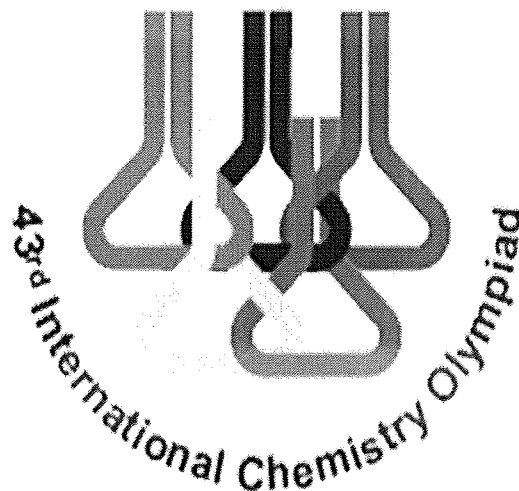


2011 Ankara, TURKEY



**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**. Спланируйте порядок выполнения заданий с учетом того, что в **задаче 3** есть периоды ожидания длительностью 30 и 60 мин, а в **задачах 2 и 3** используется одна и та же магнитная мешалка и они не могут выполняться одновременно.
- Начинайте работу только после того, как будет дана команда **СТАРТ**. Вы обязаны 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 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 полиэтиленовых 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/пипетконабирателя**. 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.
- Не стесняйтесь обращаться к инструктору, если у Вас возникли вопросы по технике безопасности, для измерений на фотометре или Вам нужно выйти из лаборатории.
- Работайте только в пределах предоставленного Вам рабочего места.
- Используйте только выданный калькулятор.
- Заполняйте Листы ответов только выданной Вам ручкой. Не пишите ничего в Листах ответов карандашом.
- 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, если это необходимо.
- Сливайте отходы, образовавшиеся в задаче 1, в канистру **“Aqueous Waste”**.
- Сливайте отходы, образовавшиеся в задаче 3, в канистру **“Organic Waste”**.
- Вы можете обратиться для восполнения реактива или замены посуды **только один раз** без штрафа. Любая последующая замена повлечет штраф (потерю 1 балла из 40).
- 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	Резиновые 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 для заполнения бюретки (2 шт)

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

#### В коробке в ящике стола

Колбы Эрленмейера (2 шт) на 250 мл

Пипетконабиратель резиновый красный ISOLAB с клапанами (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 стеклянная (1 шт)

Секундомер (1 шт) – обратитесь к преподавателю, если возникнут вопросы, как с ним работать

Шприц на 2 мл (1 шт)

### Задача 3

#### На столе

Пипетка (1 шт), 2 мл

Мерный цилиндр (1 шт) на 250 мл

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

#### В коробке в ящике стола

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

Стеклянная камера для ТСХ (1 шт) с крышкой

Капилляры (6 шт)

Колбы Эрленмейера: 3 штуки объемом 100 мл, 1 штука объемом 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  $l = 1,0$  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 резиновая для их заполнения (1 шт)

Пинцет металлический (1 шт)

Фамилия:

Шифр:

## РЕАКТИВЫ

		R коды	S коды
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 $\text{AgNO}_3$ 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

\*Точное значение концентрации приведено на этикетке сосуда

Задача 2	Раствор А (Solution-A) $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ , 29,5 мг в 10 мл $\text{H}_2\text{O}$	5	15
	Раствор В (Solution-B) сополимер 4-стиролсульфоновой и малеиновой кислот, 137,7 мг в 9 мл $\text{H}_2\text{O}$	26	26 36
	Раствор С (Solution-C) тетрахлооропалладат (II) калия, $\text{K}_2[\text{PdCl}_4]$ , 6,7 мг в 1 мл $\text{H}_2\text{O}$	36/38	26 37/39

Задача 3	Реактив Rxn RB 0,50 ммоль 2,3-дибромо-1 ферроценилпропанона-1 с магнитиком для перемешивания		
	Реактив V1 1,0 ммоль триэтиламина в 1,0 мл $\text{CHCl}_3$	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 $\text{CHCl}_3$	11 20 21 22 34 35 38 40 48	6 26 28 29 36 37 39 45
	SM(starting material) образец исходного 2,3-дибромо-1-ферроценилпропанона-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

## R- и S- коды безопасности

- 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

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

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

**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	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 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 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 поверхность 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 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 в растворе EBT окрашен в синий цвет, а при координации с ионами металлов – в красный.

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 хлорид-ионов методом Фаянса

Фамилия:

Шифр:

1. Используя мерную пипетку на 10 мл, перенесите аликвоту 10,0 мл из сосуда, обозначенного как «**unknown solution**», в колбу Эрленмеера на 250 мл. Разбавьте аликвоту дистиллированной водой до приблизительного объема 100 мл и перемешайте.
2. Возьмите одну пробирку Эппендорфа из пакетика с надписью «**dextrin**», высыпьте все ее содержимое в колбу Эрленмеера и тщательно размешайте.
3. Добавьте 5 капель раствора индикатора дихлорофлуоресцеина (**dichlorofluorescein**).
4. Запишите в лист ответов точную концентрацию стандартного раствора  $\text{AgNO}_3$ .
5. Заполните одну из бюреток стандартным раствором  $\text{AgNO}_3$ .
6. Оттитруйте исследуемый раствор до перехода окраски всего содержимого колбы в розовато-красный цвет.
7. Для выполнения параллельных титрований используйте ту же колбу Эрленмеера. Перед каждым титрованием содержимое колбы выливайте в канистру с надписью «**Aqueous Waste**» и дважды ополаскивайте колбу дистиллированной водой.
8. Запишите принятый Вами для расчетов объем (в мл) раствора  $\text{AgNO}_3$  в лист ответов.

#### **В. Определение ионов $\text{Mg}^{2+}$ 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 **EBT**.
6. Оттитруйте этот раствор стандартным раствором EDTA до перехода окраски от красной к синей.
7. Для выполнения параллельных титрований используйте ту же колбу Эрленмеера. Перед каждым титрованием содержимое колбы выливайте в канистру с надписью «**Aqueous Waste**» и дважды ополаскивайте колбу дистиллированной водой.
8. Запишите принятый Вами для расчетов объем (в мл) раствора EDTA в лист ответов.

#### **Обработка данных**

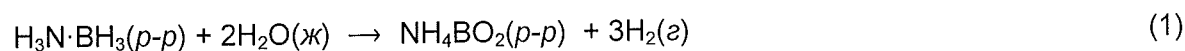
1. Рассчитайте, сколько хлорид-ионов  $\text{Cl}^-$  (в миллимолях) содержалось в 100 мл неизвестного раствора («**unknown solution**»). Расчеты приведите в листе ответов.
2. Рассчитайте, сколько ионов  $\text{Mg}^{2+}$  (в миллимолях) содержалось в 100 мл неизвестного раствора («**unknown solution**»). Расчеты приведите в листе ответов.
3. Рассчитайте концентрацию (в г/100 мл)  $\text{MgCl}_2$  и  $\text{NaCl}$  в неизвестном растворе («**unknown solution**»). 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:

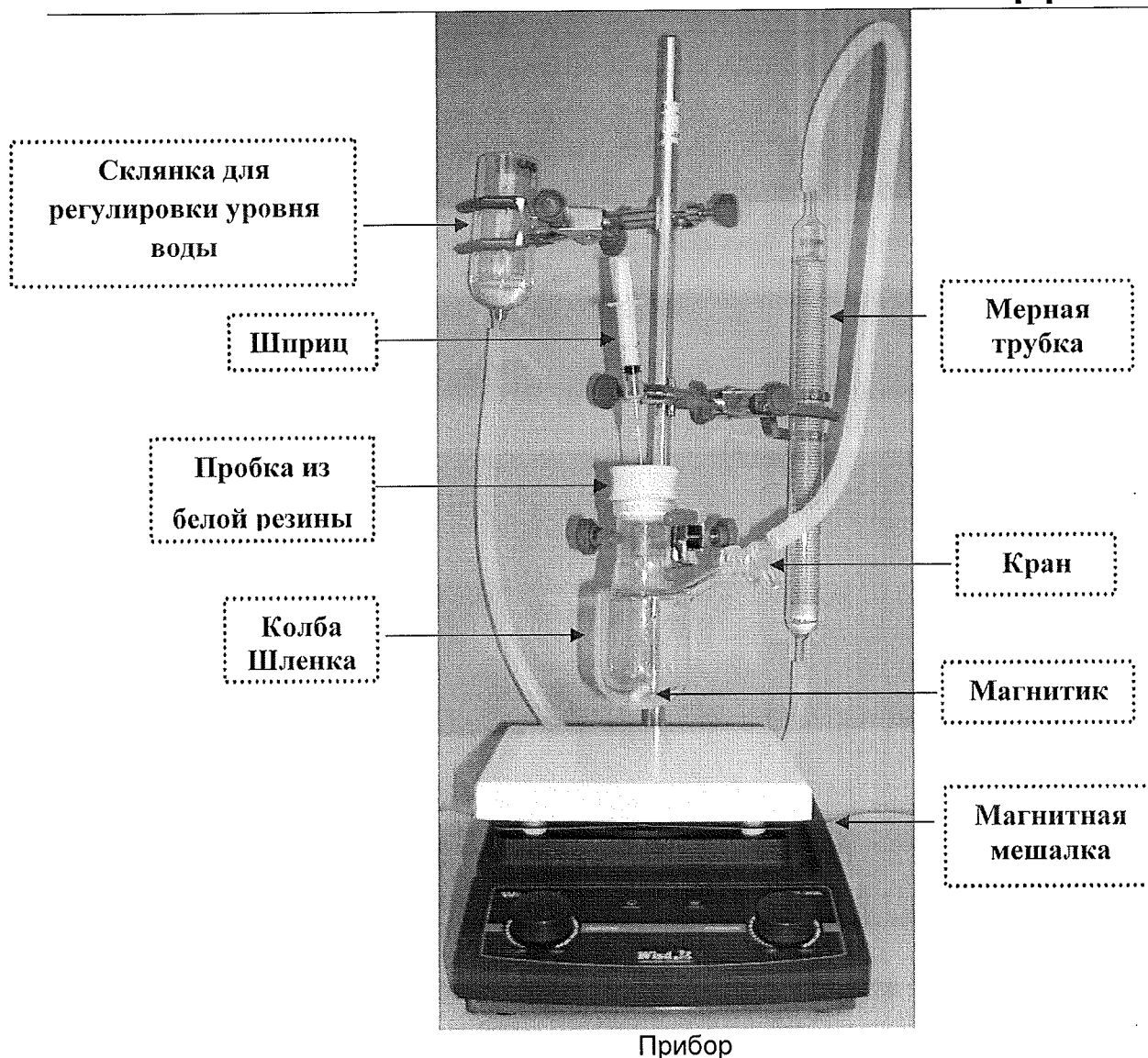


Водный раствор  $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$  весьма устойчив, а его заметный гидролиз происходит только в присутствии подходящего катализатора. Высокоактивным катализатором этой реакции являются нанокластеры палладия(0), стабилизированные водорастворимым полимером. Нанокластеры получают в реакционной смеси (*in situ*) путем восстановления тетрахлооропалладата(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 тетрахлооропалладата(II) калия и сополимера 4-стиролсульфоновой и малеиновой кислот. Тетрахлооропалладат(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 по высоте положение склянки для регулировки уровня так, чтобы уровень воды в мерной трубке был установлен на ноль, и в ходе работы не меняйте положения склянки.
4. Закройте кран в боковом отводе колбы Шленка.



Прибор

## II. Гидролиз аддукта аммиака и борана

### A. В отсутствие катализатора

1. С помощью стеклянной воронки перенесите весь раствор  $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$  (**Solution-A**) из стеклянного пузырька в колбу Шленка.
2. С помощью стеклянной воронки перенесите 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 лист ответов запишите начальное значение объема газа в мерной трубке. Начните отсчет времени, включив секундомер.

4. Каждую минуту снимайте текущее показание объема газа в мерной трубке и записывайте его значение в лист ответов. Продолжайте измерения в течение 10 минут, после чего выключите секундомер.

### Б. В присутствии катализатора

1. Наберите в шприц весь раствор тетрахлооропалладата(II) калия (**Solution-C**). Не останавливая перемешивания, вколите шприц в пробку из белой резины, быстро выдавите все его содержимое в колбу Шленка и сразу включите секундомер, снимите текущее показание объема газа в мерной трубке (запишите его в лист ответов в качестве начального). **Не вынимайте** шприц из пробки в течение всего эксперимента.
2. Каждую минуту снимайте текущее показание объема 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

1. Постройте зависимость объема газа от времени на графике 1 по данным таблицы.
2. Запишите значение объема газа, выделившегося в результате реакции, в поле  $V_{\text{некат}}$ .

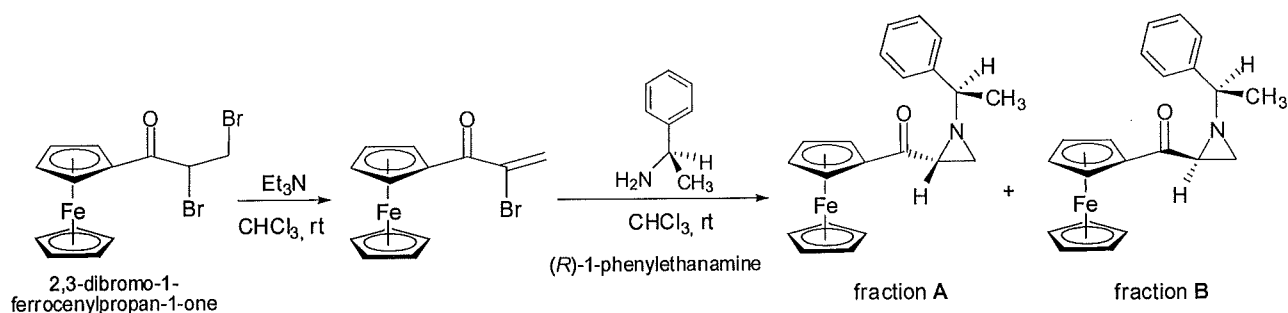
#### Б. Каталитический гидролиз аддукта аммиака и борана

1. Постройте зависимость объема газа от времени на графике 2 по данным таблицы.
2. Рассчитайте максимальное число молей и максимальный объем (мл) газа, приведенный к 25 °С и давлению 690 Торр, который может быть получен теоретически из 29,5 мг  $\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$ , содержащего 97 % основного вещества (по массе).
3. Рассчитайте скорость выделения водорода в Вашем эксперименте:
  - i) в (мл  $\text{H}_2$ )/мин.
  - ii) в (ммоль  $\text{H}_2$ )/мин при температуре 25 °С и давлении 690 Торр.
4. Рассчитайте скорость (в (моль  $\text{H}_2$ )/(мин·(моль Pd))) выделения водорода в расчете на моль палладия в Вашем эксперименте. Учтите, что массовая доля тетрахлооропалладата(II) калия в реагенте равна 98 %.

# Задача 3

## Синтез, очистка и разделение смеси диастереомеров

Многие соединения, включая углеводы, аминокислоты, 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

- В круглодонную колбу объемом 10 мл (маркирована **Rxn RB**), уже содержащую 0,50 ммоль 2,3-дибromo-1-ферроценилпропана-1, через пробку из белой резины с помощью шприца перенесите весь раствор триэтиламина (содержимое сосуда **V1**).
- Установите скорость магнитной мешалки на уровне 600 об/мин (rpm, обозначено на приборе). Перемешивайте содержимое реакционной смеси в течение 30 мин при комнатных условиях.
- По истечении 30 мин, не выключая мешалку, с помощью того же шприца через пробку из белой резины введите в реакционный сосуд раствор  $(R)$ -1-фенилэтиламина (содержимое сосуда **V2**).
- Перемешивайте содержимое реакционной смеси в течение еще 60 мин при комнатных условиях.
- По истечении 60 минут отключите мешалку и проведите тонкослойную хроматографию по следующей методике:
  - Проверьте выданные Вам ТСХ-пластинки. Поврежденные могут быть заменены по требованию без штрафа.
  - Нанесите карандашом в нижней части пластинки линию старта (рисунок 2.1).
  - 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

Фамилия:

Шифр:

точку на линии старта. На ту же пластинку нанесите содержимое реакционной смеси (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 отметьте карандашом линию фронта растворителя.

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

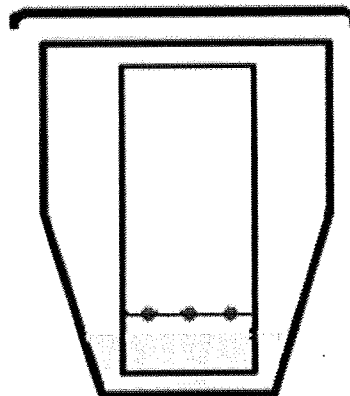
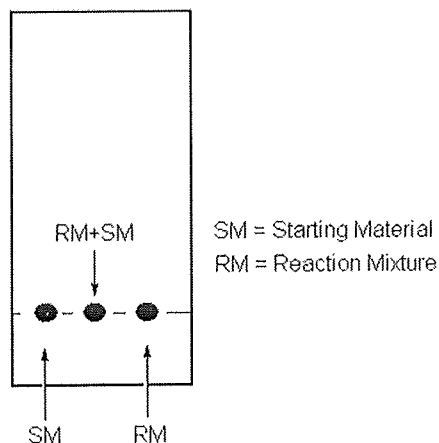


Рисунок 2.1. Пластинка ТСХ

Рисунок 2.2 Хроматографирование пластинки в камере.

### В. Колоночная хроматография

1. Удалите стеклянную 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).

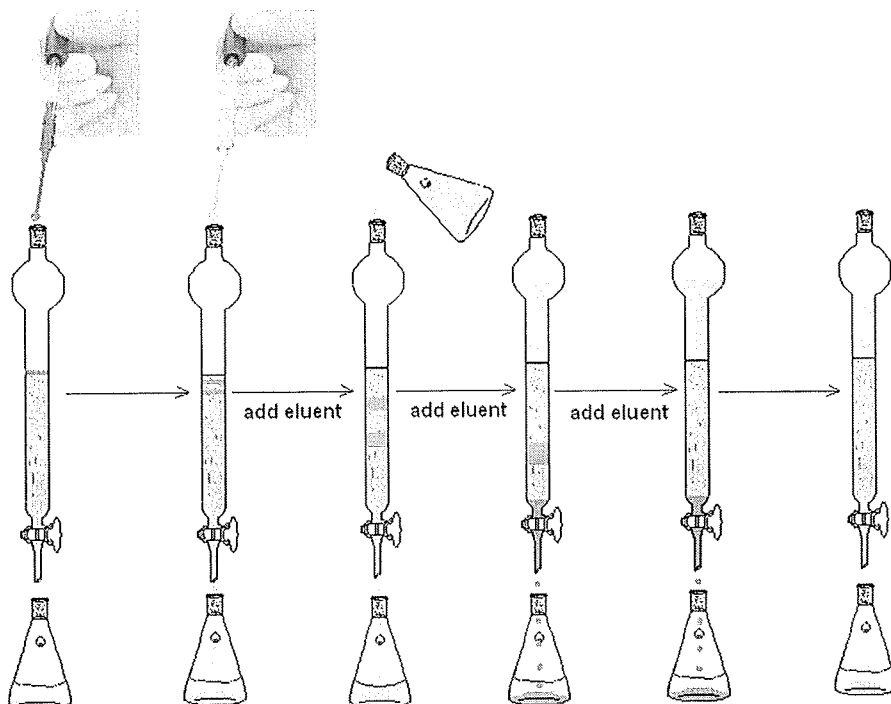


Рисунок 2.3. Осуществление колоночной хроматографии

Фамилия:

Шифр:

- Используя новый шприц, ополосните реакционный сосуд 0,5 мл элюента (из бутылки с надписью **ELUENT**). Перенесите полученную смесь в верхнюю часть колонки с помощью той же пипетки Пастера.
- Откройте кран, так, чтобы уровень жидкости вновь опустился до верхней границы силикагеля.
- 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.
- Продолжайте хроматографирование, добавляя новые порции элюента. **ВНИМАНИЕ: Добавляйте элюент аккуратно, не допуская взмучивания силикагеля.**
- Для ускорения процесса разделения необходимо периодически прикладывать небольшое давление с помощью красной резиновой груши с трубкой, присоединяемой к верхней части колонки переходником со шлифом. При использовании груши переходник со шлифом можно придерживать рукой или закреплять зажимом. **ВНИМАНИЕ: Не создавайте слишком большого давления и не повышайте давление резко, чтобы не взмутить силикагель. Следите, чтобы уровень элюента не опускался ниже верхней границы силикагеля. При снятии избыточного давления может произойти взмучивание силикагеля за счет засасывания элюента снизу вверх.**
- 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**.
- Собирайте первую основную фракцию в коническую колбу (Эрленмейера) на 100 мл. Подпишите ее маркером «**fraction A**».
- Собирайте вторую основную фракцию в коническую колбу (Эрленмейера) на 250 мл. Подпишите ее маркером «**fraction B**».
- После завершения сбора фракции **B** остановите элюирование, закрыв кран.

### С. Анализ

- Проведите еще один ТСХ-анализ. Для этого на вторую пластинку нанесите исходный материал (**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. Высушите пластинку и после обработки результатов поместите ее в пакетик, обозначенный **TLC2**.
- С помощью мерного цилиндра на 50 мл измерьте объем полученной фракции **A**. Результат измерения запишите в лист ответов.
- С помощью мерного цилиндра на 250 мл измерьте объем полученной фракции **B**. Результат измерения запишите в лист ответов.
- 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

Фамилия:

Шифр:

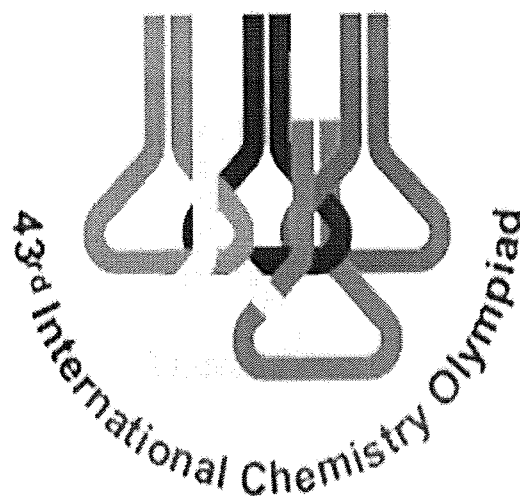
менее  $\frac{3}{4}$  ее объема) кювету для фотометрии приготовленным раствором, используя для этого пипетку Пастера. Попросите инструктора измерить поглощение раствора при длине волны 450 нм и запишите результат измерения в лист ответов.

5. Фракция **B** не нуждается в разведении для фотометрирования. Заполните (не менее  $\frac{3}{4}$  ее объема) 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 ( $\epsilon$ ) 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.

2011 Ankara, TURKEY



**43-я Международная  
олимпиада школьников по  
ХИМИИ**

**Экспериментальный тур  
Листы ответов**

**12 июля 2011  
Анкара, Турция**



Фамилия:

Шифр:

# Задача 1

**12 баллов**

## Анализ смеси хлоридов

A	B	1	2	3	Очки	Баллы
16	16	2	2	6	42	12

### А. Определение хлорид-ионов методом Фаянса

Точная концентрация стандартного раствора  $\text{AgNO}_3$  = \_\_\_\_\_ моль/л

Объем раствора  $\text{AgNO}_3$ , принятый Вами для расчетов

$V$  = \_\_\_\_\_ мл

### В. Определение ионов $\text{Mg}^{2+}$ титрованием EDTA

Точная концентрация стандартного раствора EDTA = \_\_\_\_\_ моль/л

Объем раствора EDTA, принятый Вами для расчетов

$V$  = \_\_\_\_\_ мл

Фамилия:

Шифр:

Обработка данных

1.

Расчеты:

Количество вещества ионов  $\text{Cl}^-$  в 100,0 мл неизвестного раствора = \_\_\_\_\_ ммоль

2.

Расчеты:

Количество вещества ионов  $\text{Mg}^{2+}$  в 100,0 мл неизвестного раствора = \_\_\_\_\_ ммоль

3.

Расчеты:

Концентрация  $\text{MgCl}_2$  = \_\_\_\_\_ г/100 мл

Расчеты:

Концентрация  $\text{NaCl}$  = \_\_\_\_\_ г/100 мл

# Задача 2

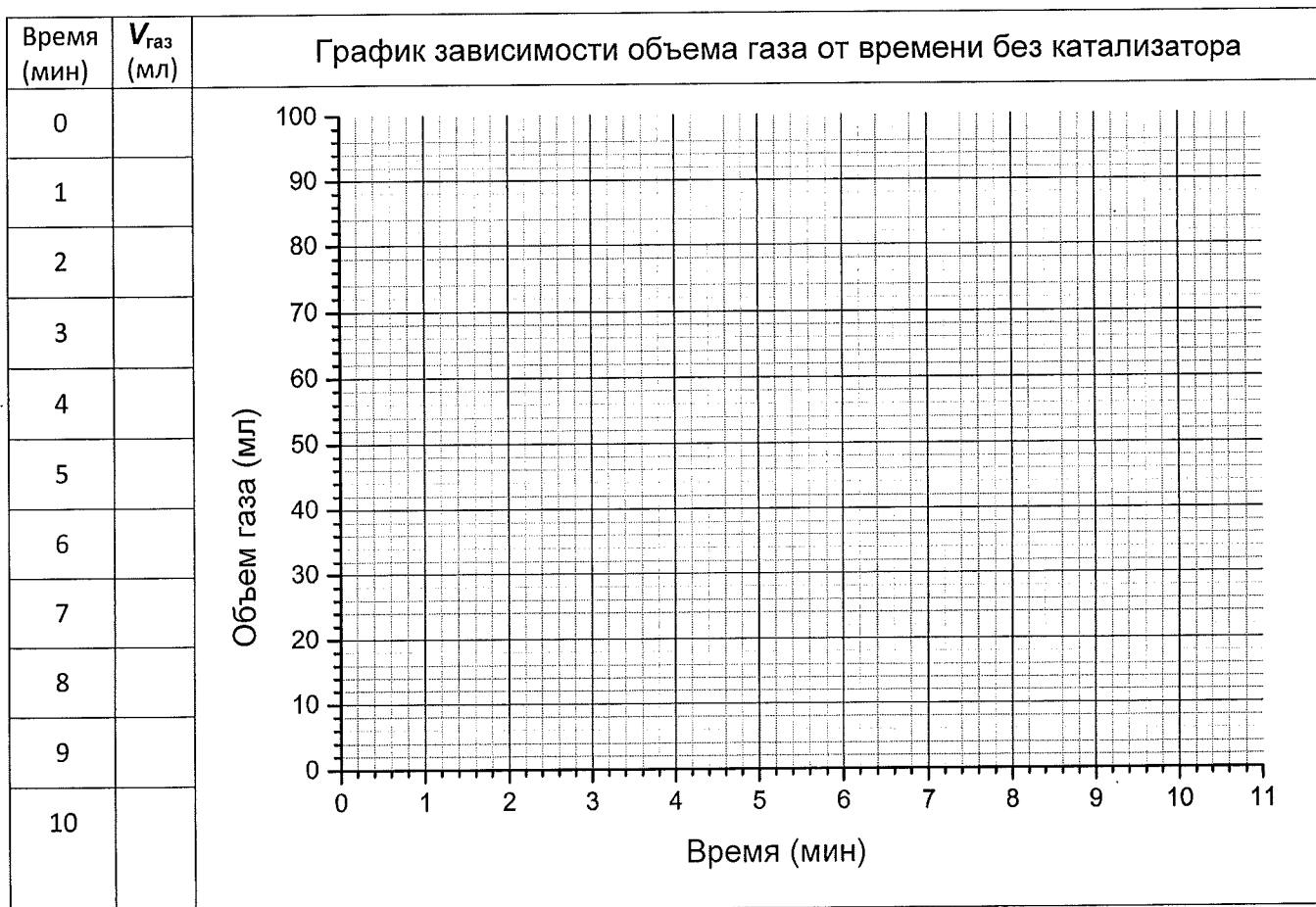
12 баллов

А		В					Очки	Баллы
1	2	1	2	3		4		
				i	ii			
3	1	12	2	2	2	2	24	12

## Получение водорода из соединения аммиака и борана

Часть А. Гидролиз аддукта аммиака и борана без катализатора

1. Результаты измерения объема газа и график зависимости объема газа от времени в отсутствие катализатора



Фамилия:

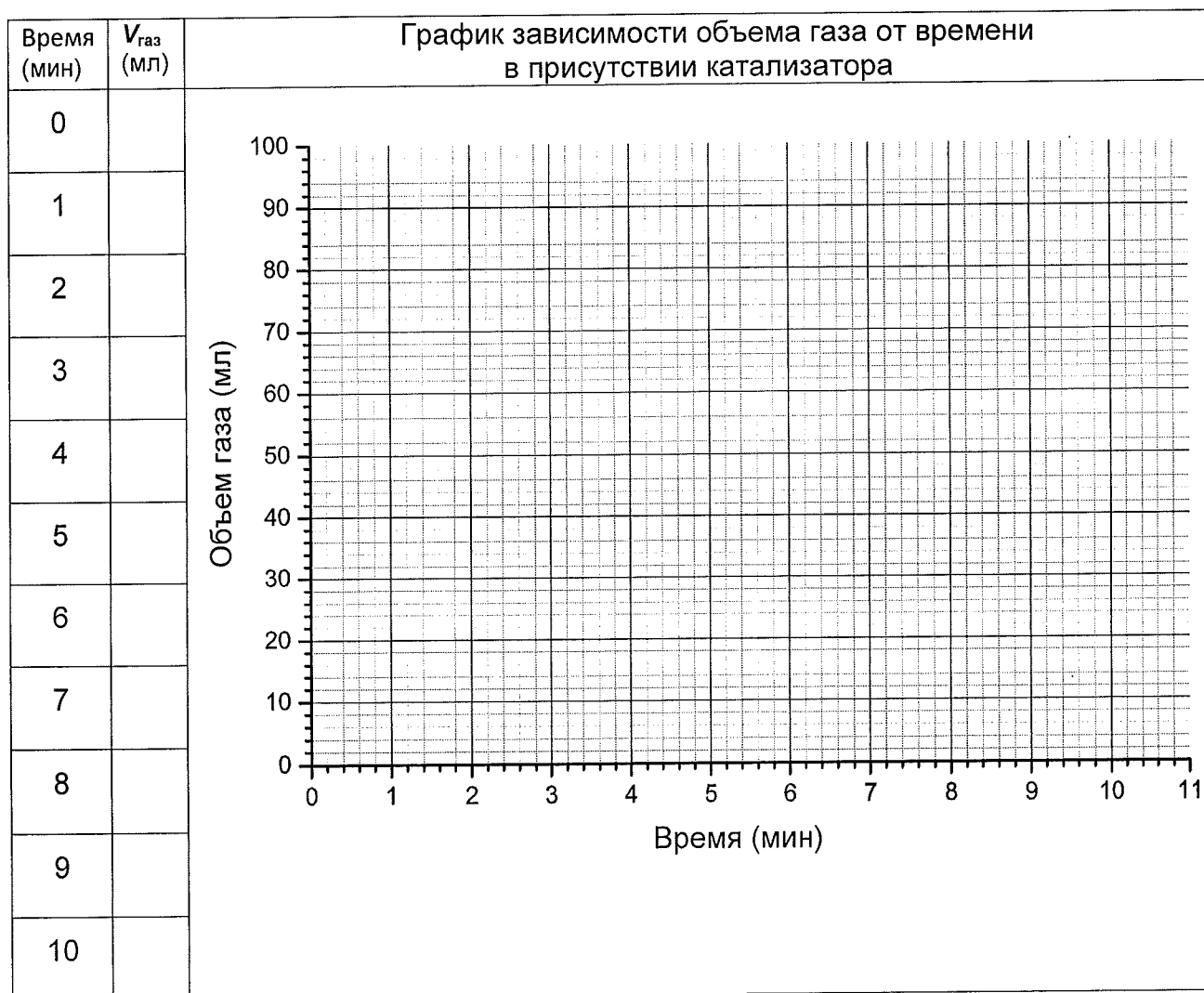
Шифр:

2. Объем газа, выделившегося в результате реакции за время опыта:

$V_{\text{некат}} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}$

**Часть Б. Каталитический гидролиз аддукта аммиака и борана**

1. Результаты измерения объема газа и график зависимости объема газа от времени в присутствии катализатора



Фамилия:

Шифр:

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 % (по массе) основного вещества, при 25 °С и давлении 690 Торр.

$$V(\text{H}_2)_{\text{макс}} = \text{_____ мл}$$

3. Рассчитайте скорость выделения водорода в Вашем эксперименте:

i) в (мл  $\text{H}_2$ )/мин

$$\text{Скорость} = \text{_____ (мл H}_2\text{)} \cdot \text{мин}^{-1}$$

ii) в (ммоль  $\text{H}_2$ )/мин при температуре 25 °С и давлении 690 Торр

$$\text{Скорость} = \text{_____ (ммоль H}_2\text{)} \cdot \text{мин}^{-1}$$

4. Рассчитайте скорость выделения водорода в расчете на моль палладия в  $(\text{моль H}_2) \cdot (\text{моль Pd})^{-1} \cdot (\text{мин})^{-1}$ . Учтите, что массовая доля тетрахлоропалладата(II) калия в реактиве равна 98 %.

$$\text{Скорость выделения водорода на моль Pd} = \text{_____ (моль H}_2\text{)}(\text{моль Pd})^{-1} \cdot \text{мин}^{-1}$$

Фамилия:

Шифр:

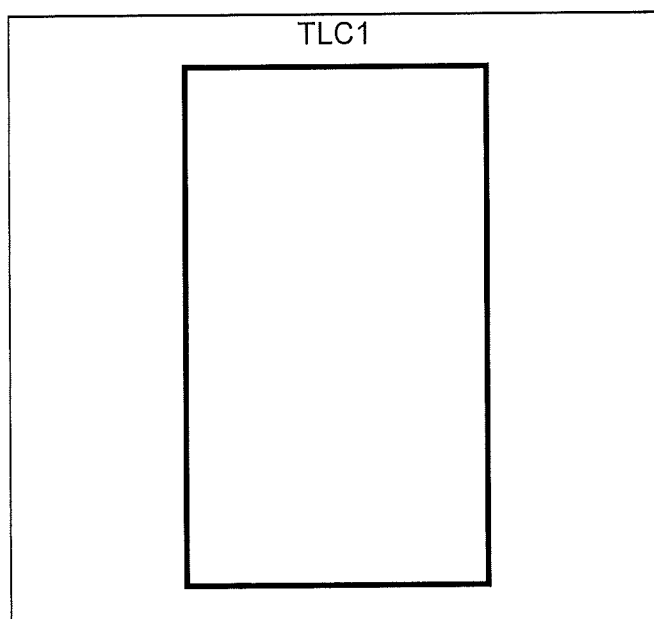
## Задача 3

16 баллов

1	2	3	4		Очки	Баллы
			i	ii		
5	6	3	12	12	38	16

### Синтез, очистка и разделение смеси диастереомеров

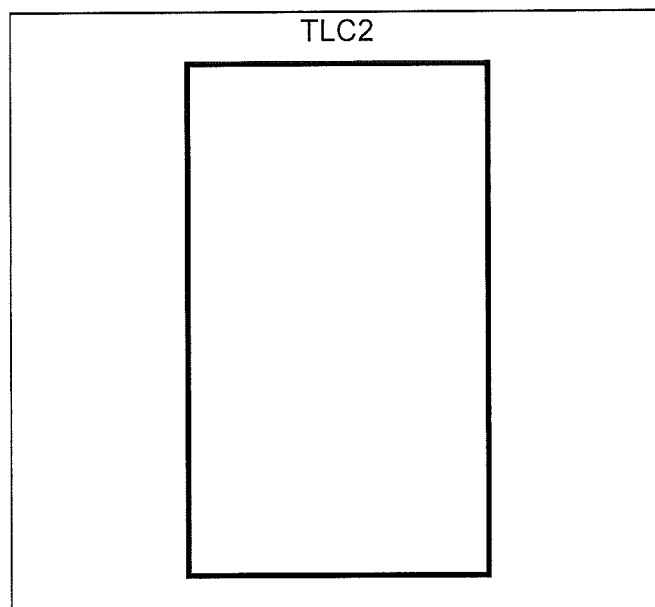
1. Зарисуйте (схематически с указанием всех линий и пятен) вид пластинки TLC1.



Фамилия:

Шифр:

2. Зарисуйте (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.

Пятно, содержащее	значение $R_f$
изомер фракции <b>A</b>	
изомер фракции <b>B</b>	
исходное вещество ( <b>SM</b> )	

Фамилия:

Шифр:

4. Измерьте значения объема фракций **A** и **B** и их поглощение.

Образец	Объем	Поглощение
«Fraction <b>A</b> »	мл	
«Fraction <b>B</b> »	мл	

Рассчитайте выход (%) изомеров фракций **A** и **B**

i) практический выход (%) изомера фракции **A** = \_\_\_\_\_

ii) практический выход (%) изомера фракции **B** = \_\_\_\_\_