



**43 Международная
Олимпиада школьников
по химии**

Экспериментальный тур

**12 июля 2011
Анкара, Турция**

Инструкции

- Задания практического тура включают **9** страниц, а Листы ответов **8** страниц.
- До начала эксперимента у Вас есть 15 мин, чтобы прочитать задания.
- Время 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 (START)**. Вы обязаны прекратить работу, как только услышите команду **СТОП (STOP)**. 5-минутная задержка в исполнении этой команды приведет к дисквалификации. Оставайтесь на своем рабочем месте после того, как услышите команду **СТОП (STOP)**. К Вам подойдет преподаватель 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 и номер (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, преподаватель сделает Вам только **ОДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**. В случае повторного нарушения Вы будете удалены из лаборатории и получите нулевую оценку за весь практический тур.
- Обратитесь к преподавателю, если у Вас возникли вопросы по технике безопасности или 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 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 **контейнер “Aqueous Waste”**.
- Сливайте отходы, образовавшиеся в задаче 3, в **контейнер “Organic Waste”**.
- **Замена** реактивов или разбитой посуды не повлечет штрафа только при первом обращении. Любая последующая замена повлечет штраф (потерю **1 полного балла** из 40 за практический тур).
- Вы можете попросить официальную английскую версию заданий и Листов ответов для прояснения непонятных моментов.

Фамилия:

Шифр:

Оборудование

На рабочем месте	Общего пользования
Промывалка на 500 мл с 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
Металлический пинцет	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

Пипетконабиратель ISOLAB с клапаном (1 шт.)

Задача 2

На столе

Прибор	Градуированная трубка (деления указывают объем в мл)
	Колба Шленка на 50 мл с краном, резиновой пробкой белого цвета 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 преподавателю, 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

Стеклокамера 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.) и груша

Пинцет (1 шт.)

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 AgNO₃ 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) (NH₃/NH₄Cl) , 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) H ₃ N·BH ₃ , 29.5 мг в 10 мл H ₂ O	5	15
	Раствор В (Solution-B) сополимер 4-стиролсульфоновой и малеиновой кислот, 137.7 мг в 9 мл H ₂ O	26	26 36
	Раствор С (Solution-C) тетрахлооропалладат (II) калия, K ₂ [PdCl ₄], 6.7 мг в 1 мл H ₂ O	36/38	26 37/39
Задача 3	Реактив Rxn RB 0.50 ммоль 2,3-дибром-1-ферроценилпропанона-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 (<i>R</i>)-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 образец сравнения – исходный 2,3-дибром-1-ферроценилпропанон-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:

Шифр:

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-Бэра

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

$$1 \text{ атм} = 760 \text{ Торр} = 1.01325 \cdot 10^5 \text{ Па}$$

Периодическая таблица элементов с относительными атомными массами

1																				18											
1 H 1.008																					2 He 4.003										
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											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 хлориды магния и натрия ($MgCl_2$ и $NaCl$), можно определить титриметрическим методом: сначала осадительным титрованием определяют общее содержание хлорид-ионов в растворе, а затем комплексометрически определяют содержание ионов магния.

Содержание хлорид-ионов в растворе определяют осадительным титрованием по методу Фаянса. Этот метод основан на осаждении хлорида серебра в исследуемой пробе стандартным раствором нитрата серебра. 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 из-за электростатического отталкивания. После точки эквивалентности частицы хлорида серебра адсорбируют катионы Ag^+ и приобретают положительный заряд, что приводит к адсорбции анионов индикатора на их поверхности и появлению розовато-красного окрашивания. Для предотвращения коагуляции и осаждения частиц хлорида серебра в раствор при титровании добавляют декстрин.

Содержание 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. В качестве индикатора в комплексометрии используется эриохром черный Т (**EBT**). При $pH > 7.00$ в отсутствие катионов металлов в растворе EBT окрашен в синий цвет, а при координации с катионами металлов становится красным.

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 как «**unknown solution**». Вам необходимо определить концентрацию $MgCl_2$ и $NaCl$ в этом растворе (в г/100 мл).

А. Определение общего количества хлорид-ионов методом Фаянса

1. Используя мерную пипетку на 10 мл, перенесите аликвоту 10.0 мл из пузырька, подписанного «**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 перемешайте.
3. Добавьте 5 капель раствора индикатора дихлорофлуоресцеина (**dichlorofluorescein**).
4. Запишите в Лист ответов точную концентрацию стандартного раствора AgNO_3 .
5. Заполните одну из бюреток стандартным раствором AgNO_3 .
6. Оттитруйте исследуемый раствор до перехода окраски всего содержимого колбы в розовато-красный цвет.
7. 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.
8. Запишите объем (в мл) использованного раствора AgNO_3 в Лист ответов.

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

1. Заполните вторую бюретку стандартным раствором EDTA.
2. Запишите в Лист ответов точную концентрацию стандартного раствора EDTA.
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 ЕВТ.
6. Оттитруйте этот раствор стандартным раствором EDTA до перехода окраски от красной к синей.
7. Используйте ту же колбу Эрленмейера для повторного титрования. Перед повторным титрованием содержимое колбы выливайте в канистру с надписью **Aqueous Waste** и два раза промывайте колбу дистиллированной водой.
8. Запишите объем (в мл) использованного раствора EDTA в Лист ответов.

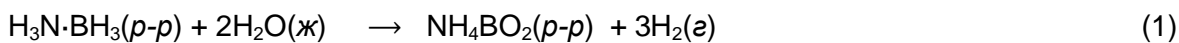
Обработка данных

1. Рассчитайте количество ионов Cl^- (в миллимолях) в 100 мл неизвестного раствора. Расчеты приведите в Листе ответов.
2. Рассчитайте количество ионов Mg^{2+} (в миллимолях) 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 соединения 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:

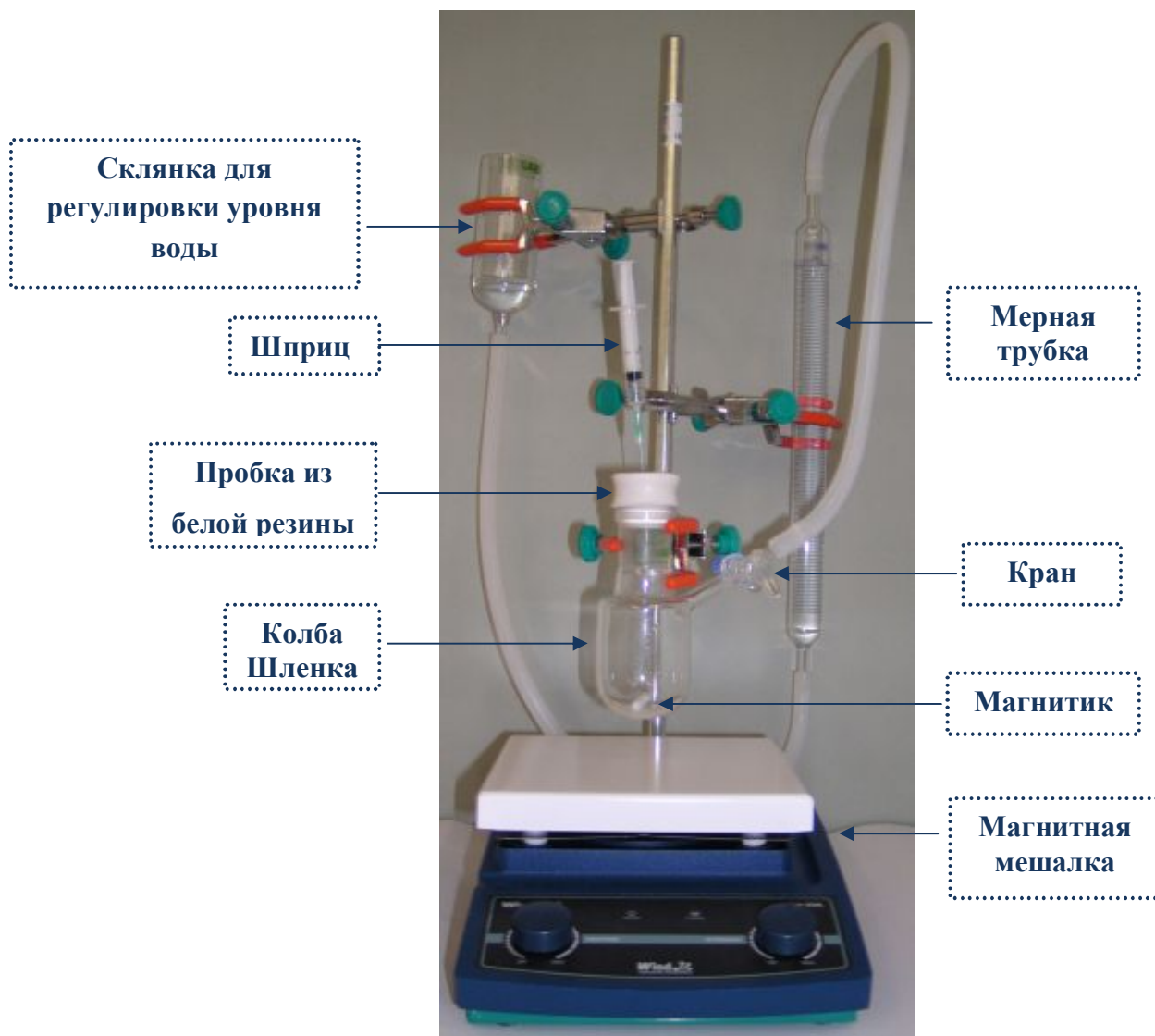


Водный раствор $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ весьма устойчив, а его заметный гидролиз происходит только в присутствии соответствующего катализатора. Высокоактивным катализатором этой реакции являются нанокластеры палладия(0), стабилизированные водорастворимым полимером. Нанокластеры получают непосредственно в ходе реакции (*in situ*) путем восстановления тетрахлоропалладата(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 тетрахлоропалладата(II) калия и сополимера 4-стиролсульфоновой и малеиновой кислот. Тетрахлоропалладат(II) калия служит прекурсором, при восстановлении которого образуются нанокластеры палладия(0). Соплимер 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. Подберите положение склянки для регулировки уровня так, чтобы уровень воды в мерной трубке был установлен на ноль, и в ходе работы не меняйте это положение.
4. Закройте кран в отводе колбы Шленка.



Прибор

II. Гидролиз аддукта аммиака и борана

A. В отсутствие катализатора

1. Перелейте через воронку весь раствор $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ (**Solution-A**) из стеклянного пузырька в колбу Шленка.
2. Перелейте через воронку весь раствор сополимера (**Solution-B**) из стеклянного пузырька в колбу Шленка.
3. Плотно 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 таблицу в Листе ответов

запишите начальное значение объема газа в мерной трубке. Начните отсчет времени, включив секундомер.

4. Каждую минуту измеряйте объем газа в мерной трубке и записывайте результат в таблицу в Листе ответов. Продолжайте измерения в течение 10 минут, после чего выключите секундомер.

Б. В присутствии катализатора

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

Обработка результатов эксперимента

А. Гидролиз аддукта аммиака и борана без катализатора

1. По данным таблицы постройте зависимость объема газа от времени на Графике 1.
2. Запишите значение общего объема газа, выделившегося в результате реакции, в поле $V_{\text{некат}}$.

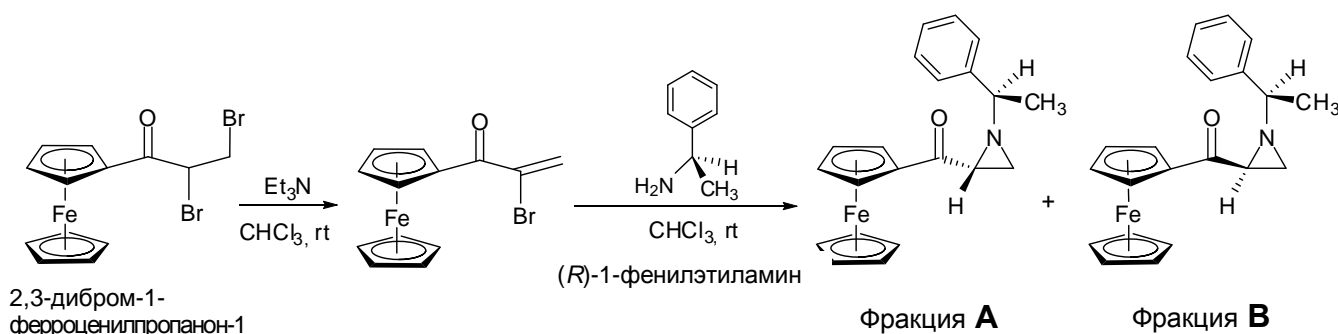
Б. Каталитический гидролиз аддукта аммиака и борана

1. По данным таблицы постройте зависимость объема газа от времени на Графике 2.
2. Рассчитайте максимальное число молей и максимальный объем (мл) газа, 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.
3. Рассчитайте скорость выделения водорода в Вашем эксперименте:
 - i) в мл H_2 / мин.
 - ii) в ммоль H_2 / мин при температуре 25 °C и давлении 690 Торр.
4. Рассчитайте скорость выделения водорода в расчете на моль палладия в Вашем эксперименте (в моль $\text{H}_2\cdot(\text{моль Pd})^{-1}\cdot\text{мин}^{-1}$). Примите, что чистота тетрахлолопалладата(II) калия равна 98 % (по массе).

Задача 3

Синтез, очистка и разделение смеси диастереомеров

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:

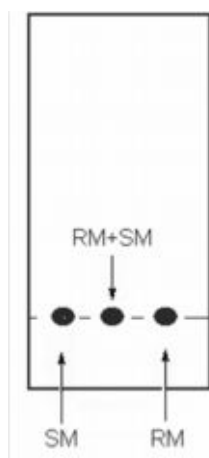


А. Синтез

(rt – комн. т-ра)

1. В круглодонную колбу объемом 10 мл (маркирована **Rxn RB**), уже содержащую 0.50 ммоль 2,3-дибром-1-ферроценилпропанона-1, через пробку из белой резины с помощью шприца перенесите весь раствор триэтиламина (содержимое сосуда **V1**).
2. Установите скорость магнитной мешалки 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 мин 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 3.1).
 - iii) Вещества наносятся в три точки на линии старта пластинки. Для каждого образца используйте отдельный капилляр. Образец сравнения 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 (**RM**), взятое из колбы, однократным касанием капилляра сначала правой точки и затем центральной (рисунок 2.1).

- iv) Проведите тонкослойную хроматографию пластинки в камере (рисунок 3.2) с использованием элюента. По окончании отметьте карандашом линию фронта растворителя.
- v) Высушенную ТСХ-пластинку поместите в пакетик, обозначенный TLC1.



SM – образец сравнения
RM – реакционная смесь

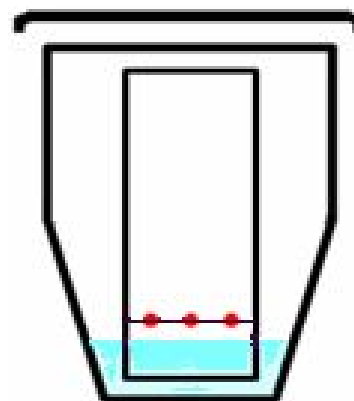


Рисунок 3.2 Хроматографирование пластинки в камере.

Рисунок 3.1. Пластика ТСХ

В. Колоночная хроматография

1. Снимите пробку с колонки для хроматографии, и, открыв кран, опустите уровень элюента в колонке до верхней границы силикагеля.
2. Закройте кран. С помощью пипетки Пастера аккуратно перенесите все содержимое реакционной смеси в верхнюю часть колонки (рисунок 3.3).

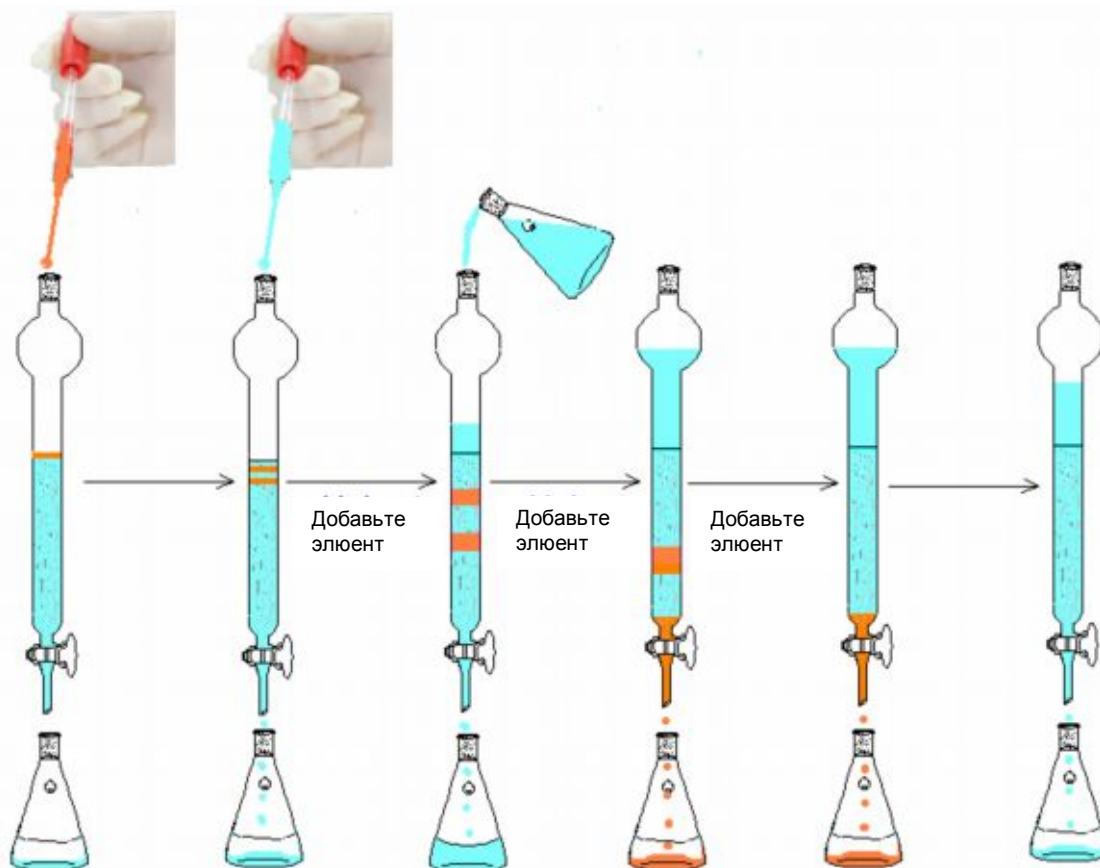


Рисунок 3.3. Проведение колоночной хроматографии

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.
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 около 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 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**».

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 образец сравнения (SM) двукратным касанием в левую точку, фракцию A двукратным касанием в центральную точку и фракцию B пятикратным касанием в правую точку на линии старта. Для каждого образца используйте отдельный капилляр. Проведите хроматографирование по процедуре, аналогичной описанной выше в п. А. 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. С помощью пипетки Пастера заполните кювету для фотометрии приготовленным раствором (не менее $\frac{3}{4}$ объема кюветы). Попросите инструктора измерить оптическую плотность (absorbance) раствора при длине волны 450 нм и запишите результат измерения в Лист ответов.
5. Фракция B не нуждается в разведении для фотометрирования. С помощью новой пипетки Пастера заполните кювету для фотометрии фракцией B (не менее $\frac{3}{4}$ объема кюветы). Попросите инструктора измерить оптическую плотность (absorbance) раствора при длине волны 450 нм и запишите результат измерения в Лист ответов.

Обработка результатов эксперимента

1. Аккуратно зарисуйте вид пластинки TLC1 в Листе ответов.
2. Аккуратно зарисуйте вид пластинки TLC2 в Листе ответов.
3. Для пластинки TLC2 рассчитайте значения R_f имеющихся веществ (фракция A, фракция B, образец сравнения SM) и запишите их в Лист ответов.
4. Учитывая, что молярный коэффициент экстинкции (ϵ) вещества A при 450 нм 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 A относительно исходного вещества.
 - ii) практический выход (%) изомера B относительно исходного вещества.