



**Отборочная олимпиада  
на 57-ю МХО**

Практический тур

18 июня 2025 г.

### Общие указания

1. В течение всего практического тура Вы должны носить лабораторный халат и защитные (или свои корректирующие) очки.
2. Осторожно обращайтесь с растворами кислот и щелочей!
3. Набирайте растворы в пипетки только с помощью пипетатора. Запрещается набирать жидкость в пипетки ртом.
4. Выданное Вам количество растворов ограничено. Пролитый или полностью израсходованный раствор будет заменен с наложением штрафа.
5. Работа с бюреткой:
  - а) если кран бюретки открыт, закройте его перед использованием;
  - б) если при заполнении бюретки в носике остается пузырёк воздуха, аккуратно встряхните бюретку в вертикальном положении; если не помогает, обратитесь к ассистенту;
  - в) кран бюретки может подтекать; пользуйтесь стаканом под бюретку.
6. Выполняя задачу, не создавайте помех другим участникам. Содержите своё рабочее место в порядке.
7. Если вы что-то разбили, обратитесь к ассистентам, которые помогут вам убрать все осколки и выдадут замену.
8. Подпишите все листы комплекта.
9. Записывайте ответы только в специально отведенных ячейках. Вы можете использовать обратную сторону листов в качестве черновика.
10. Вы можете выполнять задачи в любой последовательности.
11. Вы можете использовать посуду многократно. Тщательно мойте ее перед повторным использованием.
12. Комплект состоит из **20** страниц, включая титульный лист и Периодическую таблицу элементов.
13. Общая продолжительность экспериментального тура составляет 5 ч. После того, как прозвучит команда СТОП, Вы должны немедленно прекратить работу и сдать все листы.

ПЕРИОДИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ЭЛЕМЕНТОВ Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	1																	2
	H																	He
	1.008																	4.003
3		4																10
2	Li	Be																Ne
	6.941	9.012																20.180
3		12																18
	Na	Mg																Ar
	22.990	24.305																39.948
4		20	21															36
	K	Ca	Sc															Kr
	39.098	40.078	44.956															83.80
5		38	39															54
	Rb	Sr	Y															Xe
	85.468	87.62	88.906															131.29
6		56	57															86
	Cs	Ba	La	*														Rn
	132.91	137.33	138.91															[222]
7		88	89															118
	Fr	Ra	Ac	**														Og
	[223]	[226]	[227]															[294]
*	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71				71
	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu				Lu
	140.12	140.91	144.24	[145]	150.36	151.96	157.25	158.93	162.50	164.93	167.26	168.93	173.04	174.97				174.97
**	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102	103				103
	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr				Lr
	232.038	231.036	238.029	[237]	[242]	[243]	[247]	[247]	[251]	[252]	[257]	[258]	[259]	[262]				[262]

## Оборудование и посуда

Наименование	Количество
Для использования в нескольких задачах	
Магнитная мешалка с нагревом	1
Стакан для жидких отходов (подписан «Waste»)	1
Нитриловые перчатки (на столе общего пользования)	1
Бумажные салфетки (на столе общего пользования)	1
Задача 1	
На каждого участника	
Штатив для бюретки	1
Лапка-держатель для бюретки	1
Бюретка	2
Воронка для заполнения бюретки	2
Стакан под бюретку 10-50 мл	1
Пипетка Мора 10.00 мл	1
Пипетка Пастера (2-3 мл)	1
Цилиндр 10 мл	2
Цилиндр 100 мл	1
Плитка	1
Напалечники	пара
Коническая колба для титрования с притертой крышкой 100 мл	2
Центрифужные пробирки для титрования на 50 мл	2
Задача 2	
Пластиковый планшет с лунками	1
Дозатор на 20-200 мкл	1
Носик для дозатора на 200 мкл (желтый)	4
Задача 3	
УФ лампа (под тягой)	1 на 18 чел.
Водоструйный насос	1 на 2 чел.
Водяная баня (большой стакан)	1
Защитные очки	1
Стекланный стакан, содержащий: стеклянную палочку, металлический шпатель, пинцет, маркер, карандаш, линейку	1
Термометр	1
Штатив	1
Муфта	2
Лапка	2
Круглодонная колба, 100 см <sup>3</sup>	1
Магнитный якорь	1
Мерный цилиндр, 10 см <sup>3</sup>	1
Обратный холодильник со шлифом 29/32	1
Делительная воронка, 100 см <sup>3</sup> , с пробкой	1
Коническая колба без шлифа, 50 см <sup>3</sup>	1
Коническая колба без шлифа, 25 см <sup>3</sup>	1
Коническая колба со шлифом 29/32	1
Стекланная воронка	1
Стекланный фильтр	1
«Палец»	1
Стекланный стакан, 50 см <sup>3</sup> , с чашкой Петри	1

Стекланный стакан, 150 см <sup>3</sup>	1
Носики для дозатора объемом 5 мкл для нанесения пятен ТСХ	3
Индикаторная бумага со шкалой (на столе общего пользования)	-
Фильтровальная бумага (на столе общего пользования)	-
Пластинка для ТСХ	2
Пипетка Пастера	4
Баночка <b>Student code B</b> для продукта галоформной реакции	1
Баночка <b>Student code C</b> для продукта реакции с реагентом Брейди	1
Пузырек TLC C для соединения C, для проведения ТСХ	
Задача 4	
Штатив для пробирок	1
Стекланные пробирки, 15 мл	20
Резиновая пробка для пробирок	1
Пипетки Пастера	15
Стакан (для водяной бани)	1
Перманентный маркер	1

### Реактивы

Вещество	Состояние	Кол-во	Комментарий
Для использования в нескольких задачах			
Дистиллированная вода	Жидкое		Промывалка
Задача 1			
ЭДТА	0.02500 М раствор	100 мл	Банка с крышкой (ЭДТА 0.02500М)
FeCl <sub>3</sub>	xxx М раствор	50 мл	Мерная колба (FeCl <sub>3</sub> №X)
HCl	2 М раствор	15 мл	Виала (HCl 2 М)
Салициловая кислота	25% раствор	5 мл	Капельница (СК)
K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]	xxx М раствор	100 мл	Банка с крышкой (K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] №X)
KSCN	10%-ный раствор	40 мл	Банка с крышкой (KSCN 10%)
Изоамиловый спирт		50 мл	Банка с крышкой (Изоамиловый спирт)
Задача 2			
HCOOH	1.0 М водный раствор	10 мл	Пузырек (HCOOH 1М)
HCOONa	1.0 М водный раствор	10 мл	Пузырек (HCOONa 1М)
Метилоранж	водный раствор	10 мл	Пузырек (МО)
Уксусная кислота	водный раствор	10 мл	Пузырек (AcOH Xxx М)
Задача 3			
Этанол	Жидкое		Промывалка на столе общего пользования (Ethanol)
2-Ацетонафтон, стандарт для ТСХ	Твердый	~ 0.002 г	Стекланный пузырек (Standard A)

2-Ацетонафтон	Твердый	0.500 г	Стеклянный пузырек (Reactant A)
2,4-Динитрофенил-гидразин	Твердый, содержит 33 масс.% воды	0.300 г	Стеклянный пузырек (DNPH)
2,4-Динитрофенил-гидразин, стандарт для ТСХ	Твердый, содержит 33 масс.% воды	~0.002 г	Стеклянный пузырек (Standard DNPH)
NaClO	4.7% раствор	13.5 мл	Баночка темного стекла (Bleach)
Этилацетат	Жидкий	15 мл	Баночка (EtOAc)
Элюент для ТСХ, гексан/этилацетат 4:1 (по объему)	Жидкий	5 мл	Баночка (TLC eluent)
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5% водный раствор	20 мл	Бутылка (5% Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )
HCl	20% водный раствор	15 мл	Бутылка (20% HCl)
Задача 4			
14 растворов неизвестных веществ	5% водные растворы	10 мл	Флаконы (A1–A5, B1–B5, C1–C4)
Сульфат меди	5% водный раствор	10 мл	Капельница (CuSO <sub>4</sub> , 5%)
Гидроксид натрия	5% водный раствор	20 мл	Капельница (NaOH, 5%)
Перманганат калия	1% водный раствор	10 мл	Капельница (KMnO <sub>4</sub> , 1%)
Серная кислота	5% водный раствор	10 мл	Капельница (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 5%)
Нитрит натрия	5% водный раствор	10 мл	Капельница (NaNO <sub>2</sub> , 5%)

**Задача 1. Определение содержания железа с разной валентностью (10 баллов)**

Вопрос	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	1.9	Итого
Очки	15	2	1	2	4	22	2	1	1	50
Результат										

**I. Стандартизация раствора  $Fe^{3+}$ .**

Запишите концентрацию ЭДТА (указана на банке):

$c(ЭДТА)$  \_\_\_\_\_ М

Анализируемый раствор в мерной колбе мл разбавьте дистиллированной водой до метки и хорошо перемешайте. Заполните бюретку раствором ЭДТА.

Аликвотную часть анализируемого раствора железа(III) 10.00 мл перенесите в коническую колбу для титрования ёмкостью 100 мл, добавьте 2 мл 2 М HCl, используя пипетку Пастера, разбавьте дистиллированной водой до 50 мл и нагрейте до появления конденсата на стенках колбы (70-80°C). В горячий раствор добавьте 4-5 капель раствора салициловой кислоты и титруйте раствором ЭДТА до изменения окраски раствора в желтый цвет. Вблизи конечной точки титрования раствор ЭДТА прибавляйте медленно и следите, чтобы раствор во время титрования был горячим.

**1.1.** Запишите в таблицу объем раствора ЭДТА, затраченного на титрование раствора хлорида железа(III) ( $V_1$ ):

Титрование №№	1	2	3	4	5
Начальный объем, см <sup>3</sup>					
Конечный объем, см <sup>3</sup>					
Объем, израсходованный на титрование, см <sup>3</sup>					

**Объем, принятый Вами в качестве ответа,  $V_1$ :** \_\_\_\_\_ см<sup>3</sup>

**1.2.** Запишите уравнение реакции взаимодействия хлорида железа(III) с салициловой кислотой в кислой среде (используйте структурные формулы).

**1.3.** Какого цвета комплекс салициловой кислоты с ионом железа(III)? Отметьте галочкой подходящий вариант.

- |                                  |                                     |
|----------------------------------|-------------------------------------|
| <input type="checkbox"/> Синий   | <input type="checkbox"/> Оранжевый  |
| <input type="checkbox"/> Красный | <input type="checkbox"/> Зеленый    |
| <input type="checkbox"/> Желтый  | <input type="checkbox"/> Фиолетовый |

**1.4.** Запишите молекулярное уравнение реакции взаимодействия между ЭДТА динатриевой солью и хлоридом железа(III) (используйте структурные формулы).

**1.5.** Рассчитайте: а) точную концентрацию ионов  $Fe^{3+}$  в выданном Вам растворе, б) массу железа в мерной колбе в пересчете на  $Fe_2O_3$  (приведите все необходимые расчеты).

<p>а) Расчеты:</p>          <p><math>c(Fe^{3+}) =</math> _____ М</p>	<p>б) Расчеты:</p>          <p><math>m(Fe_2O_3) =</math> _____ г</p>
----------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------------------------------------

**II. Определение содержания гексацианоферрата(II) калия.**

Заполните бюретку раствором гексацианоферрата(II) калия. В центрифужную пробирку с крышкой добавьте 5.00 мл раствора соли  $Fe^{3+}$ , добавьте 2 мл раствора роданида калия и 10 мл изоамилового спирта, тщательно взболтайте. Титруйте раствором гексацианоферрата(II) калия, после добавления каждой порции титранта закрывайте пробирку крышкой и тщательно взбалтывайте раствор. (Титрование заканчивают, когда органической слой станет бесцветным.)

**1.6.** Запишите в таблицу объем гексацианоферрата(II) калия, затраченного на титрование  $Fe^{3+}$  ( $V_2$ ):

Титрование №№	1	2	3	4	5
Начальный объем, см <sup>3</sup>					
Конечный объем, см <sup>3</sup>					
Объем, израсходованный на титрование, см <sup>3</sup>					

**Объем, принятый Вами в качестве ответа,  $V_2$ : \_\_\_\_\_ см<sup>3</sup>**

1.7. Рассчитайте концентрацию гексацианоферрата(II) калия в выданном Вам растворе, запишите ее.

Расчеты:

$c(\text{гексацианоферрат(II) калия}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ М}$

1.8. Напишите уравнение реакции взаимодействия хлорида железа(III) с гексацианоферратом(II) калия в молекулярном виде.

1.9. В данном титровании добавляют изоамиловый спирт, чтобы (отметьте правильный(ые) ответ(ы)):

- повысить скорость реакции восстановления  $\text{Fe}^{3+}$  до  $\text{Fe}^{2+}$
- экстрагировать окрашенный комплекс  $\text{Fe}^{3+}$  с роданидом в органическую фазу
- снизить растворимость гексацианоферрата(II) калия
- создать буферную среду для стабилизации pH
- улучшить видимость точки эквивалентности за счёт отделения окрашенного слоя
- уменьшить ионную силу раствора и предотвратить побочные реакции

**Задача 2. Определение концентрации уксусной кислоты (8 баллов)**

Вопрос	2.1	2.2	2.3	Итого
Очки	40	5	10	55
Результат				

В этой задаче вам предстоит определить концентрацию раствора уксусной кислоты по окраске, которую приобретает в нем кислотно-основной индикатор метилоранж. В качестве растворов сравнения с известными значениями рН вы будете использовать формиатные буферы варьируемого состава, которые вам предстоит приготовить самим в лунках пластикового планшета.

Во всех расчетах примите, что концентрация метилоранжа пренебрежимо мала, а объемы растворов аддитивны.

**Ход работы**

В лунках планшета, расположенных в одном ряду, приготовьте растворы следующего состава:

Лунка	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
$V_{\text{HCOOH}}$ , мкл	200	185	170	155	140	125	110	95	80	65	50
$V_{\text{HCOONa}}$ , мкл	50	65	80	95	110	125	140	155	170	185	200
$V_{\text{МО}}$ , мкл	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50

В соседнем ряду лунок приготовьте растворы следующего состава:

Лунка	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
$V_{\text{AcOH}}$ , мкл	250	250	250	250	250	250	250	250	250	250	250
$V_{\text{МО}}$ , мкл	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50

2.1. Какая из лунок, содержащая смесь HCOOH, HCOONa и метилоранж, наиболее похожа по окраске на приготовленную вами смесь растворов уксусной кислоты и метилоранжа? В качестве ответа укажите номер от 1 до 11. Для более точного определения используйте белую бумагу в качестве фона.

Номер \_\_\_\_\_

2.2. Рассчитайте pH формиатного буфера в лунке, выбранной вами в вопросе 1. Приведите ваши расчеты. В водном растворе для муравьиной кислоты  $pK_a = 3.75$ .

Расчеты:

pH = \_\_\_\_\_

2.3. Рассчитайте общую концентрацию уксусной кислоты в выданном вами растворе. В водном растворе для уксусной кислоты  $pK_a = 4.75$ .

Расчеты:

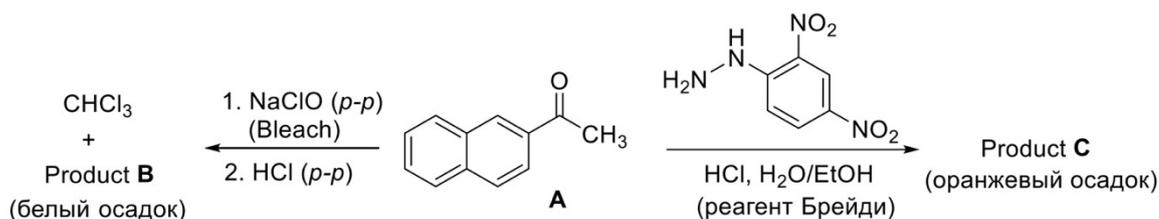
$C(\text{AcOH}) =$  \_\_\_\_\_ М

**Задача 3. Галоформная реакция с гипохлоритом (12 баллов)**

Вопрос	3.1	3.2	3.3	Выход и т.пл.	Итого
Очки	1	3	3	5	12
Результат					

Качественные химические реакции широко используются для определения функциональных групп в органических соединениях. В этой задаче, используя (2-нафтил)этанон (**A**, 2-ацетонафтон), вы изучите два примера препаративного использования таких реакций:

- Галоформную реакцию – превращение, типичное для метилкетонов, которые реагируют со щелочными растворами гипогалогенитов с образованием карбоновых кислот (**Product B**) и галоформа (тригалогенметана).
- Реакцию с реагентом Брэйди (подкисленный раствор 2,4-динитрофенилгидразина), который, реагируя с карбонильными группами альдегидов и кетонов, образует оранжевые осадки гидразонов (**Product C**).



**3.1. Нарисуйте структуры продуктов В и С.**

<b>B</b>	<b>C</b>
----------	----------

**Примечание:**

- Баллы будут выставляться на основании значений  $R_f$  соединений **A** и **B** (Пластика 1), и значений  $R_f$  соединения **C** и 2,4-динитрофенилгидразина (**DNPH**) (Пластика 2), а также на основании выхода и чистоты продуктов **B** и **C**.
- Чистота продуктов будет определяться методом ТСХ и методом измерения температуры плавления.

- Количество выданного вам раствора гипохлорита недостаточно для превращения всего соединения **A** в продукт **B**. Вы должны будете выделить остаток реагента **A** при помощи кислотно-основной экстракции и превратить его в гидразон **C**. Оцениваться будет суммарный выход соединений **B** и **C**.

## Методика

### I. Галоформная реакция

1. Включите магнитную мешалку и установите на ней умеренную скорость перемешивания. Установите на мешалке максимальный нагрев. Нагревайте водяную баню до 80°C.
2. Перенесите 0.500 г 2-ацетонафтона из баночки, обозначенной **Reactant A**, в круглодонную колбу на 100 мл, поместите в неё магнитик для перемешивания. Наберите 3 мл этанола (из промывалки) в мерный цилиндр и с его помощью количественно перенесите **Reactant A** в круглодонную колбу, используя пипетку Пастера.
3. Поместите круглодонную колбу в нагретую водяную баню. Присоедините обратный воздушный холодильник (не подсоединяйте воду) и аккуратно закрепите его верхнюю часть зажимом, как показано на рисунке 1. Дождитесь полного растворения вещества **A** при перемешивании.

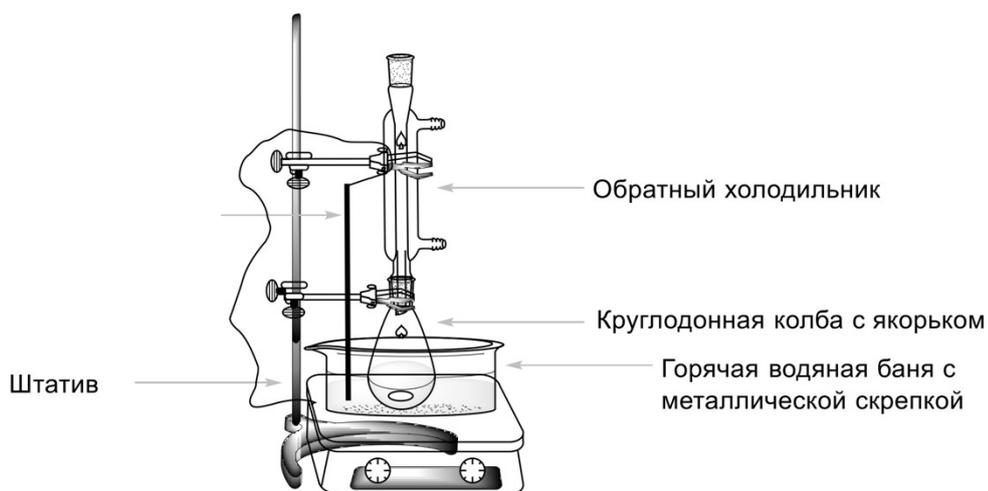


Рис. 1. Установка для нагревания реакционной смеси на водяной бане

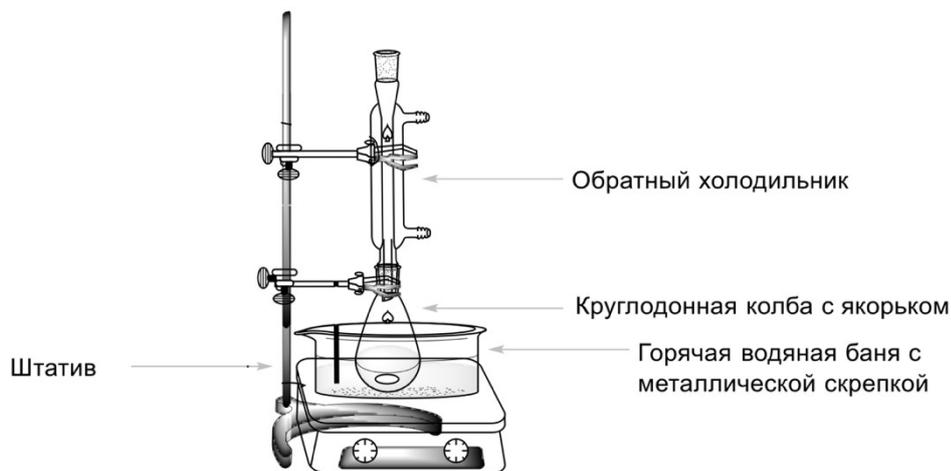


Рис. 1. Установка для нагревания реакционной смеси на водяной бане

4. Убедившись, что температура бани достигла  $75^{\circ}\text{C}$ , медленно прибавьте весь раствор  $\text{NaClO}$  (**Bleach**) к реакционной смеси через верхнее отверстие обратного холодильника, используя маленькую стеклянную воронку. Продолжайте нагревать реакционную смесь в течение 60 минут при температуре водяной бани  $75\text{--}80^{\circ}\text{C}$ .

5. Затем выключите нагрев на магнитной мешалке. Ослабьте зажим на верхней лапке и поднимите колбу с реакционной смесью так, чтобы она оказалась выше водяной бани. (**ВНИМАНИЕ!** Не прикасайтесь к колбе. Она горячая!) Оставьте реакционную смесь остывать на 15 минут.

## II. Обработка реакционной смеси

1. Закрепите делительную воронку на штативе с помощью лапок и разместите под ней коническую колбу без шлифа на 50 мл. Перелейте охлажденную реакционную смесь в делительную воронку с помощью стеклянной воронки. Из стеклянной воронки извлеките магнитный якорек пинцетом. Отмерьте 5 мл этилацетата (**EtOAc**) и промойте им реакционную колбу. Перенесите эти смывы в делительную воронку с использованием пипетки Пастера.

2. Выполнение экстракции. Закройте делительную воронку пробкой. Проверьте, что делительная воронка не протекает со стороны пробки или краника. Придерживая ладонью пробку, слегка встряхните двумя руками воронку, чтобы содержимое превратилось в эмульсию. Направьте кран воронки в сторону от себя и от ваших соседей, приоткройте его, спустив избыточное давление паров. Закройте кран. Данную процедуру повторите ещё два раза. Закрепите воронку на штативе, откройте пробку. Подождите, пока два слоя разделятся. Соберите водный слой в коническую колбу без шлифа на 50 мл. Используя маленькую стеклянную воронку, перелейте органический слой через верхний шлиф делительной воронки в коническую колбу на 25 мл. Сохраните обе фазы!

3. Перенесите водный слой из конической колбы на 50 мл в делительную воронку, используя маленькую воронку. Отмерьте еще 5 мл этилацетата и повторите экстракцию. Объедините органические фазы в конической колбе на 25 мл. Сохраните обе фазы!

4. Выполнение ТСХ. Проверьте пластинку ТСХ перед её использованием. Поцарапанные неиспользованные пластинки можно заменить без штрафа. Растворите выданный вам в баночке образец 2-ацетонафтона (**Standard A**) в  $\sim 2$  мл этанола. Подпишите стартовые места для пятен «**A**», «**O1**» и «**O2**». Нанесите на пластинку раствор 2-ацетонафтона (**Standard A**) и органическую фазу из объединенного экстракта (**O1**). Пятно **O2** вы нанесёте позже.

5. Проведите экстракцию объединенной органической фазы дважды 5 мл 5% раствора  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Соберите водную фазу в ту же коническую колбу без шлифа на 50 мл, куда ранее собирали водную фазу после первой экстракции.

6. Промойте органическую фазу в делительной воронке 5 мл деионизированной воды. Добавьте водную фазу к объединенным водным экстрактам. Перелейте органическую фазу (**O2**) через верхний шлиф в коническую колбу со шлифом. Нанесите 1 мкл раствора **O2** на пластинку ТСХ, приготовленную выше (Пластинка 1).

7. Проведение анализа ТСХ. Возьмите стаканчик на 50 мл и налейте в него  $\sim 2$  мл **TLC eluent**. Поместите туда пластинку ТСХ, накройте стаканчик чашечкой Петри и подождите, пока элюент не поднимется до уровня 0.5 см от верхнего края пластинки. Вытащите пластинку ТСХ пинцетом, отметьте фронт элюента и оставьте пластинку просохнуть на воздухе. Поместите пластинку ТСХ под УФ-лампу. Обведите карандашом проявившиеся пятна исходного соединения **A** и продукта **B**.

*Примечание 1:* Пятно продукта **В** может иметь хвост на хроматограмме, поэтому избегайте нанесения избытка образца на пластину.

*Примечание 2:* В некоторых случаях два дополнительных пятна с очень низкой светимостью, которые соответствуют побочным продуктам, могут быть видны в объединенной органической фазе **O1** и **O2**. В этом случае рассчитайте значение  $R_f$  для пятна/пятен с максимальной светимостью.

*Примечание 3:* Если органический слой **O2** содержит оба вещества, исходное **A** и продукт **B**, повторите экстракцию раствором  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и водой. В этом случае вы должны повторить ТСХ и потом сдать дополнительную использованную пластинку «Д» вместе с пластинкой 1. На дополнительную пластинку «Д» необходимо наносить только стандарт **A** и органическую фазу **O2**. Пометьте ее буквой «Д» в кружочке. Используйте новую порцию элюента для элюирования дополнительной пластинки «Д».

**3.2.** Ответьте на следующие вопросы о Пластинке(-ах) ТСХ. По Пластинке 1 рассчитайте значения  $R_f$  для соединений **A** и **B**. Запишите результаты с точностью 2 знака после запятой.

На основании ТСХ ваш органический слой <b>O1</b> содержит:		
	ДА	НЕТ
Исходное вещество <b>A</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Продукт <b>B</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
На основании ТСХ ваш конечный органический слой <b>O2</b> содержит:		
	ДА	НЕТ
Исходное вещество <b>A</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Продукт <b>B</b>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Расчет $R_f(\mathbf{A})$ :		
$R_f(\mathbf{A}) =$		
Расчет $R_f(\mathbf{B})$ :		
$R_f(\mathbf{B}) =$		

### III. Реакция с реагентом Брейди

*Внимание:* Используйте перчатки! Реагент Брейди пачкает кожу и поверхности. При попадании на поверхность немедленно протрите её этанолом. Если необходимо, то замените перчатки.

Предварительно разогрейте водяную баню до  $80^\circ\text{C}$ . Поместите магнитик для перемешивания в коническую колбу со шлифом, содержащую органическую фазу **O2** из пункта II.6. Добавьте 0.300 г 2,4-динитрофенилгидразина (**DNPH**). С помощью мерного цилиндра отмерьте 10 мл этанола. Для более полного переноса **DNPH** в коническую колбу промойте баночку  $5 \times 2$  мл этанола, используя пипетку Пастера. Поместите коническую колбу в горячую водяную баню, присоедините холодильник (аналогично тому, как показано на Рис. 1), который предварительно надо промыть этанолом. Используя воронку, добавьте 3 мл 20%-й  $\text{HCl}$  через верх холодильника. Перемешивайте реакцию смесь 2 минуты при  $80^\circ\text{C}$ . Наблюдайте образование оранжевых кристаллов продукта **C**. После этого выключите нагрев и поднимите колбу из воды. (Внимание! Касайтесь только лапки,

колба – горячая.) Дайте реакционной смеси охладиться 15 минут, а после поместите колбу в холодную водяную баню (используйте стакан и водопроводную воду).

#### IV. Выделение продуктов

1. Проверьте pH объединенной водной фазы, полученной в пункте II.6. Подкислите её до pH 2 (проверьте по индикаторной бумаге), осторожно добавляя 20%-й раствор HCl (для этого должно потребоваться ~ 2 мл раствора HCl). Наблюдайте образование белого осадка продукта **B**.

2. Соберите установку для фильтрования, для чего закрепите пробирку с отводом «палец» на штативе рядом с источником вакуума, вставьте фильтр Шотта в «палец». Присоедините отвод «пальца» к вакуумному шлангу. На дно фильтра Шотта поместите слегка смоченный водой кружок фильтровальной бумаги так, чтобы он немного (примерно на 0.2 см) залезал на внутренние стенки фильтра. Аккуратно вылейте суспензию продукта **B** (пункт IV.1) в стеклянный фильтр, обязательно дайте осадку осесть на фильтр и после этого переключите тумблер вакуума на водоструйном насосе. Промойте осадок дважды порциями дистиллированной воды по 6 мл пока значение pH фильтрата не станет равным примерно 6. Оставьте осадок на фильтре на 5 минут при подключенном вакууме, чтобы удалить большую часть воды. Отсоедините шланг вакуума при включённом водоструйном насосе. Перенесите шпателем продукт **B** в стеклянную баночку, подписанную **Student code B**. После переноса вещества не закрывайте баночку, чтобы дать веществу высохнуть. Вылейте фильтрат в стакан для отходов. Фильтр Шотта хорошо промойте перед дальнейшим использованием!

*Примечание:* Будьте осторожны, не наскребите стекло из фильтра в ваш продукт!

3. Соберите установку для фильтрования в вакууме, как описано в п. IV.2. Переместите суспензию продукта **C** на стеклянный фильтр, подождите минуту и переключите тумблер на водоструйном насосе. НЕ перемешивайте и не скребите шпателем осадок во время фильтрования и промывания во избежание просачивания осадка сквозь фильтр. Промойте осадок три раза по 5 мл этанола (всего 15 мл) до тех пор, пока pH фильтрата не станет нейтральным. После этого сушите осадок на фильтре в течение 5 минут. Отсоедините вакуумный шланг и отключите вакуум. Перенесите шпателем продукт **C** в стеклянную баночку, помеченную **Student code C**, и оставьте её открытой на столе для высыхания. Вылейте фильтрат в стакан для отходов.

*Примечание:* Если продукт прошел через пористый фильтр, отфильтруйте суспензию еще раз. Если продукт прошел через пористый фильтр снова, обратитесь к лаборанту.

#### V. Анализ полученного гидразона (Product C) с помощью ТСХ

**3.3.** Подпишите стартовые места для пятен «**A**», «**DNPH**» и «**C**». Растворите выданный в пузырьке образец 2,4-динитрофенилгидразина (**Standard DNPH**) в ~2 мл этанола. Растворите очень небольшое количество полученного продукта **C** в ~2 мл этанола в баночке (**TLC C**). Используйте полученный ранее раствор в этаноле образца 2-ацетонафта (**Standard A**). На пластинке 2 выполните ТСХ с использованием полученного продукта **C**, 2,4-динитрофенилгидразина (**DNPH**) и соединения **A**.

Проведите ТСХ как описано в п. II.7. Используйте новую порцию **TLC eluent**.

На основании ТСХ, сделайте вывод, содержит ли полученный продукт **C** примеси. Если содержит, то какие? Рассчитайте значения  $R_f$  для 2,4-динитрофенилгидразина (**DNPH**) и соединения **C**. Запишите результаты с точностью 2 знака после запятой.

Вывод:

Расчёт  $R_f(\text{DNPH})$ :

$R_f(\text{DNPH}) =$

Расчёт  $R_f(\text{C})$ :

$R_f(\text{C}) =$

**Оставьте на столе баночки с продуктами В и С, а также пластины ТСХ №1 и №2.**

**Задача 4. Качественный анализ органических соединений (8 баллов)**

Вопрос	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	4.6	Итого
Очки	19	7.5	19	7.5	21	6	80
Результат							

**I. Идентификация с использованием  $\text{Cu}(\text{OH})_2$**

Флаконы **A1–A5** содержат водные растворы следующих органических соединений:

- Глюкоза
- Глицин (аминоэтановая кислота)
- Щавелевая кислота (этандиовая кислота)
- Муравьиная кислота (метановая кислота)
- Ацетон (пропанон)

Ваша задача состоит в том, чтобы идентифицировать содержимое каждого флакона, проведя реакции с  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ . Вы можете приготовить его, смешав  $\text{CuSO}_4$  (5%) и  $\text{NaOH}$  (5%). Вы также можете использовать водяную баню для подогрева.

**4.1.** Внесите в таблицу свои наблюдения и результаты идентификации:

Флакон	A1	A2	A3	A4	A5
Наблюдения					
Соединение					

**4.2.** Запишите химические реакции, которые произошли во время идентификации. Используйте структурные формулы для органических соединений.

Соединение	Реакция или реакции
Глюкоза	
Глицин	
Щавелевая кислота	
Муравьиная кислота	

Ацетон	
--------	--

## II. Идентификация с использованием $\text{KMnO}_4$

Флаконы **B1–B5** содержат водные растворы следующих органических соединений:

- Пропан-2-ол
- Малеиновая кислота (*цис*-бутендиовая кислота)
- Формиат натрия (метаноат натрия) (раствор дополнительно содержит 5% NaOH)
- Щавелевая кислота (раствор дополнительно содержит 5%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Фенол

Ваша задача состоит в том, чтобы определить содержимое каждого флакона, проведя реакции с  $\text{KMnO}_4$  (1%). Вы также можете использовать водяную баню для подогрева.

**4.3.** Заполните таблицу своими наблюдениями и результатами идентификации:

Флакон	B1	B2	B3	B4	B5
Наблюдения					
Соединение					

**4.4.** Запишите химические реакции, которые произошли во время идентификации. Используйте структурные формулы для органических соединений.

Соединение	Реакция или реакции
Пропан-2-ол	
Малеиновая кислота	
Формиат натрия (+ NaOH)	
Щавелевая кислота (+ $\text{H}_2\text{SO}_4$ )	
Фенол	

### III. Идентификация с использованием кислоты, основания и нитрита

Флаконы C1–C4 содержат водные растворы следующих органических соединений:

- Гидрохлорид глицина
- Бензоат натрия
- Гидрохлорид анилина
- Ацетамид (этанамид)

Ваша задача состоит в том, чтобы определить содержимое каждого флакона, проведя реакции со следующими реагентами: (i)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (5%); (ii)  $\text{NaOH}$  (5%); (iii)  $\text{NaNO}_2$  (5%). Вы также можете использовать водяную баню для подогрева.

4.5. Внесите в таблицу свои наблюдения и результаты идентификации:

Флакон	C1	C2	C3	C4
Наблюдения с $\text{H}_2\text{SO}_4$				
Наблюдения с $\text{NaOH}$				
Наблюдения с $\text{NaNO}_2$				
Соединение				

4.6. Запишите химические реакции, которые произошли во время идентификации. Используйте структурные формулы для органических соединений.

Соединение	Реакция или реакции
Гидрохлорид глицина	
Бензоат натрия	
Гидрохлорид анилина	
Ацетамид	