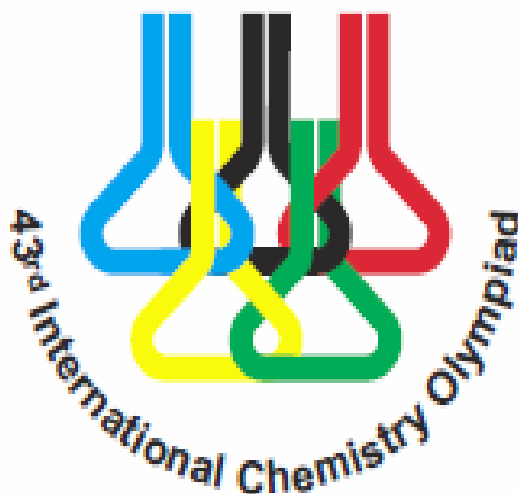


Фамилия:

Место:

Код участника:

2011 Ankara, TURKEY



43 Международная олимпиада по химии

Экспериментальный тур

**12 июля 2011
Анкара, Турция**

Инструкции

- Задания практического тура включают **9** страниц, Листы ответов — **9** страниц.
- До начала эксперимента у вас есть 15 мин, чтобы прочитать буклет.
- Время для экспериментального тура **5 часов**. **Планируйте работу с учетом того, что в задачах 2 и 3** используется одна и та же магнитная мешалка, а в **задаче 3** есть периоды ожидания длительностью 30 и 60 мин.
- Начинайте работу только после того, как будет дана команда **СТАРТ**. Вы обязаны немедленно прекратить работу, как только услышите команду **СТОП**. 5-минутная задержка в исполнении этой команды приведет к дисквалификации. Оставайтесь на своем рабочем месте после того, как услышите команду **СТОП**. К вам подойдет инструктор и проверит ваше рабочее место. Вы должны **предъявить ему (оставить на столе)** следующее:
 - Буклет заданий (этот буклет),
 - Листы ответов,
 - Пластинки ТСХ (обозначены TLC1 и TLC2) в закрытых пластиковых пакетиках, на которых указаны ваши код участника и номер рабочего места (из задачи 3).
- Вы обязаны соблюдать **правила техники безопасности**. В течение всего времени пребывания в лаборатории вы обязаны носить **защитные или ваши собственные очки**. Заполняйте пипетки **только** при помощи **груши**. Вы можете работать **в перчатках**.
- Если вы будете нарушать правила техники безопасности, инструктор сделает вам только **ОДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**. В случае повторного нарушения вы будете удалены из лаборатории и получите нулевую оценку за весь экспериментальный тур.
- Обращайтесь к инструктору, если у вас возникают вопросы по технике безопасности или если вам нужно выйти из лаборатории.
- Работайте только в пределах предоставленного вам рабочего места.
- Заполняйте Листы ответов только выданной вам ручкой. Не пишите ничего в Листах ответов карандашом.
- Используйте только выданный вам калькулятор.
- Все результаты должны быть записаны только в соответствующих местах Листов ответов. Записи, сделанные в других местах, **ОЦЕНИВАТЬСЯ НЕ БУДУТ**. Используйте обратную сторону Листов ответов как черновик.
- Сливайте отходы, образовавшиеся в задаче 1, в канистру **“Aqueous Waste”**.
- Сливайте отходы, образовавшиеся в задаче 3, в канистру **“Organic Waste”**.
- **Замена** реактивов или разбитой посуды при первом обращении не повлечет штрафа. Любая последующая замена повлечет штраф (потерю **1 полного балла** из 40 за экспериментальный тур).
- Вы можете попросить официальную английскую версию заданий и листов ответов для прояснения непонятных моментов.

Фамилия:

Место:

Код участника:

Оборудование

На рабочем месте	Общего пользования
Промывалка на 500 мл с дистиллированной водой	Дистиллированная вода в бутылках для заполнения промывалки
Очки	Латексные перчатки (попросите нужный размер)
Карандаш, линейка и маркер	Канистра для слива водных отходов (Aqueous Waste) из задачи 1
Магнитная мешалка	Канистра для слива органических отходов (Organic Waste) из задачи 3
	Контейнеры для разбитой посуды и капилляров

Задача 1

На столе

Пипетки (3 шт.) на 1, 10, 25 мл

Пластиковая воронка (2 шт.)

Бюретки (2 шт.) на 50 мл, закрепленные в штативе

В коробке в ящике стола

Колбы Эрленмейера (2 шт.) на 250 мл

Красная груша с клапанами для наполнения пипеток (1 шт.)

Задача 2

На столе

Прибор	Градуированная трубка (деления указывают объем в мл)
	Колба Шленка на 50 мл с краном, пробкой из белой резины и магнитиком для перемешивания
	Шланги, соединяющие колбу Шленка, градуированную трубку и склянку для регулировки уровня воды

В коробке в ящике стола

Воронка (1 шт.)

Секундомер (1 шт.). Обратитесь к инструктору, если возникнут вопросы, как с ним работать

Шприц (1 шт.) на 2.0 мл

Задача 3

На столе

Пипетка (1 шт.) на 2 мл

Мерный цилиндр (1 шт.) на 250 мл

Колонка хроматографическая со стеклянной пробкой, закреплена на штативе (1 шт.)

В коробке в ящике стола

ТСХ пластинки (2 шт.), подписаны TLC1 и TLC2, в закрывающемся пакете

Стеклянная камера для ТСХ (1 шт.) с крышкой

Капилляры (6 шт.)

Колбы Эрленмейера: 3 шт. на 100 мл, 1 шт. на 250 мл

Мерный цилиндр (1 шт.) на 50 мл

Мерная колба (1 шт.) на 10 мл с пластиковой пробкой

Фотометрические кюветы (2 шт.), длина оптического пути 1.0 см

Красная груша для нагнетания давления с резиновой трубкой и переходником на шлифе (1 шт.) и зажим красный пластиковый (1 шт.)

Шприцы (2 шт.) на 2.0 мл

Пипетки Пастера (6 шт.) с маленькой грушей

Пинцет (1 шт.)

Фамилия:

Место:

Код участника:

Реактивы

		R Фразы	S Фразы
Задача 1	Неизвестный раствор (Unknown solution), 100 мл	36 38	26 37 39
	Декстрин в пробирках Эппендорфа (3 шт.) в запечатанном пакете		
	Индикатор Дихлорофлуоресцеин (Dichlorofluorescein indicator)	36 37 38	26 36
	Раствор AgNO_3 0,1 М*, 100 мл	8 22 34 50 53	26 45
	Раствор ЭДТА (EDTA) 0,01 М*, 100 мл	36	26
	Буфер с pH 10 (pH 10 buffer) ($\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$), 5 мл	10 23 24 34 50	9 16 26 33 36 37 39 45 61
	Индикатор Эриохром черный Т (EBT indicator)	36 37 38	26
Задача 2	Раствор А (Solution-A) $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$, 29,5 мг в 10 мл H_2O	5	15
	Раствор В (Solution-B) сополимер 4-стиролсульфоновой и малеиновой кислот, 137,7 мг в 9 мл H_2O	26	26 36
	Раствор С (Solution-C) тетрахлооропалладат (II) калия, $\text{K}_2[\text{PdCl}_4]$, 6,7 мг в 1 мл H_2O	36/38	26 37/39
Задача 3	Реактив Rxp RB 0,50 ммоль 2,3-дибромо-1 ферроценилпропано-1 с магнитиком для перемешивания		
	Реактив V1 1,0 ммоль триэтиламина в 1,0 мл CHCl_3	11 20 21 22 35 38 40 48	3 16 26 29 36 37 39 45
	Реактив V2 1,0 ммоль (R)-1-фенилэтиламина в 0,5 мл CHCl_3	11 20 21 22 34 35 38 40 48	6 26 28 29 36 37 39 45
	SM эталонный образец исходного 2,3-дибромо-1-ферроценилпропано-1 для нанесения на ТСХ пластинку		
	Элюент (ELUENT) смесь гептан:этилацетат = 3:2, 500 мл	11 20 22 36 66 67	16 23 29 33

*Точное значение приведено на этикетке

R- и S- Фразы

- R5 Heating may cause an explosion.
R8 Contact with combustible material may cause fire.
R10 Flammable.
R11 Highly flammable.
R20 Harmful by inhalation.
R21 Harmful in contact with skin.
R22 Harmful if swallowed.
R23 Toxic by inhalation.
R24 Toxic in contact with skin.
R26 Very toxic by inhalation.
R34 Causes burns.
R35 Causes severe burns.
R36 Irritating to eyes.
R37 Irritating to respiratory system.
R38 Irritating to skin.
R40 Limited evidence of a carcinogenic effect.
R48 Danger of serious damage to health by prolonged exposure.
R50 Very toxic to aquatic organisms.
R53 May cause long-term adverse effects in the aquatic environment.
R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking.
R67 Vapours may cause drowsiness and dizziness.
- S3 Keep in a cool place.
S9 Keep container in a well-ventilated place.
S15 Keep away from heat.
S16 Keep away from sources of ignition.
S23 Do not breathe vapour.
S26 In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.
S29 Do not empty into drains.
S33 Take precautionary measures against static discharges.
S36 Wear suitable protective clothing.
S37 Wear suitable gloves.
S39 Wear eye / face protection.
S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label whenever possible.)
S61 Avoid release to the environment. Refer to special instructions / safety data sheets

Фамилия:

Место:

Код участника:

Уравнение состояния идеального газа:

$$PV = nRT$$

Универсальная газовая постоянная:

$$R = 8.314 \text{ Дж К}^{-1} \text{ моль}^{-1}$$

$$0.08205 \text{ атм л К}^{-1} \text{ моль}^{-1}$$

Ноль по шкале Цельсия:

$$273.15 \text{ К}$$

Закон Бугера-Ламберта-Бера

$$A = \varepsilon c \cdot l$$

$$1 \text{ атм} = 760 \text{ торр} = 1,01325 \cdot 10^5 \text{ Па}$$

Периодическая таблица элементов с относительными атомными массами

1										18							
1 H 1.008	2										13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.07	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95	
3 Li 6.941	4 Be 9.012											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	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	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 47.87	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 [98]	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 La 138.91	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 (209)	85 At (210)	86 Rn (222)
87 Fr (223)	88 Ra 226.0	89 Ac (227)	104 Rf (261)	105 Ha (262)													
58 Ce 140.12	59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	61 Pm (145)	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				
90 Th 232.04	91 Pa 231.04	92 U 238.03	93 Np 237.05	94 Pu (244)	95 Am (243)	96 Cm (247)	97 Bk (247)	98 Cf (251)	99 Es (254)	100 Fm (257)	101 Md (256)	102 No (254)	103 Lr (257)				

Задача 1

Анализ смеси хлоридов

Состав раствора, содержащего только хлориды магния и натрия ($MgCl_2$ и $NaCl$), можно определить титриметрическим методом: сначала осадительным титрованием определить общее содержание хлорид-ионов в растворе, а затем комплексометрически определить содержание ионов магния.

Содержание хлорид-ионов в растворе определяют осадительным титрованием по методу Фаянса. Этот метод основан на осаждении хлорида серебра в титруемом растворе при использовании стандартного раствора нитрата серебра в качестве титранта. Конечную точку титрования определяют при помощи адсорбционного индикатора, обычно дихлорофлуоресцеина (**Dichlorofluorescein**), который является слабой органической кислотой. До достижения конечной точки титрования частицы хлорида серебра отрицательно заряжены благодаря адсорбции избытка хлорид-ионов, присутствующих в растворе. Анионы индикатора, окрашивающие раствор в желто-зеленый цвет, не сорбируются на поверхности частиц хлорида серебра вследствие электростатического отталкивания. После точки эквивалентности частицы хлорида серебра сорбируют катионы Ag^+ , заряжаясь положительно, что приводит к сорбции анионов индикатора на их поверхности и появлению розовато-красного окрашивания. Добавление декстрина при титровании необходимо для предотвращения коагуляции и осаждения частиц хлорида серебра.

Содержание ионов магния в растворе определяют комплексометрическим титрованием с использованием этилендиаминтетрауксусной кислоты (**EDTA**). EDTA, являясь гексадентатным лигандом, образует хелатные комплексы со всеми ионами металлов, за исключением щелочных, в соотношении 1 : 1, независимо от заряда катиона. Как индикатор в комплексометрии используется эриохром черный Т (**EBT**). При $pH > 7$ в отсутствие ионов металлов EBT в растворе окрашен в синий цвет, а при координации EBT ионами металлов образуются комплексы, окрашенные в красный цвет.

Как было сказано выше, в этой задаче содержание хлорид-ионов будет определяться методом Фаянса, а магния – комплексометрическим титрованием с EDTA.

Вам выдано 100 мл раствора, полученного растворением $MgCl_2$ и $NaCl$ в воде, который обозначен «**unknown solution**». Вам необходимо определить концентрацию $MgCl_2$ и $NaCl$ в этом растворе (в г/100 мл).

А. Определение хлорид-ионов методом Фаянса

Фамилия:

Место:

Код участника:

1. Используя мерную пипетку на 10 мл, перенесите аликвоту 10,0 мл из пузырька, обозначенного как **unknown solution**, в колбу Эрленмейера на 250 мл. Разбавьте аликвоту дистиллированной водой до приблизительного объема 100 мл.
2. Возьмите одну пробирку Эппендорфа из пакетика с надписью **dextrin**, высыпьте все ее содержимое в колбу Эрленмейера и размешайте.
3. Добавьте 5 капель раствора индикатора дихлорофлуоресцеина (**dichlorofluorescein**).
4. Запишите в лист ответов точную концентрацию стандартного раствора AgNO_3 , указанную на этикетке.
5. Заполните одну из бюреток стандартным раствором AgNO_3 .
6. Оттитруйте исследуемый раствор до тех пор, пока все содержимое колбы не окрасится в розовато-красный цвет.
7. Запишите точный объем (в мл) использованного раствора AgNO_3 в лист ответов.
8. Используйте ту же колбу Эрленмейера для повторных титрований. Перед каждым титрованием содержимое колбы выливайте в канистру с надписью **Aqueous Waste** и дважды промывайте колбу дистиллированной водой.

В. Определение ионов Mg^{2+} титрованием раствором EDTA

1. Заполните вторую бюретку стандартным раствором EDTA.
2. Запишите в лист ответов точную концентрацию стандартного раствора EDTA, указанную на этикетке.
3. Используя мерную пипетку на 25 мл, перенесите аликвоту объемом 25,0 мл неизвестного раствора (**unknown solution**) в колбу Эрленмейера на 250 мл. Разбавьте аликвоту дистиллированной водой до приблизительного объема 100 мл.
4. Используя пипетку на 1 мл, добавьте 1,0 мл буферного раствора с pH 10.
5. Добавьте 3-4 капли раствора индикатора EBT.
6. Оттитруйте этот раствор стандартным раствором EDTA до перехода окраски из красной в синюю.
7. Запишите в лист ответов точный объем (в мл) использованного раствора EDTA.
8. Используйте ту же колбу Эрленмейера для повторного титрования. Перед повторным титрованием содержимое колбы вылейте в канистру с надписью **Aqueous Waste** и два раза промойте колбу дистиллированной водой.

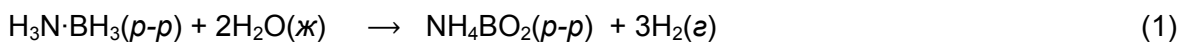
Обработка данных

1. Рассчитайте, сколько хлорид-ионов Cl^- (в миллимолях) содержалось в 100 мл неизвестного раствора. Расчеты приведите в листе ответов.
2. Рассчитайте, сколько ионов Mg^{2+} (в миллимолях) содержалось в 100 мл неизвестного раствора. Расчеты приведите в листе ответов.
3. Рассчитайте концентрацию (в г/100 мл) MgCl_2 и NaCl в неизвестном растворе. Расчеты приведите в листе ответов.

Задача 2

Получение водорода из аддукта аммиака и борана

Хранение водорода – важная задача для водородной энергетики. Один из перспективных материалов для этой цели – аддукт аммиака и борана ($\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$). Это вещество отличается высоким содержанием водорода и устойчивостью в условиях работы водородного топливного элемента. При гидролизе аддукта выделяется водород по реакции 1:

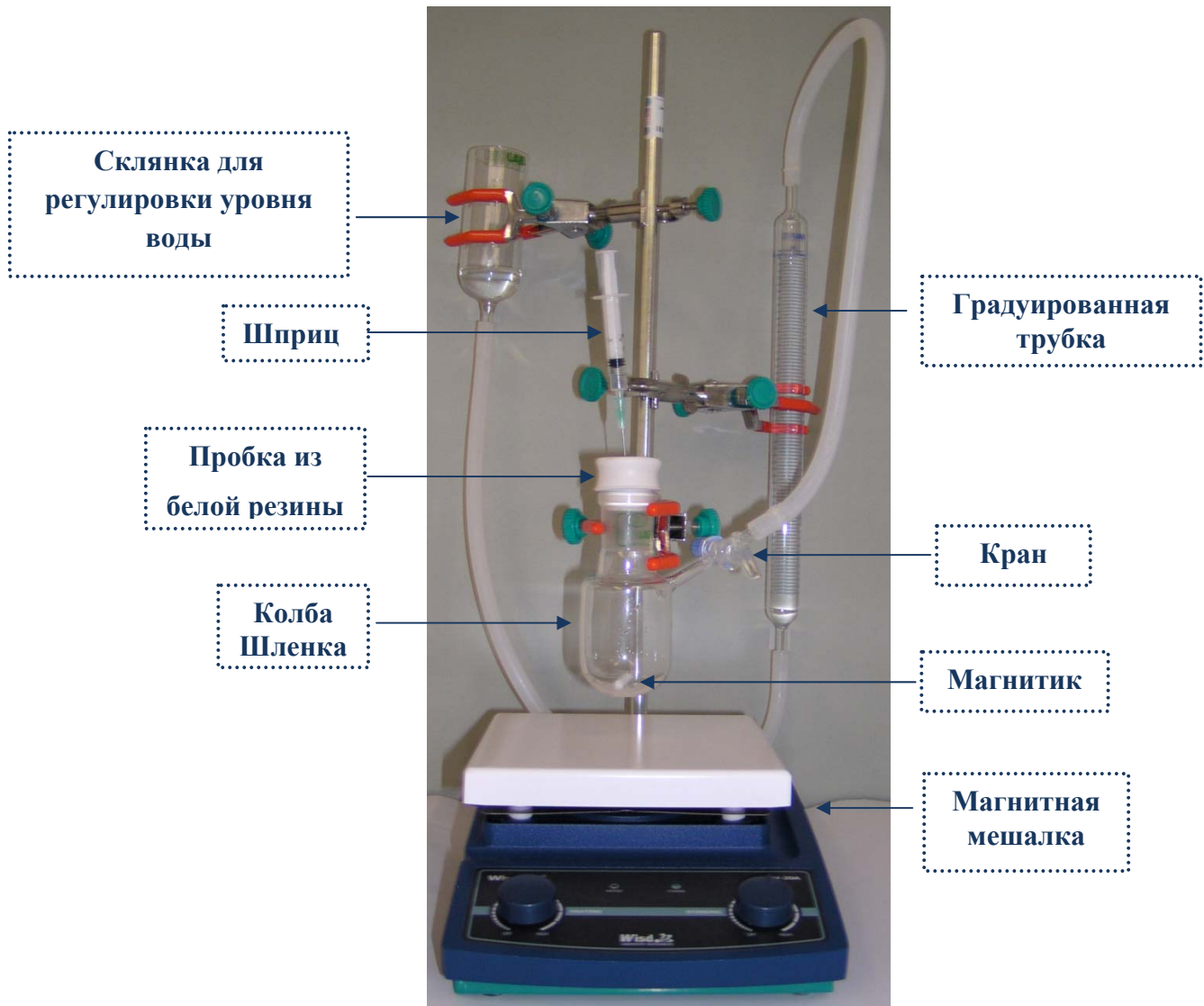


Аддукт $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ в водном растворе устойчив, а его заметный гидролиз происходит только в присутствии соответствующего катализатора. Высокоактивным катализатором этой реакции являются нанокластеры палладия(0), стабилизированные водорастворимым полимером. Нанокластеры получают в ходе реакции (*in situ*) путем восстановления тетрахлолопалладата(II) калия самим аддуктом $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ в присутствии сополимера 4-стиролсульфоновой и малеиновой кислот.

В этой задаче каталитический гидролиз $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ в растворе проводится в присутствии тетрахлолопалладата(II) калия и сополимера 4-стиролсульфоновой и малеиновой кислот. Тетрахлолопалладат(II) калия служит прекурсором, при восстановлении которого образуются нанокластеры палладия(0). Сополимер необходим для их стабилизации. Полученные нанокластеры служат катализатором гидролиза $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$.

I. Подготовка прибора для эксперимента

1. Собранный прибор изображен на рисунке. Убедитесь, что ваш прибор собран правильно: закреплен на штативе, трубка для измерения объема соединена шлангом с колбой Шленка и в колбе есть магнитик для перемешивания.
2. Убедитесь, что колба Шленка не закрыта пробкой, а кран в отводе колбы открыт.
3. Изменяя положение склянки по высоте, установите уровень воды в градуированной трубке на ноль и в ходе работы не меняйте положения склянки.
4. Закройте кран в отводе колбы Шленка.



Прибор

II. Гидролиз аддукта аммиака и борана

A. Без катализатора

1. Перелейте через стеклянную воронку весь раствор $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ (**Solution-A**) из стеклянного пузырька в колбу Шленка.
2. Перелейте через стеклянную воронку весь раствор сополимера (**Solution-B**) из стеклянного пузырька в колбу Шленка.
3. Плотнo закройте колбу Шленка пробкой из белой резины и заверните ее края вокруг горла колбы, установите магнитную мешалку на 600 об/мин (rpm, обозначено на приборе) и откройте кран, соединяющий колбу Шленка с мерной трубкой. В лист ответов запишите

Фамилия:

Место:

Код участника:

начальное значение уровня воды в градуированной трубке как объем газа в момент времени 0. Начните отсчет времени, включив секундомер.

- Каждую минуту измеряйте объем газа в градуированной трубке и записывайте его значение в лист ответов. Продолжайте измерения в течение 10 минут, после чего выключите секундомер.

Б. В присутствии катализатора

- Запишите текущее значение объема газа в градуированной трубке в лист ответов в качестве начального. Наберите в шприц весь раствор тетрахлолопалладата(II) калия (**Solution-C**). Не останавливая перемешивания, вколите шприц в пробку из белой резины и выдавите все его содержимое в колбу Шленка и сразу включите секундомер. Не вынимайте шприц из пробки в течение всего эксперимента.
- Каждую минуту измеряйте общий объем газа в мерной трубке и записывайте его значение в лист ответов. Продолжайте измерения в течение 10 минут, после чего выключите секундомер.

Обработка результатов эксперимента

А. Гидролиз аддукта аммиака и борана без катализатора

- Постройте зависимость общего объема газа от времени на графике 1.
- Запишите значение общего объема газа, выделившегося в ходе реакции, в поле $V_{\text{некат}}$.

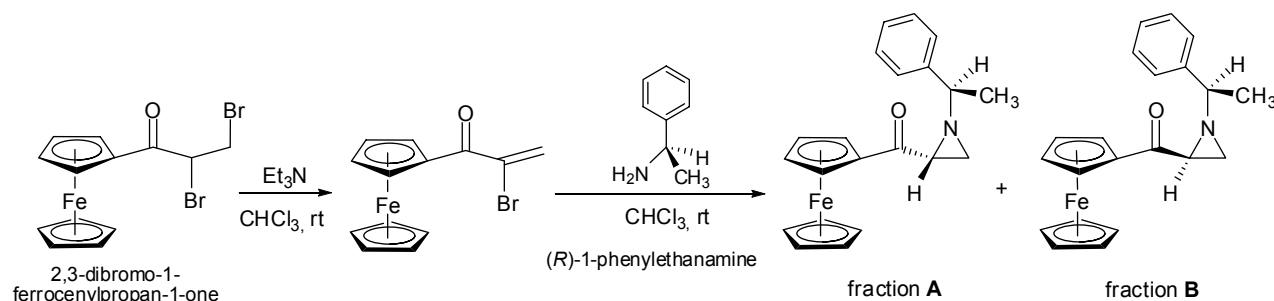
Б. Каталитический гидролиз аддукта аммиака и борана

- Постройте зависимость общего объема газа от времени на графике 2.
- Рассчитайте максимальное число молей и максимальный объем (мл) водорода, который может быть получен теоретически из 29,5 мг $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$, содержащего 97 % основного вещества (по массе), при 25 °C и давлении 690 Торр.
- Рассчитайте скорость выделения водорода в вашем эксперименте:
 - в мл H_2 / мин.
 - в ммоль H_2 / мин при температуре 25 °C и давлении 690 Торр.
- Рассчитайте скорость выделения водорода в расчете на 1 моль палладия (в $\frac{\text{моль H}_2}{\text{моль Pd}\cdot\text{мин}}$) в вашем эксперименте. Примите, что препарат тетрахлолопалладата(II) калия содержит 98% основного вещества (по массе).

Задача 3

Синтез, очистка и разделение смеси диастереомеров

Многие соединения, включая углеводы, аминокислоты и стероиды, встречаются в природе в виде единственного энантиомера или диастереомера. Некоторые из них обладают биологической активностью, и потому асимметрический синтез органических соединений весьма актуален. В одном из методов асимметрического синтеза используется металлоорганический катализатор, в составе которого один из лигандов – хиральная молекула. В данной задаче вам предстоит синтезировать два хиральных лиганда по схеме:



A. Синтез

1. В круглодонную колбу объемом 10 мл (маркирована **Rxn RB**), уже содержащую 0,50 ммоль 2,3-дибромо-1-ферроценилпропанона-1, через пробку из белой резины с помощью шприца на 10 мл перенесите весь раствор триэтиламина (содержимое сосуда **V1**).
2. Установите скорость магнитной мешалки на уровне 600 об/мин (rpm, обозначено на приборе). Перемешивайте содержимое реакционной смеси в течение 30 мин при комнатной температуре.
3. По истечении 30 мин с помощью того же шприца через пробку из белой резины введите в реакционный сосуд раствор (*R*)-1-фенилэтиламина (содержимое сосуда **V2**).
4. Перемешивайте содержимое реакционной смеси в течение еще 60 мин при комнатной температуре.
5. По истечении 60 минут отключите мешалку и выполните тонкослойную хроматографию по следующей схеме:
 - i) Проверьте выданные вам ТСХ-пластинки. Поврежденные могут быть заменены по требованию без штрафа.
 - ii) Нанесите карандашом в нижней части пластинки линию старта (рисунок 2.1).
 - iii) Вещества наносятся в три точки на линии старта пластинки. Для каждого образца используйте отдельный капилляр. Исходный материал из сосуда, обозначенного **SM**, нанесите двукратным касанием капилляра в левую точку и аналогично в центральную точку на линии старта. На ту же пластинку нанесите содержимое реакционной смеси

Фамилия:

Место:

Код участника:

(RM), взятое из колбы, однократным касанием капилляра правой точки и затем центральной (рисунок 2.1).

iv) Проведите хроматографирование пластинки ТСХ в камере (рисунок 2.2) с использованием элюента. По окончании хроматографирования отметьте карандашом линию фронта растворителя.

v) Высушенную ТСХ-пластинку поместите в пакетик, обозначенный TLC1.

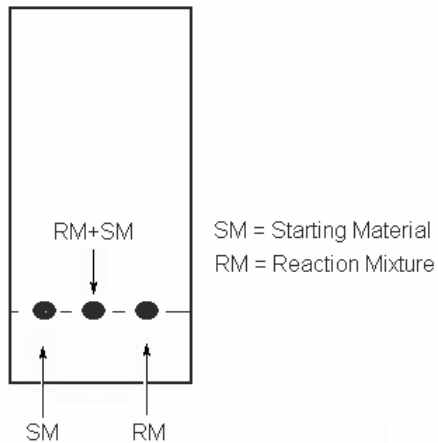


Рисунок 2.1. Пластика ТСХ

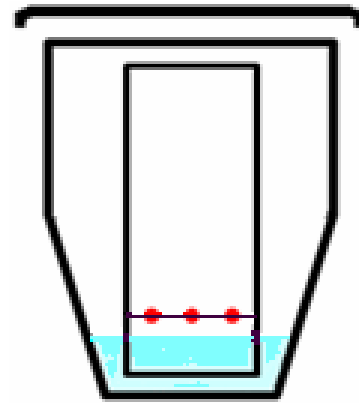


Рисунок 2.2 Хроматографирование пластинки в камере.

В. Колоночная хроматография

1. Снимите пробку с колонки для хроматографии, и, открыв кран, доведите уровень элюента в колонке до верхней границы силикагеля.
2. Закройте кран. С помощью пипетки Пастера аккуратно перенесите содержимое реакционной смеси в верхнюю часть колонки (рисунок 2.3).

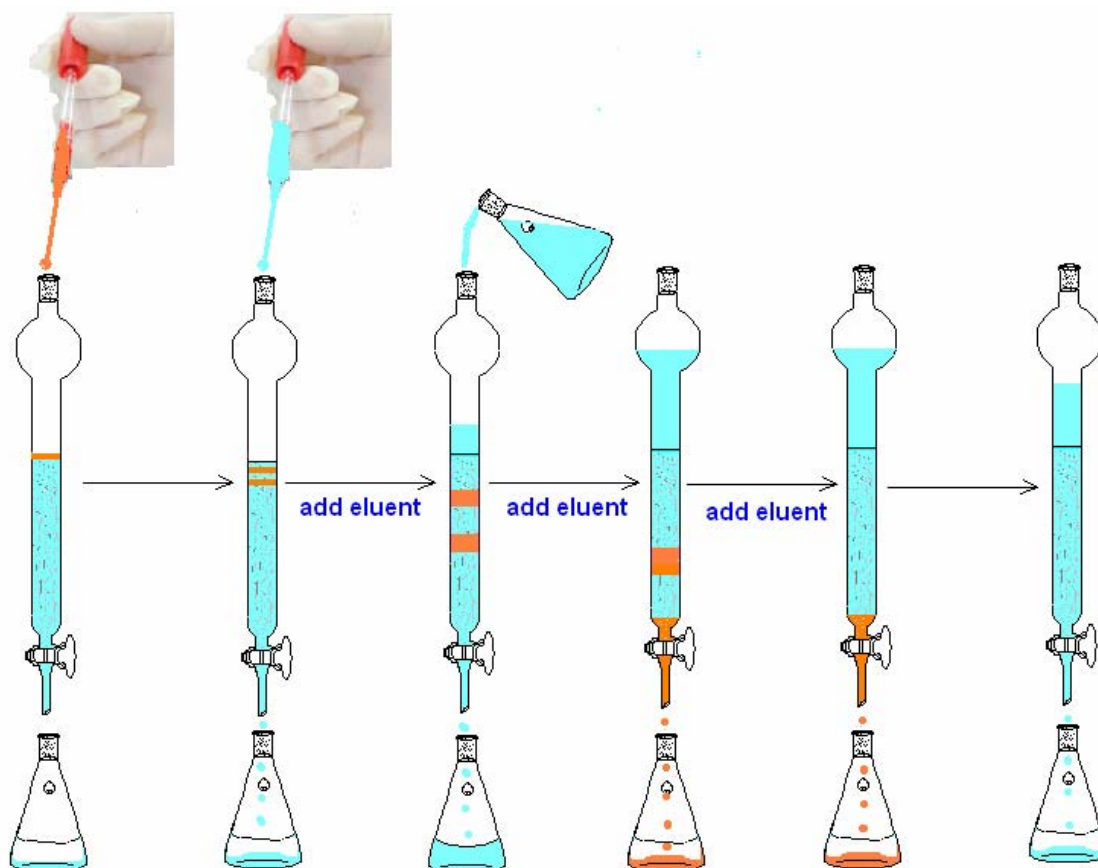


Рисунок 2.3. Осуществление колоночной хроматографии

3. Используя новый шприц, ополосните реакционный сосуд 0,5 мл элюента (из бутылки с надписью **ELUENT**). Перенесите полученную смесь в верхнюю часть колонки той же пипеткой Пастера, которую вы использовали в п. 2.
4. Откройте кран так, чтобы уровень жидкости вновь опустился до верхней границы силикагеля.
5. Закройте кран и добавьте 1,0 мл элюента пипеткой Пастера. Откройте кран. Когда уровень элюента опустится до верхней границы силикагеля, медленно добавьте примерно 2-3 мл элюента, не закрывая кран.
6. Продолжайте хроматографирование, добавляя новые порции элюента. **ВНИМАНИЕ: Добавляйте элюент аккуратно, не допуская взмучивания силикагеля.**
7. Для ускорения процесса разделения необходимо периодически прикладывать небольшое давление с помощью красной резиновой груши с трубкой, присоединяемой к верхней части колонки переходником со шлифом. **ВНИМАНИЕ: Не создавайте слишком большого давления и не делайте это резко, чтобы не повредить колонку и не взмутить силикагель. Следите, чтобы уровень элюента не опускался ниже верхней границы силикагеля.**
8. В результате опыта вы получите две основные фракции – **A** и **B**. Весь элюент, вышедший из колонки до фракции **A** и между фракциями **A** и **B**, вылейте в канистру, обозначенную **Organic Waste**.
9. Собирайте первую основную фракцию в коническую колбу (Эрленмейера) на 100 мл. Подпишите ее маркером «**fraction A**».

Фамилия:

Место:

Код участника:

10. Собирайте вторую основную фракцию в коническую колбу (Эрленмейера) на 250 мл. Подпишите ее маркером «**fraction B**».
11. После завершения сбора фракции **B** остановите элюирование, закрыв кран.

С. Анализ

1. Проведите еще один ТСХ-анализ. Для этого на вторую пластинку нанесите исходный материал (**SM**) двукратным касанием в левую точку на линии старта, фракцию **A** двукратным касанием в центральную точку на линии старта и фракцию **B** пятикратным касанием в правую точку на линии старта. Для каждого образца используйте отдельный капилляр. Проведите хроматографирование по процедуре, аналогичной описанной выше. Высушите пластинку и после обработки результатов поместите ее в пакетик, обозначенный **TLC2**.
2. С помощью мерного цилиндра на 50 мл измерьте объем полученной фракции **A**. Результат измерения запишите в лист ответов.
3. С помощью мерного цилиндра на 250 мл измерьте объем полученной фракции **B**. Результат измерения запишите в лист ответов.
4. С помощью мерной пипетки на 2 мл отберите 2,0 мл фракции **A** в мерную колбу на 10 мл и доведите до метки элюентом. Перемешайте содержимое колбы. Заполните (не менее $\frac{3}{4}$ ее объема) кювету для фотометрии приготовленным раствором, используя для этого пипетку Пастера. Попросите инструктора измерить поглощение раствора при длине волны 450 нм и запишите результат измерения в лист ответов.
5. Фракция **B** не нуждается в разбавлении для фотометрирования. Заполните (не менее $\frac{3}{4}$ ее объема) вторую кювету для фотометрии фракцией **B**, используя для этого новую пипетку Пастера. Попросите инструктора измерить поглощение раствора при длине волны 450 нм и запишите результат измерения в лист ответов.

Обработка результатов эксперимента

1. Изобразите в листе ответов (схематически с указанием всех линий и пятен) вид пластинки TLC1.
2. Изобразите в листе ответов (схематически с указанием всех линий и пятен) вид пластинки TLC2.
3. Для пластинки TLC2 рассчитайте значения R_f имеющихся веществ (фракция **A**, фракция **B**, исходное вещество **SM**) и запишите их в лист ответов.
4. Учитывая, что молярный коэффициент светопоглощения при 450 нм (ϵ) вещества **A** равен $404 \text{ л}\cdot\text{моль}^{-1}\cdot\text{см}^{-1}$, а вещества **B** равен $400 \text{ л}\cdot\text{моль}^{-1}\cdot\text{см}^{-1}$, рассчитайте:
 - i) практический выход (%) изомера фракции **A** относительно исходного вещества.
 - ii) практический выход (%) изомера фракции **B** относительно исходного вещества.