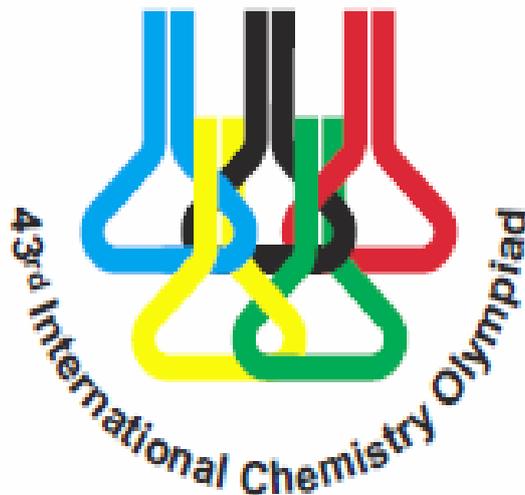


Name: Code:

2011 Ankara, TURKEY



제 43 회국제화학올림피아드

ICHO 43

실험시험

2011. 7. 12.
터키, 앙카라

Name:

Code:

주의사항

- 이 시험은 실험 문제지 10 쪽과 답안지 8 쪽으로 되어 있다.
- 실험을 시작하기 전에 15 분 동안 이 문제지를 읽을 시간이 주어져 있다.
- 실험 시험 시간은 5 시간이다. 실험 2 와 3 에서는 동일한 자석 교반기 (magnetic stirrer)를사용해야 하며, 실험 3 에서는 먼저 30 분, 다음에 1 시간 기다리는 시간이있다.
- 시작(start) 지시가 있는 후에만 실험을 시작하라. 중지(stop) 지시가 있으면 즉시 하던 일을 멈추어야 한다. 5 분 후에도 실험을 하고 있으면 실험 시험이 무효 처리된다. 중지 지시 후에는 감독관이 실험 장소를 점검하니 실험 장소에서 기다려야 한다. 실험대에는 다음 항목들이 있어야 한다:
 - 문제지(이 인쇄물)
 - 답안지
 - 실험 3 의 결과물인 TLC1 과 TLC2 판을 넣은, 학생 번호와 수험번호가 적힌 지퍼백
- IChO 규칙에 주어진 안전 수칙을 준수해야 한다. 실험실에 있을 때에는 보안경을 반드시 착용해야 한다. 반드시 주어진 피펫용 벌브(bulb)를 사용해야 하며, 화학물질을 다룰 때에는 장갑을 사용해도 좋다.
- 안전수칙을 어길때감독관은단지한번의경고를할것이다.
두번째경고를해야할때에는전체실험시험을 0 점처리하는동시에실험실에서퇴실조치한다.
- 안전 수칙과관련된질문이있거나화장실 등 실험실을나갈필요가있을때에는바로감독관에게도움을청하라.
- 허용된실험공간에서만실험해야한다.
- 답안을작성할때에는연필이아닌주어진펜만사용하라.
- 주어진계산기만사용하라.
- 답안지의지정된곳에결과를적어야한다. 지정되지않은곳에쓴결과는채점 대상에서 제외된다. 연습장이필요하면문제지의뒷면을이용하라.

Name:

Code:

- 실험 1 에서 생긴 폐기물은 “**Aqueous waste**”라고 표시된 통에 버려라.
- 실험 3 에서 생긴 폐기물은 “**OrganicWaste**”라고 표시된 통에 버려라.
- 시약과 실험 도구는 한 품목에 한하여 감점 없이 추가로 제공해 주거나 교환해준다.
이후에는 추가되는 품목 하나당 실험 전체 점수 40 점 중에서 1 점씩 감점한다.
- 문제지의 번역이 분명하지 않을 때에는 이 문제지의 공식 영문본을 요청하여 볼 수 있다.

Name:

Code:

실험기구

실험대위	실험에서공통으로사용되는기구들
500 mL PET 씻기병 (증류수)	감점없이사용할수있는증류수통
보안경	고무장갑 (맞는크기를요청하여사용할것)
연필, 자, 유성펜	실험 1 에서생기는 Aqueous Waste 통
교반자석	실험 3 에서생기는 Organic Waste 통
	깨진유리와모세관폐기용통

실험 1	
실험대위	
피펫 3 개 - 1 mL, 10 mL, 25 mL 각 1 개	
플라스틱깔때기 2 개	
50 mL 뷰렛 2 개 - 스탠드에클램프로세워져있음	
실험대아래장에있는상자	
250 mL 삼각플라스크 2 개	
피펫용 밸브 1 개	

실험 2	
실험대위	
장 비 준 비	눈금관 (부피가 mL 로표시)
	밸브 (valve), 고무마개(septum), 교반자석이들어있는 50 mL Schlenk 용기
	눈금관을 Schlenk 용기및밸브와연결한 Tygon 튜브
실험대아래장에있는상자	
깔때기 1 개	
타이머 1 개 (사용법을모르면감독관에게문의)	
2.0 mL 주사기 1 개	

실험 3	
실험대위	
2 mL 피펫 1 개	
250 mL 눈금실린더 1 개	
클램프로스탠드에고정된플래쉬컬럼(Flash column)(유리마개포함) 1 개	
실험대아래장에있는상자	
TLC 판 2 개 - 지퍼백에들어있는 TLC1 과 TLC2	
TLC 전개용기 (마개포함) 1 개	
모세관 6 개	
100 mL 삼각플라스크 3 개, 250 mL 삼각플라스크 1 개	
50 mL 눈금실린더 1 개	
플라스틱마개가달린 10 mL 부피플라스크 1 개	

Name:

Code:

경로길이 1.0 cm UV-Vis 셀 2 개
어댑터가 달려있는 가압용 고무구 (bulb) 및 플라스틱 클립 1 개
2.0 mL 주사기 2 개
파스퇴르 피펫 6 개 및 소형 벌브 (bulb)
핀셋 1 개

Name:

Code:

시약

		위험정도	안전수칙
실험 1	미지용액 (unknown solution) 100 mL	36 38	26 37 39
	지퍼백에 들어있는 Eppendorf 튜브속덱스트린 (dextrin) 3 개		
	다이클로로플루로레센(Dichlorofluorescein) 지시약	36 37 38	26 36
	0.1 M* AgNO₃ 100 mL	8 22 34 50 53	26 45
	0.01 M* EDTA 100 mL	36	26
	pH 10 완충용액(NH₃/NH₄Cl) 5 mL	10 23 24 34 50	9 16 26 33 36 37 39 45 61
	EBT 지시약	36 37 38	26

*정확한값은라벨에적혀있음

실험 2	용액 A (Solution-A) H ₃ NBH ₃ , 29.5 mg을 10 mL 물에 녹인용액	5	15
	용액 B (Solution-B) poly(4-styrenesulfonic acid-co-maleic acid) 137.7 mg을 9 mL 물에 녹인용액	26	26 36
	용액 C (Solution-C) Potassium tetrachloropalladate(II), K ₂ [PdCl ₄], 6.7 mg을 1 mL 물에 녹인용액	36/38	26 37/39

	Rxn RB 0.50 mmol 2,3-dibromo-1-ferrocenylpropan-1-one 과 교반자석		
실험 3	V1 1.0 mmol triethylamine 을 1.0 mL CHCl ₃ 에 녹인 용액	11 20 21 22 35 38 40 48	3 16 26 29 36 37 39 45
	V2 1.0 mmol (<i>R</i>)-1-phenylethanamine 을 0.5 mL CHCl ₃ 에 녹인용액	11 20 21 22 34 35 38 40 48	6 26 28 29 36 37 39 45
	SM TLC 확인용시작물질용액 (2,3-dibromo-1-ferrocenylpropan-1-one)		
	전개액(ELUENT) 500 mL, heptane:ethyl acetate 3:2 혼합물	11 20 22 36 66 67	16 23 29 33

Name:

Code:

위험및안전수칙

- R5 가열하면폭발
- R8 가연성물질과접촉하면화재발생
- R10 가연성
- R11 높은 가연성
- R20 호흡하면해로움
- R21 피부와접촉하면해로움
- R22 삼키면해로움
- R23 호흡하면유독
- R24 피부와접촉하면유독
- R26 호흡하면매우유독
- R34 화상유발
- R35 심각한화상유발
- R36 눈에자극
- R37 호흡기에자극
- R38 피부에자극
- R40 제한적발암효과
- R48 오래노출될때건강에심각한손상
- R50 수중생물에매우유독
- R53 수중환경에장기적으로유해효과를유발가능
- R66 반복하여노출되면피부건초혹은손상유발가능
- R67 증기가줄음이나어지럼증유발

- S3 차가운장소에보관
- S9 환기가잘되는장소에용기를보관
- S15 열을피할것
- S16 화기에서멀리보관
- S23 증기를호흡하지말것
- S26 눈에접촉되었을때는즉시과량의물로씻고진료를받을것
- S29 하수구에버리지말것
- S33 정전기에대하여주의할것
- S36 적절한보호의류를입을것
- S37 적절한장갑을사용할것
- S39 눈과얼굴보호장구를사용할것
- S45 사고가나거나상태가안좋을때에는즉시진료를받을것(언제든지라벨을보일것)
- S61 환경에노출되지않도록할것. 특별지시/안전수칙자료를참조할것

Name:

Code:

이상기체방정식:

$$PV = nRT$$

기체상수:

$$R = 8.314 \text{ J K}^{-1}\text{mol}^{-1}$$

$$= 0.08205 \text{ atmL K}^{-1}\text{mol}^{-1}$$

섭씨 0 도:

$$273.15 \text{ K}$$

비어-램버트(Beer-Lambert) 방정식:

$$A = \epsilon b c$$

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

주기율표

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 (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)				

Name: Code:

실험 1

염화물 혼합물의 분석

염화마그네슘(MgCl_2)과 염화나트륨(NaCl)만 포함된 용액의 조성은 다음과 같이 결정한다: 먼저 간접적인 침전적정 방법을 통해 염화물의 전체 양을 결정하고, 그 다음에 착물형성 적정을 통해 마그네슘이온의 양을 결정한다.

용액에 존재하는 염화이온의 양을 결정하는데 가장 많이 사용하는 방법은 파얀스(Fajans) 방법이다. 이 은적정법(argentometric procedure)에서, 용액에 존재하는 염화이온을 침전시키는 적정제(titrant)로 질산은(AgNO_3)을 사용한다. 약한 유기산인 dichlorofluorescein 을 흡착 지시약으로 사용하여 종말점을 결정한다. 종말점에 도달하기 전에는 용액에 존재하는 과량의 염화이온이 염화은 입자에 흡착하여 음전하를 띤다. 지시약 음이온은 염화은 입자 표면에 있는 음전하에 의해 반발하여 용액에 머물기 때문에 연두색을 띤다. 그러나 당량점 이후에는 염화은 입자에 음이온들이 흡착된다. 그래서 양으로 하전된 층이 형성되어 dichlorofluoresceinate 이온들을 끌어들이면 분홍-빨간(pink-red) 색이 나타난다. 덱스트린(dextrin)은 염화은 입자들이 서로 뭉치지 않도록 안정화하는데 사용된다.

용액에 존재하는 마그네슘이온의 양은 EDTA 로 착물분석적정을 하여 결정할 수 있다. EDTA 는 여섯 자리 리간드로, 알칼리 금속이온들을 제외한 모든 금속이온들과 양이온의 전하에 상관없이 1:1 비율로 착물을 형성한다. EBT(Eriochrome Black T)는 EDTA 적정에 많이 사용되는 지시약이다. pH 가 7.00 보다 클 때, EBT 는 금속 이온이 없는 용액에서 파란색을, 금속이온과 결합하면 빨간색을 띤다.

이 실험에서 염화마그네슘과 염화나트륨을 포함하는 용액 중 염화물의 농도는 파얀스 방법으로, 마그네슘이온의 농도는 EDTA 적정법으로 결정한다.

여기에 주어진 미지시료 용액 100 mL 는 염화마그네슘과 염화나트륨을 녹여서 만든 것이다. 이 실험의 목적은 염화마그네슘과 염화나트륨의 농도를 g/100 mL 단위로 결정하는 것이다.

Name:

Code:

A. 파양스방법에 의한 전체 염화물의 정량.

1. 10-mL 피펫으로 “미지 용액(unknown solution)” 라벨이 붙은 병에서 10.0mL 를 취하여 250-mL 삼각플라스크로 옮긴다. 여기에 증류수를 가하여 부피를 대략 100mL 로 만들어라.
2. “덱스트린(dextrin)” 라벨이 붙은 지퍼백안에 있는 Eppendorf 튜브 중 하나를 꺼내 그 안의 모든 내용물을 삼각플라스크로 옮긴다.
3. Dichlorofluorescein 지시약 5 방울을 넣어라.
4. 질산은표준용액의 병에 적혀있는 정확한 농도를기록하라.
5. 뷰렛중의 하나를 질산은 표준용액으로 채운다.
6. 전체용액이 분홍-빨간색(pink-red)이 될 때까지 미지 용액(unknown solution)을 적정하라.
7. 사용한 질산은용액의 부피를 mL 로 기록하라.
8. 적정을 반복할 때에는사용했던 삼각플라스크를 사용하라. 이 경우에 삼각플라스크의 내용물을 수용성 폐기물 용기에 버리고 증류수로 두 번 헹군다음 사용한다.

B. EDTA 로 직접 적정에 의한 Mg^{2+} 의정량

1. 두 번째 뷰렛을 EDTA 표준 용액으로 채워라.
2. EDTA 표준 용액의 병에 적혀있는 정확한 농도를 기록하라.
3. 25-mL 피펫으로 “미지 용액(unknown solution)” 25.0 mL 를 취해 250-mL 삼각플라스크로 옮긴다. 여기에 증류수를 가하여 부피를 대략 100 mL 로 만들어라.
4. 1-mL 피펫으로 pH 10 완충용액 (pH 10 buffer) 1.0 mL 를 가한다.
5. EBT 지시약 3-4 방울을 가한다.
6. 용액이 빨간색에서 파란색으로 변할 때까지 EDTA 표준 용액을 넣어 미지 용액(unknown solution)을 적정하라.
7. 사용한 EDTA 용액의 부피를 mL 로 기록하라.
8. 적정을 반복할 때에는사용했던 삼각플라스크를 사용하라. 이 경우에 삼각플라스크의 내용물을 수용성 폐기물 용기에 버리고 증류수로 두 번 헹군 다음 사용한다.

데이터 처리

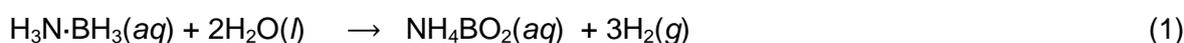
1. 100 mL 미지용액의 염화이온(Cl^-)양을 mmole 단위로 결정하라.
2. 100 mL 미지용액의 마그네슘이온(Mg^{2+})양을 mmole 단위로 결정하라.
3. 미지 용액에 들어 있는 $MgCl_2$ 와 $NaCl$ 의 농도를 g/100mL 단위로 계산하라.

실험 2

암모니아보레인(ammonia borane)으로부터의 수소제조

수소는 지속가능한 에너지의 미래를 향한 길목에서 새롭고 친환경적인 청정 에너지원으로 고려되고 있다. 효율적이고 안전한 수소의 저장은 수소경제에서 핵심이슈 중 하나이다.

수소화합물 가운데 고체 수소 저장 물질로 촉망받고 있는 물질이 암모니아-보레인($\text{H}_3\text{N}\cdot\text{BH}_3$)인데, 이것은 수소 함량이 높을 뿐만 아니라 연료 전지 작동 조건에서의 안정성 때문에 아주 많은 관심을 끌어들였다. 암모니아보레인은 식(1)에 제시된 가수분해를 통해 수소를 방출할 수 있다.



암모니아보레인 수용액은 안정하고, 이것의 가수분해는 적당한 촉매가 있을 때만 일어난다.

최근 연구에 의하면 수용성 고분자에 의해 안정화된 팔라듐(0)

나노클러스터가 암모니아보레인의 가수분해에 매우 활성이 큰 촉매임이 밝혀졌다. 팔라듐(0)

나노클러스터는 [poly(4-styrenesulfonic acid-co-maleic acid), PSSA-

MA]가 존재할 때 암모니아보레인에 의해 potassium tetrachloropalladate(II)

[K_2PdCl_4]가 환원되어 바로 생성된다.

이 실험에서는 PSSA-

MA를 포함하는 용액 중에서 K_2PdCl_4 를 넣어 주어 암모니아보레인의 가수분해 촉매 반응을 수행한다.

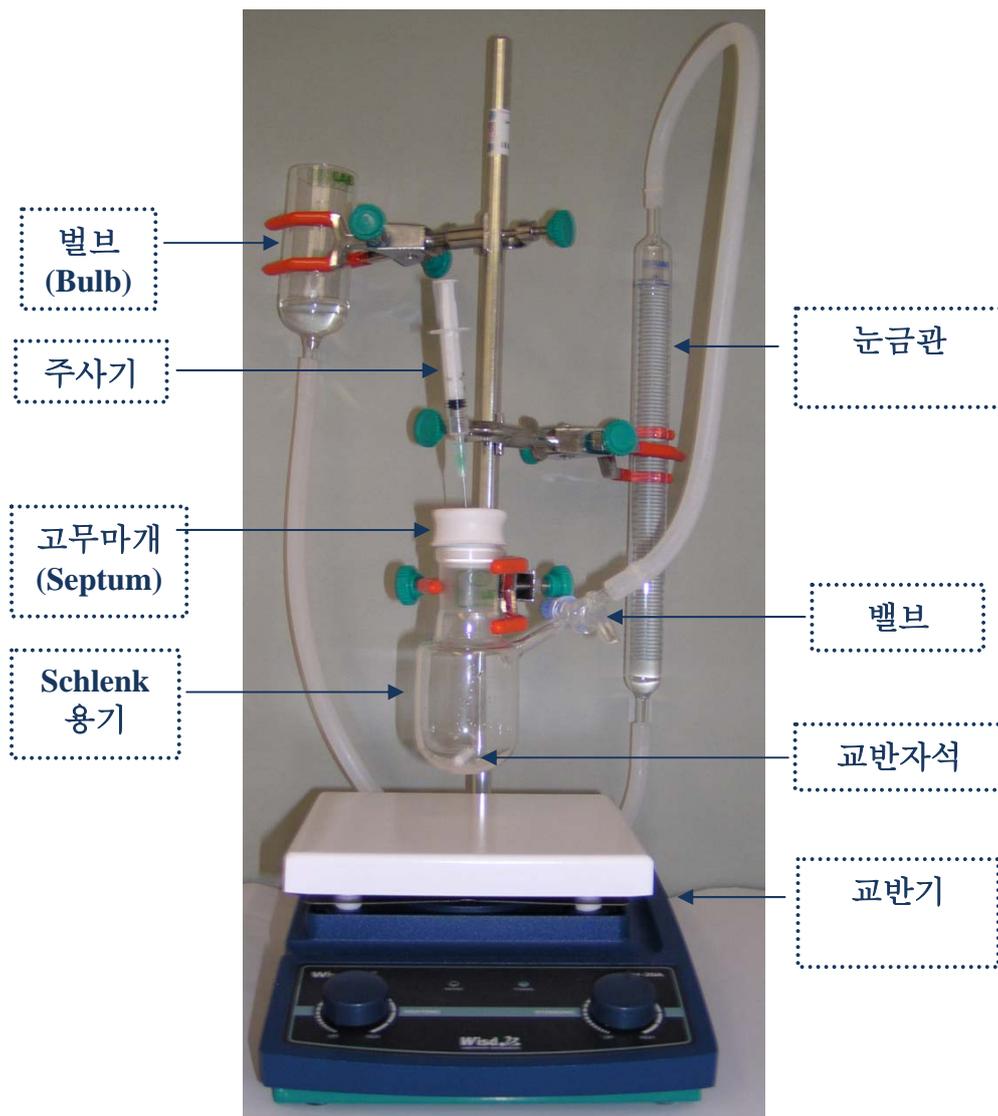
암모니아보레인에 의해 환원될 K_2PdCl_4 를 전촉매(precatalyst)로 사용하고,

이로부터 형성되는 팔라듐(0) 나노클러스터를 PSSA-MA로 안정화시킨다.

이들 나노클러스터가 암모니아보레인의 가수분해 반응의 촉매가 된다.

I. 실험장치 준비

- 아래 사진과 같이, 실험장치가 지지대에 고정되어 있고, 눈금관이 Tygon 튜브에 의해 Schlenk 용기에 연결되어 있으며, Schlenk 용기에 교반자석이 들어 있는지 확인하라.
- 고무마개(septum)가 닫혀 있고 밸브가 열려 있는지 확인하라.
- 벌브(bulb) 높이를 변화시켜 눈금관의 물 높이를 0으로 맞춰라.
- Schlenk 용기의 밸브를 잠가라.



실험 장치

II. 암모니아보레인의가수분해

A. 촉매가없는경우

1. 깔때기를 이용하여 유리 바이알에 담긴 암모니아-보레인 용액(**Solution-A**) 전부를 Schlenk용기로 옮겨 담아라.
2. 깔때기를 이용하여 유리 바이알에 담긴 고분자용액(**Solution-B**)을 Schlenk용기에 더하라.
3. Schlenk용기를 고무마개로 막고, 600 rpm(교반기에 표시된 대로)으로 젓기 시작한 후, 눈금관에 연결된 밸브를 열어라. 이 시간을 0으로 하고 이 때의 물높이를 V_0 로 기록하라. 타이머로 시간을 재기 시작하라.
4. 생성되는 기체의 전체 부피를 답안지의 주어진 표에 매 분마다 기록하라. 이를 10 분 동안 계속하라. 타이머를 멈춰라.

Name:

Code:

B. 촉매가 있는 경우

1. 교반이 계속되는 동안 2.0 mL 주사기를 사용하여 유리 바이알에 있던 K_2PdCl_4 용액(Solution-C) 전부를 취한 후 고무마개를 통해 Schlenk 용기안으로 주입하라. 고무마개에 꽂힌 주사기는 실험하는 동안 그대로 두어라. 타이머로 시간을 재기 시작하라.
2. 생성된 기체의 전체 부피를 답안지의 주어진 표에 매 분마다 기록하라. 이를 10 분 동안 계속하라. 타이머를 멈춰라.

데이터처리

A. 촉매가 없는 경우의 암모니아-보레인 반응

1. 시간에 대한 기체의 부피를 그래프 1 에 그려라.
2. 발생한 기체의 부피를 $V_{uncatalyzed}$ 로 기록하라.

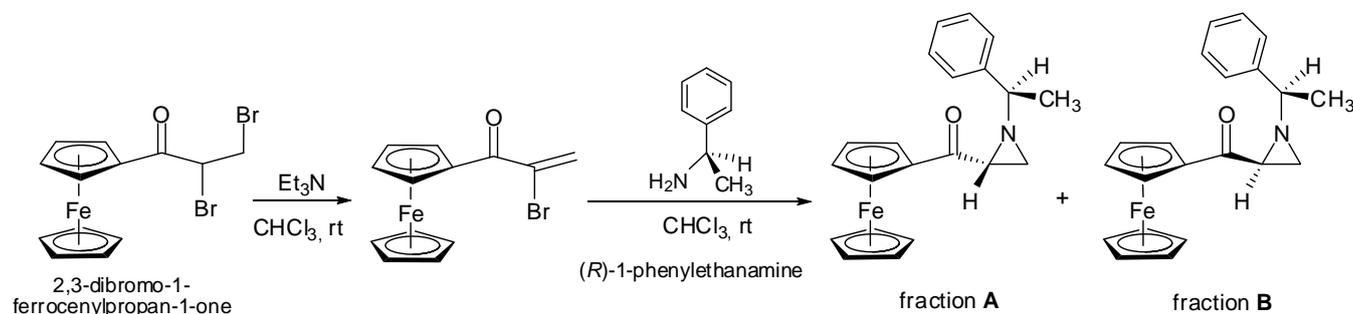
B. 촉매가 있는 경우의 암모니아-보레인 반응

1. 시간에 대한 기체의 부피를 그래프 2 에 그려라.
2. $25^\circ C$ 에서 97%(질량/질량)의 순도를 가진 29.5 mg 의 암모니아 보레인으로부터 가수분해 반응을 통하여 발생할 수 있는 수소 기체의 이론적 최대 몰수와 최대 부피(mL)를 계산하라. 이 때, 대기압은 690 torr 이다.
3. 수행한 실험에서 수소의 발생 속도를 계산하라.
 - i) 분당 H_2 의 부피 ($mL H_2/min$)
 - ii) 온도가 $25^\circ C$ 라고 가정했을 때 분당 H_2 의 밀리몰수 ($mmol H_2/min$). 이 때, 대기압은 690 torr 이다.
4. 수행한 실험에서 팔라듐 1몰당 수소 생성 속도를 $(mol H_2) \cdot (mol Pd)^{-1} \cdot (min)^{-1}$ 단위로 계산하라. 단, K_2PdCl_4 의 순도는 98%(질량/질량)이다.

실험 3

부분입체이성질체 혼합물의 합성, 정제, 그리고 분리

자연계에는 당, 아미노산, 스테로이드처럼 많은 화합물들이 한가지 광학이성질체 또는 한가지 부분입체이성질체로 존재한다. 이들 중 일부는 생리활성이 있어 약으로 쓰이기도 한다. 그러므로 유기화합물의 비대칭 합성은 중요하다. 유기화합물의 비대칭합성 방법 중의 하나로, 카이랄 리간드가 금속원자에 배위결합을 하고 있는 형태의 금속-촉매를 사용하는 경우가 있다. 이 실험에서는 두 개의 카이랄 리간드를 합성한다.



A. 합성

- 0.50 mmol 2,3-dibromo-1-ferrocenylpropan-1-one 이 들어있는 10 mL 크기 둥근바닥 플라스크 (Rxn RB)에 바이알 1 (V1)에 들어있는 트라이에틸아민 (triethylamine) 용액을 주사기를 사용하여 고무마개를 통해 주입하라.
- 반응 혼합물을 상온에서 30 분 동안 자석교반기를 사용하여 600 rpm 의 속도 (교반기에 표시된대로)로 교반하라.
- 30 분이 지나면 바이알 2 (V2)에 들어 있는 (R)-1-phenylethylamine 용액을 앞서 사용했던 주사기를 사용하여 고무마개를 통해 반응플라스크로 옮겨라.
- 이 혼합물을 상온에서 60 분 동안 교반하라.
- 60 분이 지나면 자석 교반기를 끄고 아래와 같이 TLC 분석을 하라:
 - 시작하기 전에 TLC 판을 점검하라. 손상된 TLC 판은 별점 없이 교환할 수 있다.
 - 연필을 사용하여 TLC 판의 아래쪽에 그림 2.1 처럼 시작선을 그려라.

Name:

Code:

- iii) SM이라고 표시된 바이알에 들어있는 시작물질 용액을 사용하여 왼쪽에 두 번씩 점 (spot)을 찍고 가운데에 두 번씩 점 (spot)을 찍어라. 같은 TLC 판에다 그림 2.1처럼 반응 용기에서 취한 반응혼합물 (RM)을 오른쪽에 한번, 가운데에 한번 점 (spot)을 찍어라 (각 샘플마다 다른 모세관을 사용하라).
- iv) 전개액 (ELUENT)을 사용하여 TLC 전개용기에서 TLC를 전개하라. 전개 후 용매 끝선을 연필로 표시하라.
- v) TLC 판이 마르면 TLC1이라고 표시된 지퍼백에 TLC판을 넣어라.

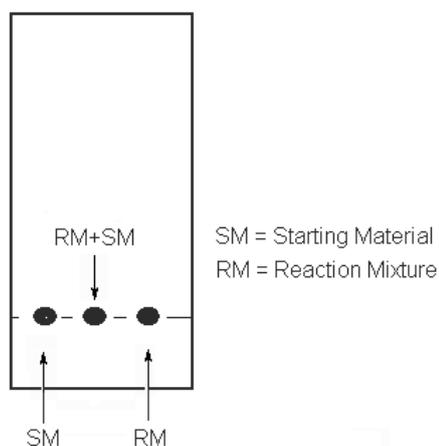


그림 2.1.TLC 판

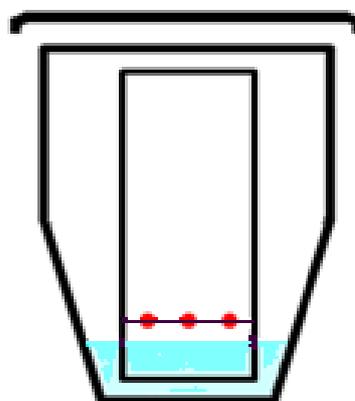


그림. 2.2TLC 판이 전개용기에서 전개되고 있는 모양.

B. 플래쉬 컬럼 크로마토그래피

1. 유리마개를 제거하고, 밸브를 열어 이미 들어 있는 전개액이 실리카겔 바로 위에도달할 때까지 흘려라.
2. 밸브를 잠근 후 반응용기에 있는 반응 혼합물을 파스퇴르 피펫을 사용하여 플래쉬 컬럼 위쪽에 로딩하라 (그림 2.3).

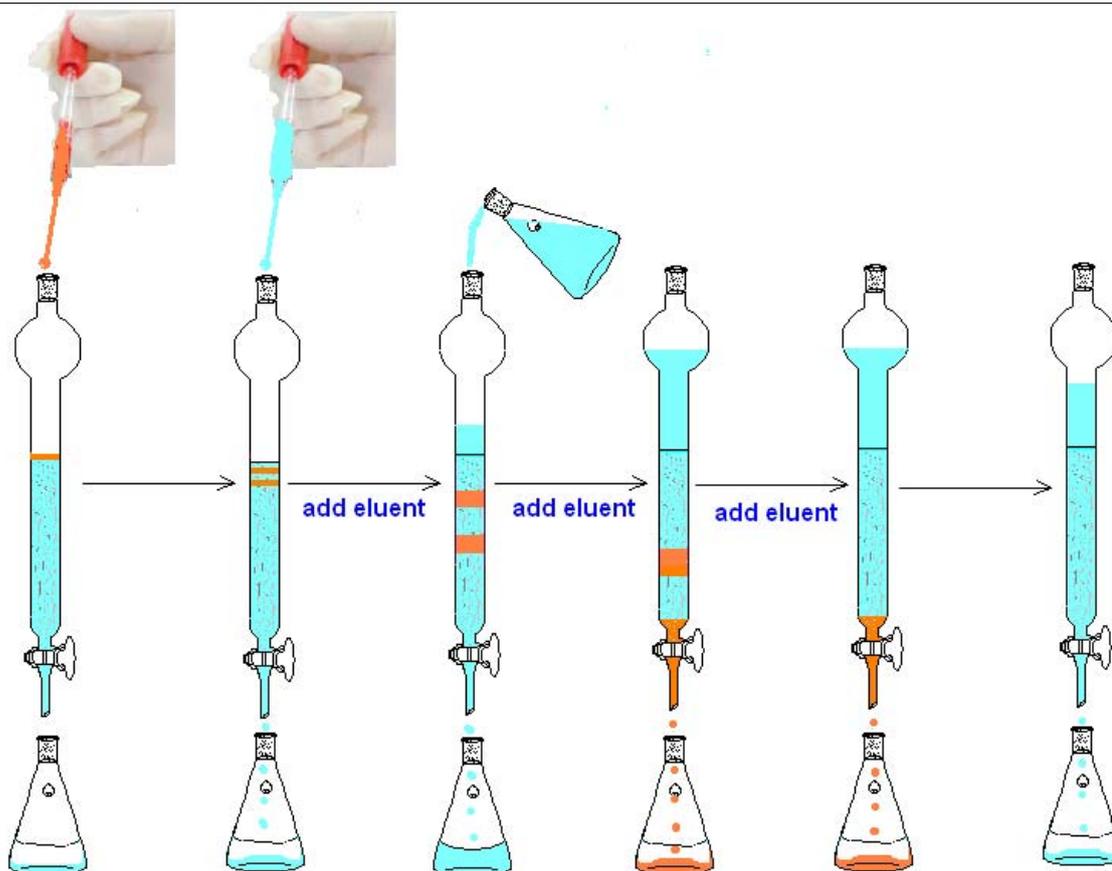


그림 2.3. 플래쉬 컬럼 크로마토그래피

3. 깨끗한 주사기를 사용하여 **ELUENT** 라고 표시된 병에서 전개액 0.5 mL 를 취해 반응용기를 행구어라. 이 행군 용액을 앞서 사용했던 파스퇴르 피펫을 사용하여 컬럼에 로딩하라.
4. 밸브를 열어 용매가 실리카젤 바로 위에 도달할 때까지 흘려라.
5. 밸브를 막고 파스퇴르 피펫으로 1.0 mL 의 전개액을 넣어라. 밸브를 열어라. 전개액이 실리카젤 바로 위에 도달했을 때 밸브가 열려있는 상태에서 2-3 mL 의 전개액을 천천히 넣어라.
6. 전개액을 더 넣어 컬럼을 채워라. 주의: 전개액을 더할 때 실리카젤이 흐트러지지 않도록 주의하라.
7. 빠른 정제를 위하여 가압용 고무구(pressure applying bulb)를 컬럼 위쪽에 연결하여 약간의 압력을 걸 수 있다. 주의: 이 때 너무 많은 압력이 걸리지 않도록 주의하라. 그리고 간간이 전개액을 넣어주어 실리카젤이 마른 상태가 되지 않도록 하라.

Name:

Code:

8. 주요 분취물 (fraction) A 와 B 를 얻는 것이 목적이다. 분취물 A 전에 나오는 전개액이나 분취물 A 와 B 사이에 나오는 전개액은 유기폐기물 (Organic Waste) 폐기통에 버려라.
9. 첫 번째 주요 분취물 (fraction) A 를 100 mL 삼각플라스크에 받아 fractionA 라고 표시하라.
10. 두 번째 주요 분취물 (fraction) B 를 250 mL 삼각플라스크에 받아 fractionB 라고 표시하라.
11. 분취물 B 를 다 모았으면 밸브를 잠가 더 이상 전개액이 흐르지 않도록 하라.

C. 분석

1. 또 다른 TLC 판의 왼쪽에 시작물질(SM)을 두 번씩 찍고, 가운데에 분취물 A 를 두 번씩 찍고, 오른쪽에 분취물 B 를 다섯 번씩 찍은 후 전개하라. 전개 후 TLC 판이 마르면 이를 TLC2 라고 표시된 지퍼백에 넣어라.
2. 50 mL 눈금실린더를 사용하여 분취물 A 의 부피를 측정하고 답안지에 그 부피를 적어라.
3. 250 mL 눈금실린더를 사용하여 분취물 B 의 부피를 측정하고 답안지에 그 부피를 적어라.
4. 2-mL 피펫으로 분취물 A 를 2.0 mL 취하여 10 mL 부피 플라스크(volumetric flask) 에 옮기고 전개액(ELUENT)을 넣어 총 부피가 10 mL 가 되도록 묻혀라. 플라스크를 흔들어 균일하게 한 후 파스퇴르 피펫을 사용하여 UV-Visible 셀을 이 용액으로 채운다 (적어도 3/4 이상). 감독관에게 450 nm 에서의 흡광도 측정을 요청하여 그 결과를 그대로 답안지에 기록하라.
5. 새 파스퇴르 피펫으로 분취액 B 를 취하여 다른 UV-Visible 셀을 채운다 (적어도 3/4 이상) (이 때에는 용액을 묻힐 필요가 없다). 감독관에게 450 nm 에서의 흡광도 측정을 요청하여 그 결과를 그대로 답안지에 기록하라.

Name:

Code:

데이터 처리

1. TLC1 판의 모양을 답안지에 그려라.
2. TLC2 판의 모양을 답안지에 그려라.
3. TLC2 판에 나타난 점들 (분취물 **A**, 분취물 **B**, 시작물질 **SM**)의 R_f 값들을 계산하여 기록하라.
4. 450 nm 에서 **A** 의 흡광계수 (molar extinction coefficient) ϵ 는 $404 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$, **B** 의 흡광계수는 $400 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ 이다. 아래 값들을 계산하라:
 - i) 시작물질에 대한 **A**의 퍼센트 수율.
 - ii) 시작물질에 대한 **B**의 퍼센트 수율.