этикеткой "Waste"	1
100 мл мерная колба	2
100 мл коническая колба	2
Шприц с иглой	1
Пробирки с делениями для сбора фракций и приготовления смесей	50
Пластиковый планшет с 96 лунками	1
Дозатор (микропипетка) фиксированного объема 0.1 мл	1
Одноразовые наконечники (в синем пластиковом стакане)	20
Кюветы для спектрофотометра, с маркировкой "A1", "B1", "A2", "B2", "A3", "B3" в коробке для кювет	6
10 мл градуированные пластиковые пипетки	3
10 мл стеклянная пипетка	1
Пипетатор	1
Трехходовая резиновая груша	1
Стеклянная палочка	1
Воронка для фильтрования	1
Маленькая воронка	1
60 мл пузырьки из темного стекла для объединённых фракций (пиков)	3
10 мл мерный цилиндр, с маркировкой "K ₂ C ₂ O ₄ 15%" (для использования 2 участниками)	1
10 мл мерный цилиндр (для использования 2 участниками)	1
50 мл мерный цилиндр	1
100 мл мерный цилиндр, с маркировкой "H ₂ O" (для использования 2 участниками)	1
Пластиковая тарелка с бумажными фильтрами*** (для использования 3–4 участниками)	3 фильтра на участника
Плитка нагревательная (для общего использования в вытяжном шкафу)	6 штук на шкаф
Резиновые защитные напальчники (для общего использования в вытяжном шкафу)	6 пар на шкаф
Спектрофотометр (для использования группой участников; смотрите номер спектрофотометра на рабочем месте "SP ")	
Маркер	1
Линейка	1
Белый лист бумаги	1

***Если потребуются дополнительные фильтры, спросите дежурного в лаборатории.

Маркировка химических реактивов

Гидрофосфат натрия	R:36/37/38 S:26-36
Этилендиаминтетрауксусная кислота, динатриевая соль (ЭДТА)	R:36/37/38 S:26-36/37/39
Трис-НСI	R:36/37/38 S:26-36
Аргинин	R:36 S:26
Цистеин	R:22
Гистидин	S:22-24/25
Соляная кислота	R:34-37 S:26-36-45
4-дiazобензолсульфонат натрия	R:1-37/37 S:26-36
Гидроксид натрия	R:34-35 S:26-36-37/39-45
8-гидроксихинолин	R:22-36/37/38 S:26-36/37
Этанол	R:11 S:7-16
Бутанол-1	R:10-22-37/38-41-67 S:7/9-13-26-37/39-46
Гипобромит натрия	R31-34 S:26-36-45
5,5'- дитиобис-2-нитробензойная кислота	R:36/37/38 S:26-36
2,4,6-тринитробензолсульфоновая кислота	R: 1-22-36/38-43 S: 26-36/37
Хлорид натрия	R:36 S:26
Тиодигликоль	R:36 S:26
Каприловая кислота	R:34 S:26-27-45-36/37/39
Бридж-35	R:36/37/38 S:26-36
Дигидрофосфат натрия	S:22-24/25
Карбонат натрия	R:36 S:22-26
Карбонат кальция	R:41-37/38 S:26-39
Бромкрезоловый зеленый	S:22-24/25
Тимолфталейн	S:22-24/25
Оксалат калия	R:34 S:26-27-36/37/39

R-коды

Расшифровка приведённых кодов

- | | |
|--|--|
| <p>R1: Взрывоопасен в сухом состоянии</p> <p>10: Легко воспламеняется</p> <p>22: Токсичен при приёме внутрь</p> <p>31: При контакте с кислотами выделяет токсичный газ</p> <p>34: Вызывает ожоги</p> | <p>35: Вызывает тяжёлые ожоги</p> <p>36: Раздражающе действует на глаза</p> <p>37: Раздражающе действует на органы дыхания</p> <p>41: Риск серьёзного повреждения глаз</p> <p>43: Может вызывать аллергические реакции при контакте с кожей</p> <p>67: Пары могут вызывать сонливость или головокружение</p> |
|--|--|

Комбинации кодов

- | | |
|---|---|
| R24/25: Токсично при попадании на кожу или внутрь | 36/38: Раздражает глаза и кожу |
| 36/37/38: Раздражает глаза, кожу и органы дыхания | 37/38: Раздражает кожу и органы дыхания |

S-коды

Перечень мер предосторожности

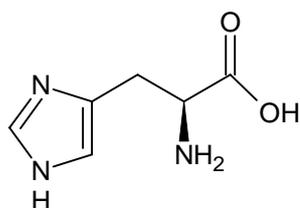
- | | |
|---|---|
| <p>S13: Избегайте контакта с пищей</p> <p>22: Не вдыхайте пыль</p> <p>26: При попадании в глаза немедленно промойте большим количеством воды и обратитесь к врачу</p> <p>27: Немедленно снимите загрязнённую одежду</p> <p>36: Носите соответствующую защитную одежду</p> | <p>39: Используйте очки или маску</p> <p>45: При несчастном случае или при недомогании немедленно обратитесь к врачу (если возможно, покажите этикетку)</p> <p>46: При попадании внутрь немедленно обратитесь к врачу и покажите этикетку</p> |
|---|---|

Комбинации мер предосторожности

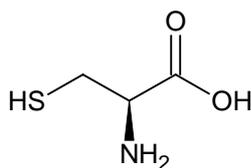
- | | |
|--|--|
| 7/9: Храните в плотно закрытой емкости в хорошо проветриваемом помещении | 24/25: Избегайте попадания на кожу и в глаза |
| | 36/37/39: Используйте соответствующую защитную одежду, перчатки и очки или маску |
| | 37/39: Используйте перчатки, очки или маску |

Задание 1. Ионообменная хроматография аминокислот

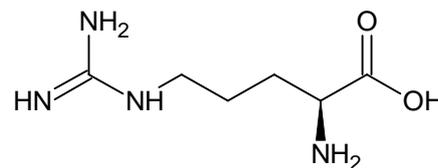
Ионообменная хроматография является важным аналитическим и препаративным методом, позволяющим разделять заряженные вещества. В основе метода лежит взаимодействие заряженных групп молекул с противоположно заряженными группами смолы. В этом задании вы должны будете произвести разделение смеси трех аминокислот и определить количество каждой из них с помощью специфических цветных реакций. **Мы настоятельно рекомендуем вам начать с задания 1**, так как возможны очереди к спектрофотометрам.



His



Cys



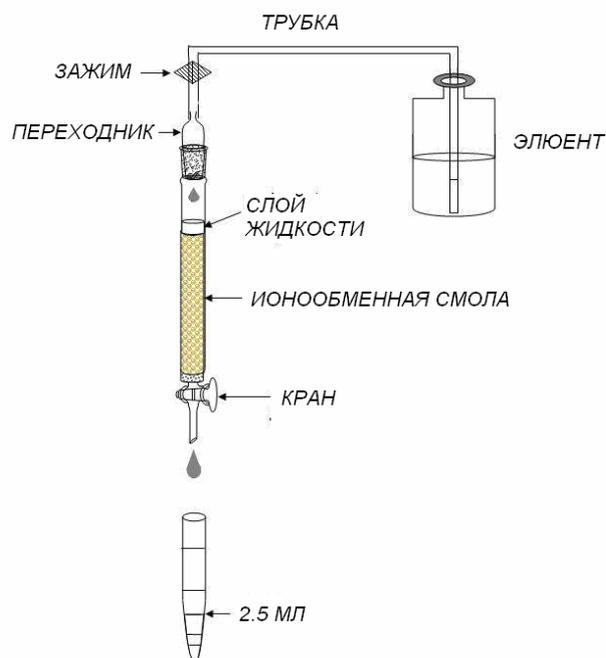
Arg

В смеси находятся гистидин, цистеин и аргинин (формулы приведены выше). В качестве ионообменной смолы используется сшитая полистиролсульфоуксусная кислота (смотрите рисунок прибора ниже). В начале эксперимента колонка находится в равновесии с Элюентом 1 (pH 4.9).

Методика

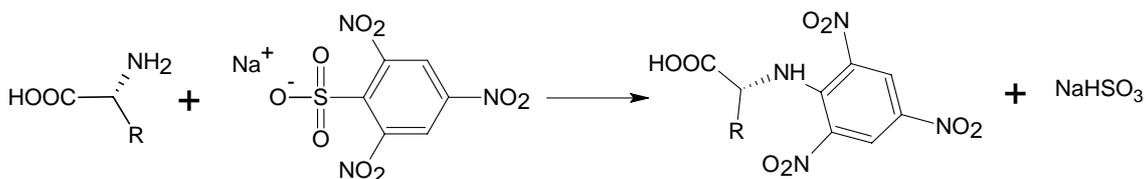
Хроматография. Шаг 1.

Поместите раствор аминокислот в колонку. Для этого сначала откройте кран и слейте часть жидкости из колонки в колбу с надписью “Waste” так, чтобы оставшаяся жидкость доходила до верха смолы, не допуская при этом ее высыхания. Закройте кран и с помощью шприца аккуратно поместите анализируемый раствор в колонку. Откройте кран и снова сливайте жидкость до тех пор, пока мениск не дойдет до поверхности смолы. Плотнo закройте кран и, аккуратно открывая зажим, добавьте около 1 мл Элюента 1 (1 мл примерно соответствует 1 см жидкости в колонке). Вставьте переходник, придерживая колонку (убедитесь, что он вставлен плотнo). Отставьте колбу с надписью “Waste”, откройте кран и зажим, и производите элюирование, собирая в пробирки фракции по 2.5 мл (смотрите рисунок ниже). Для начала элюирования открывайте кран, для прекращения – закрывайте. Если необходимо, помечайте пробирки с фракциями маркером. После отбора каждых 4–8 фракций останавливайте элюирование и проводите качественный анализ собранных фракций.



Качественный анализ фракций

Качественный анализ аминокислот основан на реакции их α -аминогрупп с 2,4,6 – тринитробензолсульфонатом натрия (TNBS):



Анализ проводится на пластиковой планшете с лунками, каждая из которых играет роль пробирки. Смешайте 1 мл раствора TNBS, 10 мл карбонатного буфера и поместите по 0.1 мл смеси в половину лунок на планшете (с A1 по H5). В те же лунки добавьте по 0.1 мл анализируемых фракций (сначала в ячейку A1, затем B1, затем C1 и т.д., слева направо и сверху вниз). Если в анализируемой фракции присутствует аминокислота, в течение трех минут появится интенсивное желтое окрашивание. Для сравнения используйте окраску в первой лунке. Чтобы надежно установить степень окрашивания, положите планшет на белый лист бумаги.

Примечание: аликвоты объемом 0.1 мл следует отбирать микропипеткой. Для отбора фракций, соответствующих одному хроматографическому пику, используйте один и тот же наконечник.

1.1a Отметьте интенсивности окраски на эскизе планшета в Листах Ответов. Используйте следующие обозначения: (-) – нет окрашивания, 1 – слабое окрашивание, 2 – умеренное окрашивание, 3 – интенсивное окрашивание. Заполняйте Листы Ответов по мере проведения хроматографии.

Продолжайте собирать и анализировать фракции до тех пор, пока в планшете не появится по крайней мере двух лунок с таким же окрашиванием, как и в A1, что свидетельствует о том, что первая аминокислота полностью вышла из колонки (окончание первого пика).

Хроматография. Шаг 2

Как только первый пик закончился, начинайте проводить элюирование Элюентом 2. Для этого закройте кран и **зажим (!)**, отсоедините от переходника трубку из ёмкости с Элюентом 1 и плотно подсоедините трубку из емкости с Элюентом 2 к переходнику.

1.1b На рисунке в Листах Ответов обозначьте смену элюентов, соединив линиями лунки, в том месте, где произошла замена элюента.

Продолжайте элюирование, собирая фракции и проводя их качественный анализ описанным выше способом.

Хроматография. Шаг 3

После окончания второго пика смените элюент на Элюент 3. Продолжайте элюирование до тех пор, пока третья аминокислота полностью не выйдет из колонки.

Завершите элюирование. Для этого закройте кран и зажим.

На основании результатов качественного анализа выберите фракции, содержащие аминокислоты.

1.1c В Листы Ответов занесите обозначения лунок, соответствующих выбранным фракциям.

1.2 Объедините фракции, соответствующие одному пику. Измерьте объемы объединенных фракций мерным цилиндром. В Листы Ответов запишите объемы объединенных фракций (не учитывая объём, затраченный на качественный анализ).

Поместите объединенные фракции в пузырьки из тёмного стекла с надписями “Peak 1”, “Peak 2” и “Peak 3”. Подготовьте образцы к количественному спектрофотометрическому анализу так, как описано ниже.

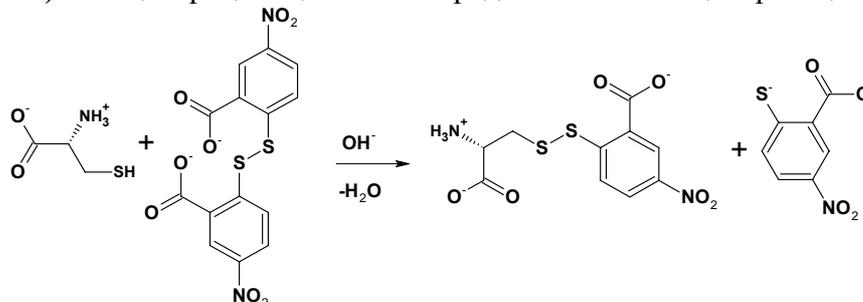
После окончания Экспериментального тура закройте пузырьки из тёмного стекла “Peak 1–3” и оставьте на столе.

Спектрофотометрический анализ

Для каждой пробы вы должны передать оператору две кюветы. Пробы подготовьте, как указано ниже.

Важно! Неиспользуемые кюветы всегда должны находиться в коробке для кювет! Каждая кювета имеет 2 ребристых и 2 рабочих вертикальных грани. При работе с кюветами не касайтесь рабочих поверхностей, иначе вы можете получить неправильные значения оптической плотности.

Анализ 1 (пик 1). Концентрацию цистеина определяют с помощью реакции Элльмана:



Пробирка A1 (Раствор сравнения). Поместите 0.1 мл Элюента 1 из пластиковой микропробирки в пробирку и добавьте 2.9 мл реагента Элльмана (DTNB).

Пробирка В1 (Образец). Поместите 0.1 мл анализируемого раствора в пробирку и добавьте 2.9 мл реагента Эллманна (DTNB). Энергично перемешайте содержимое пробирок и перенесите каждую смесь в соответствующую кювету (с маркировкой А1 (раствор сравнения) и В1 (образец)).

Анализ 2 (пик 2). Определение концентрации гистидина основано на способности имидазольной группы реагировать с солями диазония (реакция Паули).

Пробирка А2 (Раствор сравнения). Поместите 2.8 мл буферного раствора Tris-HCl в пробирку, добавьте 0.1 мл Элюента 2 из пластиковой микропробирки и 0.1 мл реагента Паули.

Пробирка В2 (Образец). Поместите 2.8 мл буферного раствора Tris-HCl в пробирку, добавьте 0.1 мл анализируемого раствора и 0.1 мл реагента Паули.

Энергично перемешайте содержимое пробирок и перенесите каждую смесь в соответствующую кювету (с маркировкой А2 (раствор сравнения) и В2 (образец)).

Анализ 3 (пик 3). Определение концентрации аргинина основано на способности гуанидиновой группы реагировать с некоторыми фенолами в щелочной окислительной среде (реакция Сакагучи).

Пробирка А3 (Раствор сравнения). Поместите 0.1 мл Элюента 3 в пробирку и добавьте 1.5 мл 10% раствора NaOH, 1 мл раствора 8-гидроксихинолина и 0.5 мл раствора гипобромита натрия.

Пробирка В3 (Образец). Поместите 0.1 мл анализируемого раствора в пробирку и добавьте 1.5 мл 10% раствора NaOH, 1 мл раствора 8-гидроксихинолина и 0.5 мл раствора гипобромита натрия.

Энергично встряхивайте пробирки в течение 2 минут (**Важно!**) и наблюдайте появление оранжевой окраски. Добавьте 0.2 мл 8 М раствора мочевины в каждую пробирку, перемешайте раствор и перенесите примерно по 3 мл каждой смеси в соответствующую кювету (с маркировкой А3 (раствор сравнения) и В3 (образец)).

Все смеси следует анализировать спектрофотометрически не ранее чем через 10 минут и не позднее чем через 2 часа после приготовления. Передайте набор из 6 кювет оператору спектрофотометра. Если у спектрофотометра очередь, попросите оператора внести ваш личный код в список на доске объявлений. Через некоторое время вы будете приглашены оператором. В это время вы можете ответить на теоретические вопросы и начать выполнять Задачу №2.

В случае, если ваш(и) образец(цы) не были проанализированы в указанный временной интервал (что крайне маловероятно), приготовьте его(их) заново.

Получите распечатки спектров ваших образцов и проверьте их. Подпишите спектры и получите подпись оператора.

1.3 *Определите оптическую плотность при соответствующих длинах волн и рассчитайте содержание (в мг) каждой аминокислоты в выданной смеси. Оптическая длина пути равна 1.0 см. Заполните Листы Ответов, учитывая, что один моль каждой аминокислоты даёт один моль окрашенного продукта.*

Справочные данные:

Значения коэффициентов поглощения: Продукт реакции Элльманна: $13600 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ при 410 нм Продукт реакции Паули: $6400 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ при 470 нм Продукт реакции Сакагучи: $7700 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ при 500 нм	Молярные массы аминокислот: Цистеин 121 г/моль Гистидин 155 г/моль Аргинин 174 г/моль
---	--

1.4. *Изобразите 3 резонансных структуры вещества, ответственного за окраску раствора в результате реакции Элльманна.*

Задание 2. Определение карбоната и гидрофосфата в абразивном порошке

Na_2CO_3 , CaCO_3 и Na_2HPO_4 являются основными компонентами абразивного порошка. В этой задаче вам предстоит определить содержание карбонат- и гидрофосфат-ионов в абразиве при помощи двух кислотно-основных титрований.

Сначала к образцу добавляется точно известное количество соляной кислоты, взятой в избытке. В результате гидрофосфаты переходят в H_3PO_4 , а карбонаты – в CO_2 , который удаляется кипячением. Ионы кальция, изначально присутствовавшие в образце, переходят в раствор. Они могут помешать при дальнейшем анализе, поэтому перед титрованием кальций осаждают в виде CaC_2O_4 и отфильтровывают.

Затем образующуюся фосфорную кислоту два раза титруют предварительно стандартизированным раствором NaOH в присутствии двух разных индикаторов: одно титрование проводят в присутствии бромкрезолового зелёного (BCG), а другое – в присутствии тимолфталейна (ТР). В первом титровании H_3PO_4 (и избыток HCl) титруют до H_2PO_4^- , конечная точка титрования находится в области слабокислых значений ($\text{pH} \sim 4.5$). При этом наблюдается цветовой переход из жёлтого в синий. Во втором титровании образуется HPO_4^{2-} . Конечная точка титрования соответствует цветовому переходу из бесцветного в синий (умеренно щелочная среда, $\text{pH} \sim 10$).

Содержание CO_3^{2-} в образце определяют по разности между:

- количеством титранта, эквивалентным количеству HCl (использованной для растворения образца) и
- количеством титранта, соответствующим второй конечной точке титрования (по ТР).

Содержание HPO_4^{2-} определяют по разности между количествами титранта, необходимыми для достижения двух конечных точек титрования (по ТР и по BCG).

Методика

Шаг 1. Растворение образца и удаление CO_2

К образцу абразивного порошка в стакане, накрытом часовым стеклом, добавьте 10.00 мл (при помощи пипетки! *Осторожно, не снимайте стекло! Возможны потери за счёт разбрызгивания!*) примерно 1 моль/л HCl (точная концентрация кислоты указана на этикетке). После того, как наиболее интенсивное газовыделение закончилось, *осторожно* нагрейте стакан (накрытый часовым стеклом) на плитке до прекращения выделения газа. Затем нагрейте раствор до кипения и кипятите в течение 2–3 мин.

Шаг 2. Осаждение кальция

Снимите стакан с плитки; смойте конденсат с часового стекла в стакан дистиллированной водой. Добавьте 1–2 мл 15% раствора $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ при помощи мерного цилиндра. Подождите, пока большая часть оксалата кальция выпадет в осадок (обычно это занимает от 10 до 20 мин). Это время используйте для стандартизации раствора NaOH (смотри методику ниже).

Шаг 3. Стандартизация раствора NaOH

При помощи пипетки поместите 10.00 мл раствора HCl в мерную колбу на 100 мл, доведите раствор до метки дистиллированной водой и перемешайте. Заполните бюретку раствором NaOH . При помощи пипетки перенесите 10.00 мл разбавленного раствора HCl из мерной колбы в коническую. Добавьте 1–2 капли раствора тимолфталейна и

продолжайте титрование до появления синей окраски, устойчивой при перемешивании в течение 5–10 с.

Здесь и далее. Повторяйте титрования до получения близких результатов. Желательно, чтобы наибольшие и наименьшие объёмы титранта отличались не более чем на 0.10 мл. Все средние значения объёмов приводите с точностью до 0.01 мл.

2.1a Заполните таблицу в Листах Ответов.

2.1b Рассчитайте концентрацию NaOH в растворе (в моль/л).

Шаг 4. Фильтрование оксалата кальция

После того, как бóльшая часть CaC_2O_4 выпала в осадок, отфильтруйте раствор, собирая фильтрат в мерную колбу на 100 мл. Слабое помутнение раствора допустимо, так как небольшие количества оксалата кальция не мешают проведению титрования. Промойте фильтр дистиллированной водой, доведите раствор в колбе до метки и перемешайте. Использованный фильтр положите в корзину для отходов.

Шаг 5. Титрование образца по бромкрезоловому зелёному

При помощи пипетки перенесите аликвоту 10.00 мл раствора образца, полученного на Шаге 4, из мерной колбы в коническую колбу и добавьте к ней 3 капли раствора BCG. Приготовьте в другой конической колбе раствор сравнения, добавив 3 капли 15 % раствора NaH_2PO_4 и 3 капли раствора BCG к 15–20 мл дистиллированной воды. Титрование образца раствором NaOH продолжайте, пока его окраска не будет совпадать с цветом раствора сравнения.

2.2 Заполните таблицу в Листах Ответов.

Шаг 6. Титрование образца по тимолфталенину

При помощи пипетки перенесите аликвоту 10.00 мл раствора образца, полученного на Шаге 4, из мерной колбы в коническую. Добавьте 2 капли раствора TP и проведите титрование раствором NaOH до появления синей окраски, устойчивой при перемешивании в течение 5–10 с.

2.3 Заполните таблицу в Листах Ответов.

Шаг 7. Расчёты

2.4 Рассчитайте массу CO_3^{2-} в образце.

2.5 Рассчитайте массу HPO_4^{2-} в образце.

Шаг 8. Дополнительные вопросы

Ответьте на дополнительные вопросы в Листах Ответов.

2.6a Напишите уравнение одной реакции, которая отражает мешающее влияние Ca^{2+} в процессе проведённого вами анализа образца.

2.6b Список ошибок, которые могут возникнуть на различных стадиях, приведен в таблице. Укажите, какие ошибки могут привести к погрешностям в определении содержания CO_3^{2-} и /или HPO_4^{2-} . Используйте следующие обозначения: “0” при отсутствии погрешности, “+”, если результат завышен (положительная погрешность), или “–”, если результат занижен (отрицательная погрешность) по сравнению с истинным.

Periodic Table of Elements

with atomic masses

1 H 1.01	<i>Periodic Table of Elements</i> <i>with atomic masses</i>																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 24.31											13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.07	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.88	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 65.39	31 Ga 69.72	32 Ge 72.61	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 95.94	43 Tc 98.91	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 137.3	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 207.19	83 Bi 208.98	84 Po 208.98	85 At 209.99	86 Rn 222.02
87 Fr 223	88 Ra 226	89-103	104 Rf 261	105 Db 262	106 Sg 263	107 Bh 264	108 Hs 265	109 Mt 268									

57 La 138.91	58 Ce 140.12	59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	61 Pm 144.92	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 173.04	71 Lu 174.97
89 Ac 227	90 Th 232	91 Pa 231	92 U 238	93 Np 237	94 Pu 244	95 Am 243	96 Cm 247	97 Bk 247	98 Cf 251	99 Es 252	100 Fm 257	101 Md 258	102 No 259	103 Lr 262