

Nimi:

Kood:

2011 Ankara, TURKEY



43. Rahvusvaheline Keemiaolümpiaad

Praktiline voor

12. juuli 2011
Ankara, Türgi

Juhised

- Käesolev töö sisaldab **9** lehekülge praktilisi ülesandeid ja **8** lehekülge vastustelehti (2 + 2 Ülesanne 1, 3 + 3 Ülesanne 2 ja 4 + 3 Ülesanne 3).
- Teil on enne eksperimendi alustamist selle teksti lugemiseks aega **15 minutit**.
- Teil on praktilise vooru ülesannete teostamiseks aega **5 tundi**. **Ülesannete 2 ja 3** puhul on vajalik kasutada sama magnetsegajat. **Ülesandes 3** on vaja oodata reaktsiooni kulgemist 30 ja 60 minutit.
- Alustage tööga ainult siis, kui on antud käsklus **START**. Te peate katkestama oma töö koheselt, kui on antud käsklus **STOPP**. 5 minutiline viivitus toob kaasa kogu eksperimentaalse vooru tööde tühistamise. Kui on antud **STOPP** käsklus, siis oodake oma töökohal. Laboriassistent kontrollib teie töökohta. Teie **lauale peavad jääma** järgmised asjad:
 - Ülesannete tekstiraamat (käesolev tekst)
 - Vastuste tekstiraamat
 - TLC1 ja TLC2 plaadid teie võistlejakoodiga varustatud sulguriga plastikkottides (Ülesanne 3)
- Te peate järgima RKO reeglites toodud **ohutusnõudeid**. Kui olete laboris, siis peate kandma kaitseprille või omi prille, kui need on lubatud. Kasutage teile antud **pipetipumpa**. Kemikaalidega töötamisel peate kasutama **kaitsekindaid**.
- Ohutusnõuete rikkumise korral saate te ainult **ÜHE HOIATUSE**. Teise rikkumise korral eemaldatakse teid laborist ja te saate kogu praktilise vooru eest null punkti.
- Pöörduge häbenemata juhendaja poole, kui teil on ohutusega probleeme või te peate laborist väljuma.
- Te võite töötada ainult teile eraldatud tööpinnal.
- Kasutage vastuste kirjutamisel ainult teile antud pastapliiatsit, mitte tavalist pliiatsit.
- Kasutage teile antud kalkulaatorit.
- Kõik vastused tuleb kirjutada vastustelehtede vastavatesse kohtadesse. Mujale kirjutatud tulemusi ei hinnata. Kui teil on tarvis mustandipaberit, siis kasutage selleks lehtede tagumist poolt.
- Kasutage **Ülesande 1** jääkide jaoks konteinerit „**Aqueous Waste**”.
- Kasutage **Ülesande 3** jääkide jaoks konteinerit „**Organic Waste**”.
- Kemikaale ja klaasnõusid ei asendata ilma karistuspunkte andmata väljaarvatud esimene juhtum. Iga järgmine juhtum toob kaasa 1 punkti kaotuse kogu praktilisevoorust eest antavatest 40 punktist.
- Selle võistluse ametlikku inglisekeelset versiooni võite küsida ainult mõne asja selgitamiseks.

Nimi:

Kood:

Nimi:

Kood:

Aparatuur

| Laua peal | Üldiseks kasutamiseks |
|---------------------------------------|---|
| 500 ml PET pudel distilleeritud veega | Destilleeritud vesi kanistris oma pudeli täitmiseks |
| Katseklaasid | Lateks-kindad (küsi sobivat suurust) |
| Pliiats, joonlaud, marker | Aqueous Waste konteiner Ülesande 1 jaoks |
| Magnetsegaja | Organic Waste konteiner Ülesande 3 jaoks |
| | Purunenud klaasi ja kapillaaride konteiner |

| Ülesanne 1 |
|--|
| Laua |
| Pipetid (3) 1, 10, 25 ml |
| Plastiklehtid (2) |
| Büretid (2), klambritega paigaldatud statiivile, 50 ml |
| Kastis, kapis |
| Erlenmeyeri kolb (2), 250 ml |
| Pipetipump (1) |

| Ülesanne 2 | |
|--|---|
| Laua | |
| Seadmed | Gradueeritud toru (märgid näitavad ruumala ml-s) |
| | 50 ml kraaniga Schlenki reaktor septumi ja magnetsegaja pulgaga |
| | Tygon voolikud, mis ühendavad gradueeritud toru Schlenki reaktoriga ja tasakaalustusnõuga |
| Kastis, kapis | |
| Lehter (1) | |
| Stopper (1), vajadusel küsi laboriassistendilt stopperi tööpõhimõtet | |
| Süstal (1), 2,0 ml | |

| Ülesanne 3 |
|--|
| Laua |
| Pipett (1), 2 ml |
| Mõõtsilinder (1), 250 ml |
| Kiirkromatograafia (Flash) kolonn (1) paigaldatud klambritega statiivile |
| Kastis, kapis |
| TLC plaadid (2) TLC1 ja TLC2 sulguriga plastikkotis |
| Kaanega TLC voolutusnõu (1) |
| Kapillaarid (6) |
| Erlenmeyeri kolb: (3) 100 ml, (1) 250 ml |
| Mõõtsilinder (1), 50 ml |
| Mõõtkolb plastikkorgiga (1), 10 ml |
| UV-vis küvett (2), optilise teepikkusega 1,0 cm |
| Rõhutekitamise pump (1) ja klamber (1) |
| Süstal(2), 2,0 ml |
| Pasteuri pipetid (6) ja balloon |
| Pintsetid (1) |

Nimi:

Kood:

Kemikaalid

| | | R Phrase | S Phrase |
|------------|---|----------------------------|---------------------------|
| Ülesanne 1 | Tundmatu lahus „ Unknown solution “ 100 ml | 36 38 | 26 37 39 |
| | Dekstriin „ Dextrin “ Eppendorfis (3) sulguriga plastikkotis | | |
| | diklorofluorestsein „ Dichlorofluorescein “ indikaator | 36 37 38 | 26 36 |
| | AgNO₃ lahus, 0,1 M*, 100 ml | 8 22 34 50 53 | 26 45 |
| | EDTA lahus, 0,01 M*, 100 ml | 36 | 26 |
| | NH ₃ /NH ₄ Cl puhver „ pH 10 buffer “, 5 ml | 10 23 24 34 50 | 9 16 26 33 36 37 39 45 61 |
| | EBT indikaator | 36 37 38 | 26 |
| Ülesanne 2 | Solution-A H ₃ NBH ₃ , 29,5 mg in 10 ml H ₂ O | 5 | 15 |
| | Solution-B 4-stüreensulfoonhappe-malehappe kopolümeer, 137,7 mg 9 ml H ₂ O-s | 26 | 26 36 |
| | Solution-C Kaaliumtetrakloropalladaat(II), K ₂ [PdCl ₄], 6,7 mg 1 ml H ₂ O-s | 36/38 | 26 37/39 |
| Ülesanne 3 | Rxn RB 0,50 mmol 2,3-dibromo-1-ferrotsenüülpropaan-1-oon ja segajapulk | | |
| | V1 1,0 mmol triethüülamiini 1,0 m CHCl ₃ -s | 11 20 21 22 35 38 40 48 | 3 16 26 29 36 37 39 45 |
| | V2 1,0 mmol (<i>R</i>)-1-fenüületaaniin 0,5 ml CHCl ₃ -s | 11 20 21 22 34 35 38 40 48 | 6 26 28 29 36 37 39 45 |
| | SM 2,3-dibromo-1-ferrotsenüülpropaan-1-oon, Lähteaine võrdlusaine TLC jaoks | | |
| | ELUENT 3:2 heptaan:etüülatsetaat segu, 500 ml | 11 20 22 36 66 67 | 16 23 29 33 |

* Täpne väärtus on antud pudeli etiketil

Risk and Safety Phrases

- 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

Ideaalgaasi võrrand: $PV = nRT$

Gaasikonstant: $R = 8,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$
 $0,08205 \text{ atm L K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$

Celsiuse skaala null: $273,15 \text{ K}$

Beer-Lambert võrrand $A = \varepsilon \cdot l \cdot c$

$1 \text{ atm} = 760 \text{ torr} = 1.01325 \times 10^5 \text{ Pa}$

Periodic Table of Elements with Relative Atomic Masses

| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------------------|--------------------|
| 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) | | | | |

Ülesanne 1

Kloriidide segu analüüs

Ainult $MgCl_2$ ja $NaCl$ sisaldava lahuse koostist võib määrata kaudse tiitrimise meetodil, määrares kogu kloriidi koguse sadestamistiitrimisega ning seejärel magneesiumiiooni koguse kompleksonomeetriaga. Levinud sadestamistiitrimise meetodit, mida kasutatakse lahuses olevate kloriidioonide määramiseks, nimetatakse Fajansi meetodiks. Selles argentomeetriselises meetodikas kasutatakse lahuses sisalduvate kloriidioonide sadestamiseks titrandina hõbenitraati. Tiitrimise lõpp-punkti määramine toimub kasutades adsorptsioonindikaatorit. Harilikult on see diklorofluorestseiin (dichlorofluorescein) – nõrk orgaaniline hape. Vahetult enne lõpp-punkti on hõbekloriidi osakesed negatiivselt laetud tänu lahuses liias olevate kloriidioonide adsorptsioonile. Indikaatori anioonid tõrjutakse hõbekloriidi osakeste pinnalt eemale, mille tulemusena levib lahusesse kollakasroheline värvus. Peale ekvivalentpunkti adsorbeeruvad hõbeioonid hõbekloriidi osakestel. Seega moodustub positiivselt laetud kiht, mis tõmbab diklorofluorestseiini ligi, näidates roosakas-punast värvi. Dekstriini kasutatakse hõbekloriidi osakeste stabiliseerimiseks koagulatsiooni vastu.

Teiselt poolt, võib lahuses sisalduvate magneesiumioonide hulka määrata kompleksonomeetriselise tiitrimisega etüleendiamiintetraäädikhappega, EDTA. Heksadentaatne ligand, EDTA moodustab kelaate kõikide metalliioonidega (väljaarvatud leelismetallide ionid) 1:1 suhtega vaatamata katiooni laengule. Eriokroomust T (EBT) on harilik indikaator, mida kasutatakse EDTA-ga tiitrimisel. Metalliooni puudumisel ja $pH > 7,00$ annab EBT lahusele sinise värvi ning moodustab punast värvi metalli-ionide komplekse.

Selles eksperimendis määratakse kloriidide sisaldus lahuses, mis sisaldab $MgCl_2$ ja $NaCl$, Fajansi meetodil. Magneesiumiioonide kontsentratsioon määratakse tiitrimisel EDTA-ga.

100 ml lahus on valmistatud $MgCl_2$ ja $NaCl$ lahustamisel vees ning on antud teile kui tundmatu lahus (unknown solution). Eesmärgiks on kindlaks teha $MgCl_2$ ja $NaCl$ kontsentratsioonid (g/100 ml).

A. Kogu kloriidi määramine Fajansi meetodi abil

- Viige 10 ml pipetiga 10,0 ml proovi pudelist märgiga **unknown solution** 250 ml Erlenmeyeri kolbi. Viige ruumala destilleeritud vee lisamisega liigikaudu 100 ml-ni.
- Võtke üks Eppendorfidest (asuvad sulguriga plastikkotis märgiga **dextrin**) ning viige kogu dekstriin Erlenmeyeri kolbi.
- Lisage 5 tilka diklorofluorestseiini (**dichlorofluorescein**) indikaatori lahust.
- Kirjutage üles täpne $AgNO_3$ standardlahuse kontsentratsioon.
- Täitke üks bürettidest $AgNO_3$ standardlahusega.
- Tiitrige tundmatust lahusest (**unknown solution**) valmistatud lahus $AgNO_3$ standardlahusega kuni kogu lahus omandab roosakas-punase värvuse.
- Kirjutage üles kulunud $AgNO_3$ lahuse ruumala (ml).
- Kasutage sama Erlenmeyeri kolbi järgmiseks tiitrimiseks. Valage eelnevalt Erlenmeyeri kolvi sisu **Aqueous Waste** konteinerisse ning loputage kolbi kaks korda destilleeritud veega.

B. Mg²⁺ määramine EDTA otsesel tiitrimisel

1. Täitke teine bürett EDTA standardlahusega.
2. Kirjutage üles täpne EDTA standardlahuse kontsentratsioon.
3. Viige 25 ml pipetiga 25,0 ml proovi pudelist märgiga **unknown solution** 250 ml Erlenmeyeri kolbi. Viige ruumala destilleeritud vee lisamisega ligikaudu 100 ml-ni.
4. Lisage 1 ml pipetiga 1,0 ml pH 10 puhverlahust.
5. Lisage 3–4 tilka EBT indikaatori lahust.
6. Tiitrite tundmatust lahusest (**unknown solution**) valmistatud lahus EDTA standardlahusega kuni lahuse värvus muutub punasest siniseks.
7. Kirjutage üles kulunud EDTA lahuse ruumala (ml).
8. Kasutage sama Erlenmeyeri kolb järgmiseks tiitrimiseks. Eelnevalt valage Erlenmeyeri kolvi sisu **Aqueous Waste** konteinerisse ning loputage kolbi kaks korda destilleeritud veega.

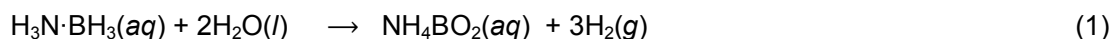
Andmetöötlus

1. Arvutage Cl⁻ ionide hulk millimoolides 100 ml tundmatus lahuses (**unknown solution**).
2. Arvutage Mg²⁺ ionide hulk millimoolides 100 ml tundmatus lahuses (**unknown solution**).
3. Arvutage MgCl₂ ja NaCl kontsentratsioon tundmatus lahuses (g/100 ml).

Ülesanne 2

Vesiniku valmistamine ammoniaakboraanist

Vesinikku peetakse puhtaks ja keskkonnasõbralikuks uueks energiakandjaks teel jätkusuutliku energiaga tuleviku poole. Efektiivne ja ohutu vesiniku säilitamine on vesiniku ökonomika võtmeküsimuseks. Potentsiaalseteks tahketeks vesiniku säilitamise materjalideks peetavate keemiliste hüdriidide hulgas on suurt tähelepanu ärratanud ammoniaakboraan ($\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$), tänu oma suurele vesinikusisaldusele ja stabiilsusele kütuselemendi töötingimustel. Ammoniaakboraan võib vabastada vesinikku hüdroolüüsil, Võrrand 1:

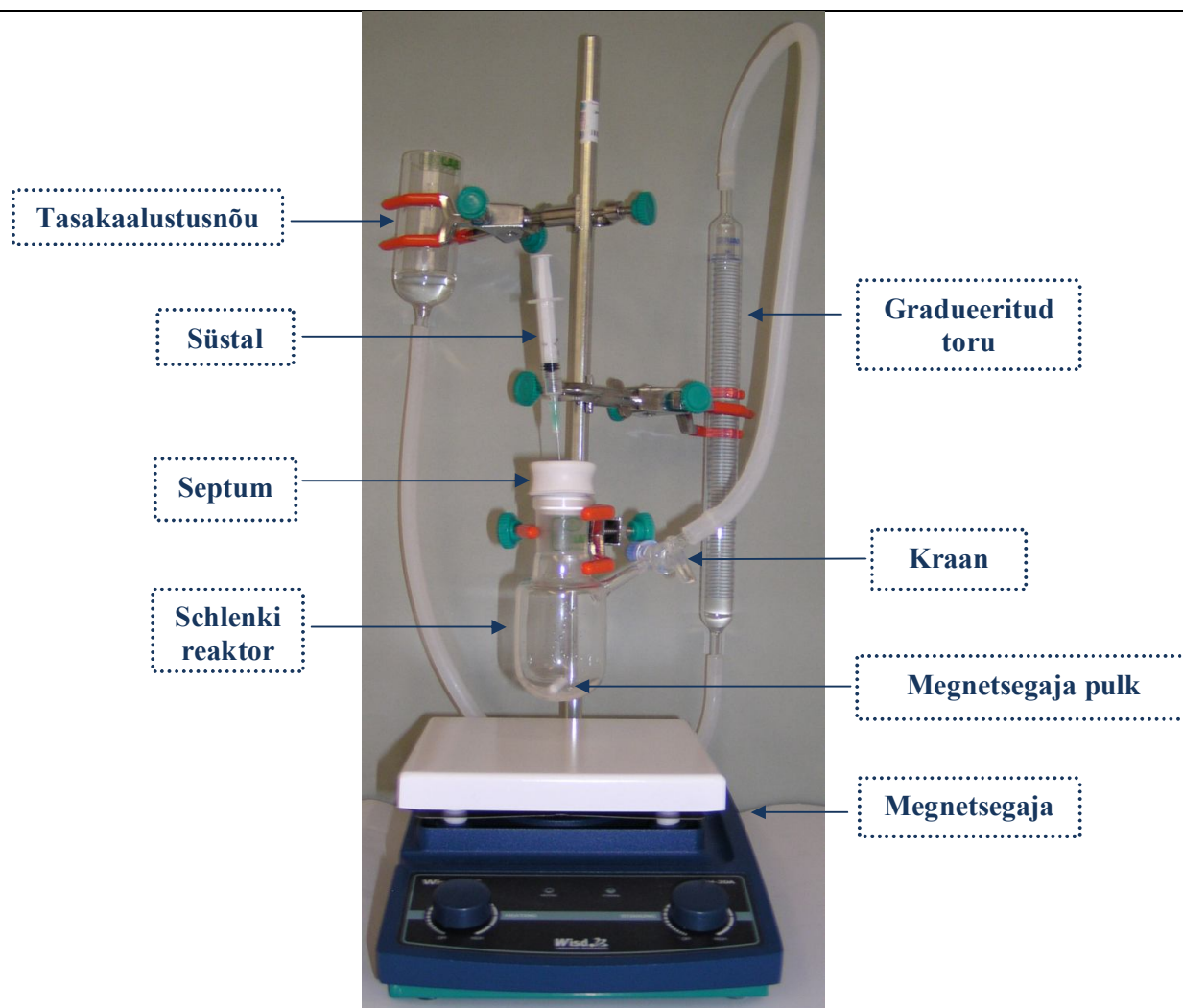


Ammoniaakboraani vesilahus on stabiilne, kuid selle hüdroolüüs toimub ainult sobiva katalüsaatori juuresolekul. Hiljutised uuringud on näidanud, et veeslahustuvate polümeeridega stabiliseeritud pallaadium(0) nanoklastrid on ammoniaakboraani hüdroolüüsi kõrge aktiivsusega katalüsaatorid. Pallaadium(0) nanoklastreid saadakse kaaaliumtetrakloropalladaat(II) vahetel redutseerimisel ammoniaakboraaniga 4-stüreensulfoonhappe-malehappe kopolümeeri juuresolekul.

Käesolevas eksperimendis teostatakse ammoniaakboraani katalüütiline hüdroolüüs, lähtudes kaaliumtetrakloropalladaat(II) lahusest, mis sisaldab 4-stüreensulfoonhappe-malehappe kopolümeeri. Kaaliumtetrakloropalladaat(II) kasutatakse eelkatalüsaatorina, mis redutseeritakse ammoniaakboraaniga ja millest moodustuvad 4-stüreensulfoonhappe-malehappe kopolümeeri abil stabiliseeritud pallaadiumi(0) nanoklastrid. Saadud nanoklastrid katalüüsivad ammoniaakboraani hüdroolüüsi.

I. Eksperimendiseadme paigaldamine

1. Kontrollige, kas allpool toodud eksperimendiseade on kinnitatud statiivile, kas gradueeritud toru on ühendatud Tygon voolikuga Schlenki reaktori külge ja kas Schlenki reaktoris on magnetsegaja pulk.
2. Veenduge, et septum oleks pealt ära ja kraan oleks avatud.
3. Reguleerige tasakaalustusanuma kõrguse muutmisega gradueeritud toru nivoo nulli.
4. Sulgege Schlenki reaktori kraan.



Eksperimendi seadmed

II. Ammoniaakboraani hüdroolüüs

A. Ilma katalüsaatorita

1. Viige kogu ammoniaakboraani lahus (**Solution A**) lehtri abil klaaspudelist Schlenki reaktorisse.
2. Lisage lehtri abil Schlenki reaktorisse polümeeri lahus (**Solution B**).
3. Sulgege Schlenki reaktor septumiga, lülitage segaja käima 600 p/min (märgitud segaja paneelil) ja avage gradueeritud toru ühendav kraan. Kirjutage üles veetaseme näit V_0 , mis vastab ajahetkele null.
4. Mõõtke iga minuti järel eraldunud gaasi üldruumala ja kirjutage vastustelehel toodud tabelisse. Tehke mõõtmisi 10 minutit. Peatage stopper.

B. Katalüsaatori juuresolekul

1. Viige segamisel 2,0 ml süstla abil läbi septumi Schlenki reaktorisse klaaspudelist kogu kaaliumtetrakloropalladaat(II) lahus (**Solution-C**). Hoidke süstal septumi sees kogu eksperimendi ajal. Käivitage stopper.
2. Mõõtke iga minuti järel eraldunud gaasi üldruumala ja kirjutage vastustelehel toodud tabelisse. Tehke mõõtmisi 10 minutit. Peatage stopper.

Andmetöötlus**A. Ammoniaakboraani reaktsioon ilma katalüsaatorita**

1. Joonistage mõõdetud gaasi ruumala sõltuvus ajast graafikule Graph 1.
2. Kirjutage üles eraldanud gaasi ruumala, $V_{\text{uncatalyzed}}$.

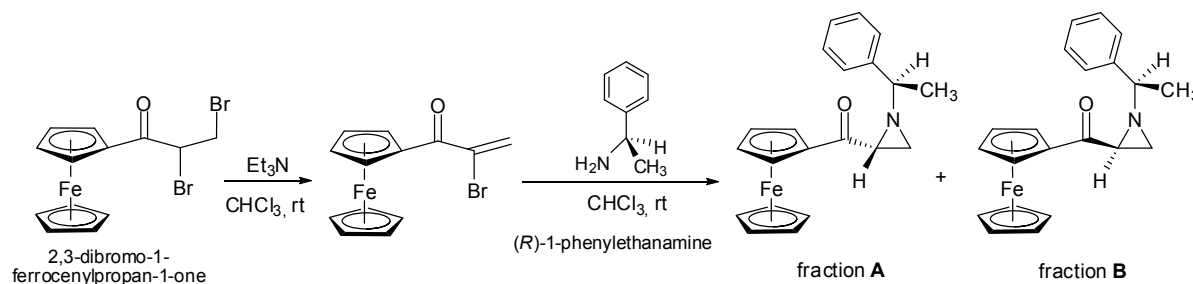
B. Ammoniaakboraani reaktsioon katalüsaatoriga

1. Joonistage eraldunud gaasi ruumala sõltuvus ajast graafikul Graph 2.
2. Arvutage 97% (massi järgi) puhtusega 29,5 mg ammoniaakboraanist eralduva vesiniku teoreetiliselt maksimaalne moolide arv ja maksimaalne ruumala (ml) 25 °C. Atmosfäärirõhk on 690 torri.
3. Arvutage vesiniku eraldumise kiirus teie eksperimendis
 - i) ml H₂/ min.
 - ii) mmol H₂/ min, arvestades, et temperatuur on 25 °C. Atmosfäärirõhk on 690 torri.
4. Arvutage teie eksperimendis vesiniku eraldumise kiirus mooli pallaadiumi kohta (mol H₂) (mol Pd)⁻¹ min⁻¹. Kaaliumtetrakloropalladaat(II) puhtus on 98% (massi järgi).

Ülesanne 3

Süntees, puhastamine ja diastereomeerse segu eraldamine

Looduses on palju individuaalse enantiomeeri või diastereomeerina esinevaid ühendeid, nagu suhkrud, aminohapped, steroidid jt. Mõned neist ühenditest on bioloogiliselt aktiivsed ja neid kasutatakse ravimitena. Sellepärast on orgaaniliste ühendite asümmeetrilise sünteesi väga tähtis. Ühes orgaaniliste ühendite asümmeetrilise sünteesi meetodites kasutatakse metallkatalüsaatorit, milles metall on koordineeritud kiraalse orgaanilise molekuli külge mida kutsutakse kiraalseteks ligandideks. Käesolevas eksperimendis sünteesitakse kaks kiraalset ligandi.



A. Süntees

- Viige viaalis 1 (**V1**) olev trietüülamiini lahus süstla abil läbi septumi 10 ml ümarapõhjalisse reaktsioonikolbi (**Rxn RB**), milles on 0,50 mmol 2,3-dibromo-1-ferrotsenüülpropan-1-ooni.
- Segage segu toatemperatuuril magnetsegajal kiirusega 600 p/min (magnetsegajal tähistatud) 30 minutit.
- 30 minuti möödudes viige viaalis 2 (**V2**) olev (*R*)-1-fenüületaaniini lahus sama süstla abil läbi septumi reaktsioonikolbi.
- Segage reaktsioonisegu toatemperatuuril veel 60 minutit.
- 60 minuti möödudes lülitage magnetsegaja välja ja tehke planaarkromatograafiline analüüs (TLC) nagu järgnevalt kirjeldatud:
 - Kontrollige enne analüüsi alustamist oma TLC plaate. Defektsed plaadid asendatakse teie küsimise järel ilma karistuspunkte andmata.
 - Tõmmake pliitsiga TLC plaadi alumisse serva stardijoon (Joonis 2.1).
 - Kandke lähteaine lahust viaalist, mis on tähistatud etiketiga **SM** kaks korda plaadi vasakpoolsesse laigukohta ja kaks korda plaadi keskmisesse laigukohta. Kandke samale plaadile ka reaktsioonikolvist võetud reaktsioonisegu (**RM**) üks kord parempoolsesse ja üks kord plaadi keskmisesse laigukohta nagu näidatud Joonisel 2.1 (kasutage iga proovi jaoks erinevaid kapillaare).

Nimi:

Kood:

iv) Voolutage TLC plaate TLC voolutusnõus eluendiga. Tähistage solvendi liikumise front pliiatsiga.

v) Kui TLC plaat saab kuivaks, siis pange see sulguriga plastikust kotti, tähisega **TLC1**.

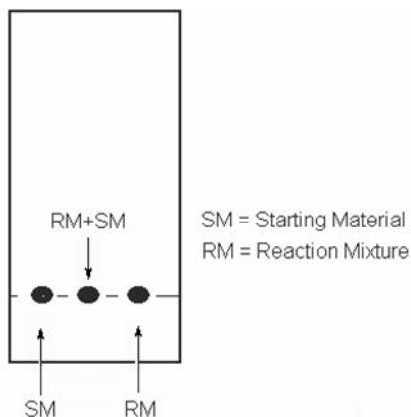


Figure 2.1. TLC plaat

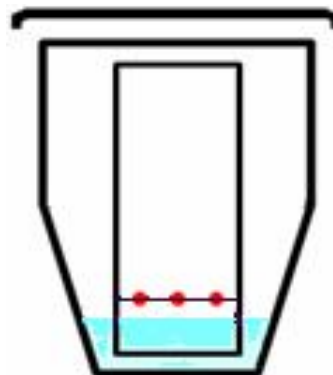


Fig. 2.2 TLC plaat paigaldatud TLC voolutusnõusse

B. Kiir-kolonnkromatograafia (Flash)

1. Eemaldage kork, viige kraani avades eluendi tase kolonni ülaosas võimalikult lähedale silikageeli ülemisele nivoole.
2. Sulgege kraan ja viige reaktsioonikolvi sisu Pasteuri pipeti abil kiirkoloni (Joon. 2.3).

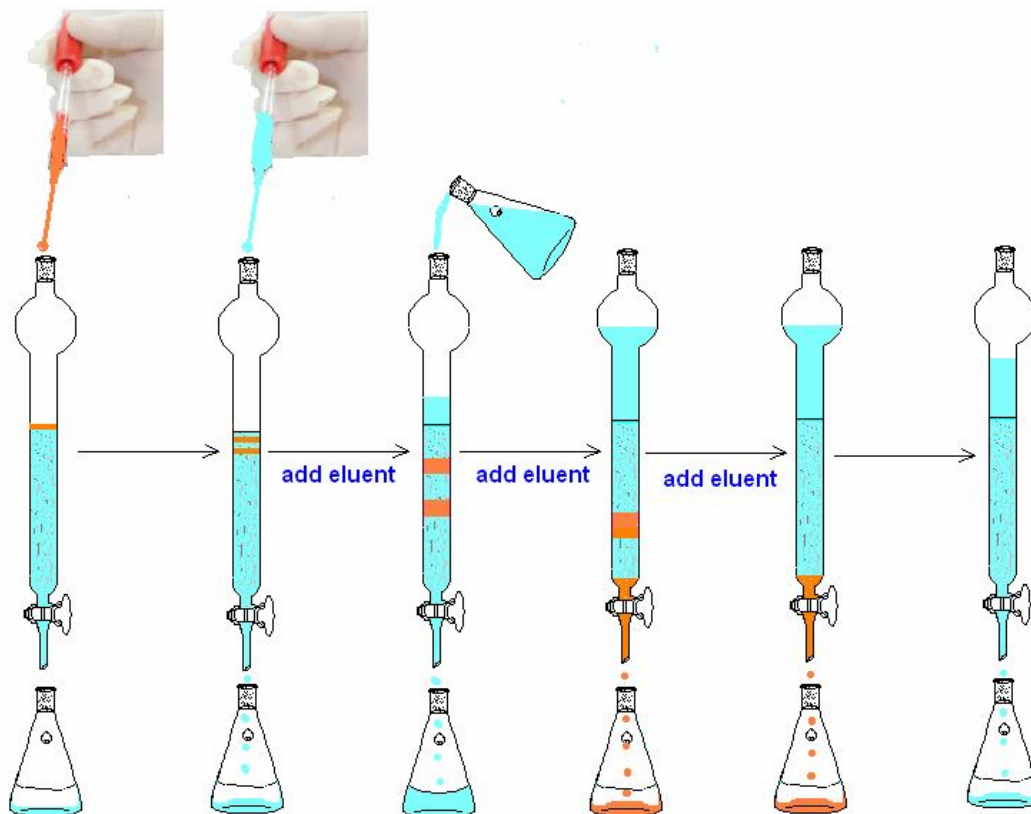


Figure 2.3. Kiir-kolonnkromatograafia

Name:

Code:

3. Loputage reaktsioonikolbi 0,5 ml pudelist **ELUENT** võetud eluendiga, kasutades selleks puhast süstalt. Viige pesulahus samuti kolonni, kasutades sama Pasteuri pipetti.
4. Avage kolonni kraan ja laske solvendil voolata välja kuni selle nivoo jõuab silikageeli ülemise nivoo lähedale.
5. Sulgege kraan ja lisage Pasteuri pipetiga 1,0 ml eluenti. Avage kraan. Kui eluendi nivoo on jõudnud silikageeli nivoo lähedale, siis lisage aeglaselt 2–3 ml eluenti, samas kraani sulgemata.
6. Täitke kolonn eluendiga. **HOIATUS: olge eluendi lisamisel ettevaatlik, ärge ajage silikageelikihti segamini.**
7. Puhastamise kiirendamiseks kasutage väikest ülerõhku, mille saavutamiseks ühendage rõhutekitamise pump adapteri abil kolonni otsa ja pumbake pisut. **HOIATUS: Olge ettevaatlik ja ärge kasutage liiga suurt rõhku. Lisage aegajalt eluenti ja vältige silikageeli kuivaks jäämist.**
8. Te peate koguma kaks põhilist fraktsiooni **A** ja **B**. Visake fraktsioonid, mis tulevad enne põhifraktsiooni **A** ja fraktsioonide **A** ning **B** vahel, etiketiga **Organic Waste** nõusse.
9. Koguge esimene põhifraktsioon 100 ml Erlemeyeri kolbi ja tähistage kirjaga Fraktsioon **A**.
10. Koguge teine põhifraktsioon 250 ml Erlemeyeri kolbi ja tähistage kirjaga Fraktsioon **B**.
11. Pärast fraktsiooni **B** kogumise lõpetamist katkestage elueerimine kraani sulgemisega.

C. Analüüsid

1. Tehke järgmine TLC analüüs, viies lähteainet (**SM**) kaks korda plaadi vasakpoolsesse laigukohta ja viies kaks korda fraktsiooni **A** plaadi keskmisse laigukohta ning viis korda fraktsiooni **B** plaadi parempoolsesse laigukohta. Pange plaat peale voolutamist ja kuivamist sulguriga plastikkotti tähisega **TLC2**.
2. Mõõtke fraktsiooni **A** ruumala, kasutades 50 ml mõõtsilindrit ning kirjutage ruumala oma vastustelehele.
3. Mõõtke fraktsiooni **B** ruumala, kasutades 250 ml mõõtsilindrit ning kirjutage ruumala oma vastustelehele.
4. Viige 2 ml pipetiga 2,0 ml fraktsiooni **A** 10 ml mõõtkolbi ja täitke kolb eluendiga märgini. Pärast kolvi loksutamist täitke selle lahusega Pasteuri pipeti abil UV-Vis küvett (vähemalt $\frac{3}{4}$ selle ruumalast). Paluge laboriassistendil mõõta spektrofotomeetriga lahuse neelduvus 450 nm juures ja kirjutage tulemus oma vastustelehele.
5. Täitke fraktsiooniga **B** pasteuri pipeti abil teine UV-Vis küvett (vähemalt $\frac{3}{4}$ selle ruumalast; lahjendamine ei ole vajalik). Paluge laboriassistendil mõõta spektrofotomeetriga lahuse neelduvus 450 nm juures ja kirjutage tulemus oma vastustelehele.

Name:

Code:

Andmetöötlus

1. Joonistage (kopeerige) TLC1 plaat oma vastustelehele.
2. Joonistage (kopeerige) TLC2 plaat oma vastustelehele.
3. Arvutage ja kirjutage üles laikude R_f väärtused (fraktsioon **A**, fraktsioon **B** ja lähteaine **SM**), kasutades TLC2 plaati.
4. Molaarne neeldumiskoeffitsient ϵ on 450 nm juures aine **A** jaoks $404 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ja aine **B** jaoks $400 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Arvutage:
 - i) Fraktsiooni **A** protsendiline saagis arvatuna lähteaine järgi.
 - ii) Fraktsiooni **B** protsendiline saagis arvatuna lähteaine järgi.